

西安交通大学

博士学位论文

等离子体显示器MgO介质保护薄膜的制备、性能及应用研究

姓名：喻志农

申请学位级别：博士

专业：物理电子学

指导教师：孙鉴;郑德修

2001. 3. 1

等离子体显示器 MgO 介质 保护薄膜的制备、性能及应用研究

摘要

(等离子体显示器在 21 世纪信息显示领域具有广阔的应用前景及市场, 开展彩色 PDP 关键技术的研究对于推动我国电子信息技术和国民经济的发展有着重要的战略意义和现实意义。PDP 中的介质保护膜, 由于直接和放电气体接触, 对 PDP 的工作电压和寿命等性能有重要的影响。介质保护膜的制备方法、制备工艺很大程度上决定着保护膜的厚度, 保护膜的厚度又影响 PDP 的工作特性。因而, 开展介质保护膜的制备方法、膜层性能及应用研究, 对于提高 PDP 的性能, 降低 PDP 的成本和功耗, 早日实现 PDP 的普及具有重要的意义。)

本文所做的主要工作和取得的创造性成果有:

1. 深入研究了电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的特性以及基底温度, 沉积速率, 通氧气量等工艺参数对 MgO 薄膜特性的影响。(通过分析 MgO 薄膜的晶体结构, 表面和断面形貌, 可见光谱以及红外光谱等特性, 发现在 MgO 薄膜的制备过程中通氧气可改善(111)晶面择优生长的 MgO 薄膜的结晶性, 由此获得了制备高结晶度 MgO 薄膜的最佳工艺条件; 并且发现在薄膜结晶度增大的同时, 薄膜的吸水能力也随之增强。这些实验结果为进一步研究 MgO 薄膜的特性对 PDP 放电特性的影响打下了良好的基础。)

2. 为了制备致密的 MgO 薄膜, 提高薄膜的抗溅射能力和降低薄膜的吸水能力, 研究了离子束辅助沉积技术制备的 MgO 薄膜的特性及离子能量, 离子种类, 基底温度, 通氧量等工艺参数对薄膜特性的影响。(通过大量的试验及理论分析, 获得了工艺参数和 MgO 薄膜特性的关系; 在保证 MgO 薄膜致密的前提下, 既获得了(111)晶面择优生长的 MgO 薄膜又获得了(200)晶面择优生长的 MgO 薄膜, 为离子束辅助沉积技术制备的 MgO 薄膜应用于 PDP 的介质保护膜提供了实验依据。)

3. 分别研究了电子束蒸发制备的 MgO 薄膜和离子束辅助沉积制备的 MgO 薄膜对 PDP 放电特性的影响。(通过以不同条件制备的 MgO 薄膜作为介质保护膜的 PDP 试验板老练试验, 讨论了不同结构特性的 MgO 薄膜对 PDP 的着火电压, 熄火电压, 记忆余量, 放电电流的影响, 并从理论上分析和讨论了两

者之间的关系，为进一步分析介质保护膜对 PDP 放电特性的影响提供了充分的试验和理论依据；充分证明了离子束辅助沉积技术制备的 MgO 薄膜应用于 PDP 的介质保护薄膜的可行性，为改善 PDP 的放电特性和使用寿命提供了可行的方案。）

4. 研究了制备 MgO 薄膜之后的工序如高温封接及老练对不同制备方法，不同制备工艺制备的 MgO 薄膜的表面形貌，结晶取向，抗溅射能力等特性的影响。（相对于电子束蒸发制备的 MgO 薄膜，离子束辅助沉积制备的 MgO 薄膜，在老练时，由于致密而抗离子轰击的能力强。在适当工艺条件下，离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜既能象电子束蒸发制备的 MgO 薄膜降低 PDP 的工作电压，又能大幅度提高 PDP 的使用寿命。）

5. 准确测量 MgO 薄膜的二次电子发射系数对于深入讨论 MgO 薄膜特性对 PDP 放电特性的影响尤为重要。（通过讨论二次电子发射系数的测量机理及测量二次电子发射系数过程中的难点和问题，设计出了能够准确测量 MgO 薄膜二次电子发射系数的装置。）

关键词： 等离子体显示器 MgO 薄膜 薄膜特性 放电特性
后工序 二次电子发射系数

论文类型： 应用研究

Deposition, Properties and Applications of MgO films for Plasma Display Panel (PDP)

Abstract

In twenty-one century, PDP will show wide applied foreground and markets in information display domain. To research key technology of color PDP helps to promote development of electronic information technology and civil economics, and shows strategical and practical significance. Protecting film for dielectric layer produces important influence on voltage and lifetime of PDP due to directly contacting with discharging gas. Because properties of the protecting film, with which working characteristics of PDP are related, are decided mostly by deposition methods and deposition parameters, it is important to investigate the deposition methods, properties as well as applications of the film to improve properties of PDP, to degrade cost and supply expenses of PDP, and to realize early generalization of PDP.

The main tasks and the creative achievements list below:

1. Properties of MgO films prepared by electron beam evaporation and the relationships between the properties and such deposition parameters as substrate temperature, growth rate, oxygen pressure, and so on, were investigated. The properties include crystal structure, surface and cross-section morphology, UV and IR spectrums, and so on. One of experiment results is that incorporation of oxygen in the process of depositing MgO film helps to promote crystalline quality of MgO film with (111) preferred orientation. And thus the optimum condition was obtained to deposit MgO film with high crystalloid degree. Another is the fact that the higher crystalloid degree of the film, the more easily the film absorbs water. The results are base of investigating further the dependence of characteristics of PDP on the properties of MgO film.

2. In order to produce dense MgO films and prevent the films being sputtered and absorbing water, properties of MgO films prepared by ion-beam assisted evaporation and the relationships between the properties and such deposition parameters as ion energy, ion species, substrate temperature, oxygen pressure, and so on, were investigated. By abundant test and theoretic analysis, the relationships between the deposition parameters and the properties were obtained; and MgO films with not only dense structure but also (111) preferred orientation or (200) preferred orientation could be deposited. The experimental data help MgO films prepared by ion-beam assisted evaporation to be used as the protective layer of PDP

3. Dependence of discharge properties of PDP on MgO films, prepared by electron beam evaporation and ion-beam assisted deposition, was investigated respectively. By aging process

of PDP, whose protective layer is MgO films prepared in different conditions, effects of MgO films with different structure on such properties of PDP as firing voltage, extinguishing voltage, memory margin and discharge current, were discussed experimentally and theoretically. These experimental and theoretic explanation are enough to analyse further dependence of discharge properties of PDP on the protective layer. At the same time, MgO film prepared by ion-beam assisted evaporation for use as a protective layer of PDP was proved feasible. This provides practicable scheme for improving discharge properties and working lifetime of PDP in the future.

4. Influence of the working procedure following deposition of MgO films as enveloping and aging process on properties of MgO films prepared by different deposition methods and procedures was investigated. The properties include surface morphology, orientation, ability to resist sputtering, and so on. Compared with MgO films prepared by electron beam evaporation, MgO films prepared by ion-beam assisted deposition easily resist sputtering of ion in aging due to dense structure. In optimum condition, MgO films prepared by ion-beam assisted deposition not only lower working voltage of PDP as the films produced by electron beam evaporation, but also improve enormously the lifetime of PDP.

5. In order to deep discuss effects of properties of MgO film on discharge characteristics of PDP, it is important to measure accurately secondary electron emission coefficient of MgO films. By discussing measuring mechanism of secondary electron emission, difficulties or problems in the process of measurement of secondary electron emission coefficient, the device, accurately measuring secondary electron emission coefficient of MgO films, was worked out.

keywords: plasma display panels MgO films film properties
discharge characteristics secondary electron emission coefficient

Category of thesis: application study

第一章 绪论

在科学技术高度发展的今天，平板显示技术呈现出一派欣欣向荣的景象，新概念，新器件，新技术层出不穷，液晶显示(LCD)，场发射显示(FED)，等离子体显示(PDP)和电致发光显示(EL)等平板显示器件相继问世。展望新千年的第一个百年，多种平板显示技术将以其体小量轻质高的魅力称雄于信息显示领域。由于等离子体显示器具有易于实现大屏幕、厚度薄、重量轻、视角宽(160°)和图像质量高等优点，因此它正受到国内外越来越多的关注。特别是近年来，等离子体显示技术在提高亮度和发光效率，改善动态图像显示质量，降低功耗和延长寿命等方面取得了重大突破，使 PDP 成为大屏幕壁挂电视、高清晰度电视(HDTV)和多媒体显示器的首选器件^[1-11]。

等离子体显示器在直视式大屏幕显示领域的优势将随着它价格的下降得到充分体现。随着 21 世纪信息时代的到来，诸如数字电视广播和英特网的广泛发展，PDP 无比广阔的应用前景^[12-17]将得到充分发挥。因而开展对 PDP 关键技术、基础理论及制作工艺的研究，对于推动我国的平板显示行业的迅速发展，并促进其积极参与国际竞争，具有十分重要的意义。

§ 1.1 等离子体显示器件发展历程

等离子体显示技术的发展经过了漫长的岁月。早在 1927 年，美国电话电报公司贝尔实验室制作了一台 $60\text{cm} \times 75\text{cm}$ 、具有 50×50 个发光单元的气体发光装置用来演示直播电视，这实际上是最早的等离子体显示屏^[18, 22]。但最具历史性的突破发生在 1964 年，美国伊利诺 (Illinois) 大学的教授 Bitzer 和 Slottow 发现在电极和放电气体之间加一层电介质可以实现电容限流，并同时获得记忆效果，他们将这样的显示器件命名为等离子体显示屏。基于这项发明的单色 PDP 在此后的十几年间不断发展，到 80 年代初，曾经成为占据主导地位的大面积平板显示技术，主要应用于公众告示牌、手提计算机显示和一些军工产品。当时市场上曾经出售过 60 英寸 (152cm)、具有 400 多万象素的单色等离子体显示器^[18-21]。

对彩色 PDP 的研究始于 70 年代中期，然而只有进入 90 年代，人们才逐渐意识到彩色等离子体显示器件就是长期以来所追求的家用壁挂式大屏幕平面彩色电视的最佳选择^[19-23]。于是世界上各大公司和研究单位，尤其是日本各公司在技术开发上的投资骤增，生产能力急速扩展，制造技术也日趋完善。

富士通公司是最早进行大屏幕 PDP 开发和量产的公司。该公司于 1993 年 4 月开始生产 21in 彩色 AC-PDP。以后富士通又开发出 25inSXGA AC-PDP, 像素数 1280×1024 , 亮度为 200 cd/m^2 。富士通还与日立公司合作开发出 16:9 的 42in AC-PDP, 它有两种规格: 852×480 和 1024×1024 , 它们的亮度分别为 450 cd/m^2 和 300 cd/m^2 , 暗室对比度分别为 400:1 和 350:1, 功耗分别为 350w 和 420w。

NEC 自 1992 年在研究开发部内设立彩色 PDP 开发中心以来, 进行了积极地研究开发。1994 年 9 月, 在成功地开发出了 102cm 大画面彩色 PDP 之后, NEC 又推出了分辨率为 1356×768 像素, 亮度为 250 cd/m^2 , 对比度为 300:1 的 127cm 宽屏等离子显示器。

松下公司认为 AC 方式在制造成本方面有利, 而作为图像显示则是 DC 方式更加有利。他们于 1996 年 3 月下旬发售了世界上第一批 66cm 宽屏幕彩色 DC-PDP 显示器, 其厚度为 8.7cm, 重量为 38.5kg, 对比度为 150:1, 功耗为 300w。同时为了进行 AC-PDP 产品的开发, 他们收购了美国 Plasmaco 公司, 并且开发出 60inAC-PDP, 其像素数为 1366×768 , 亮度达到 340 cd/m^2 , 暗室对比度为 500:1

NHK 在 1994 年 SID 会上展示了对角线为 1m 的彩色 DC-PDP, 这是当时世界上最大的彩色平板直视器件, 被誉为大屏幕显示领域的一个重要成就。它采用了新的脉冲存储驱动方案, 像素数为 1344×800 , 灰度有 256 级, 厚度为 6cm。NHK 还推出另一种 DC-PDP 显示器, 对角线长 46cm, 显示单元数为 576×432 , 点节距为 0.65mm, 彩色单元为 GR/BG 格式, 亮度为 150 cd/m^2 , 厚度仅 5cm。

先锋公司于 1996 年末投产 1m 彩色 PDP 电视。该彩色 AC-PDP 像素数为 640×480 , 亮度为 350 cd/m^2 , 对比度为 150:1, 寿命达 3 万小时, 功率为 350w, 发光效率为 1.2 lm/w , 宽高比为 4:3, 大量生产时定为 16:9, 图像质量接近于 CRT。

三菱公司在 1994 年出售少量的 50cm (20in) 彩色 AC-PDP 产品, 1995 年已开始批量生产。三菱电子公司还与 NHK 合作开发了具有像素内阻抗结构的对角线为 66cm 的彩色 DC-PDP, 在直流脉冲存储方式驱动下, 采用像素内阻抗结构, 像素放电电流从 $150 \mu\text{A}$ 降至 $50 \mu\text{A}$ 以下, 抑制了阴极材料的溅射破坏, 使屏工作寿命达到 10000h 以上, 同时降低了功耗, 易于驱动电路的开发。

表 1-1 为日本各公司推出的彩色 PDP 的性能。

表 1-1、日本各公司推出的彩色 PDP 的性能及产量

公司名称	富士通	先锋	松下	三菱	NEC
种类	交流	交流	直流	交流	交流
画面尺寸	107cm (42")	102cm (40")	107cm (42")	102cm (40")	102cm (40")
宽高比	16: 9	4: 3	16: 9	4: 3	16: 9
显示单元数	2556×480	1920×480	2556×480	1920×480	2520×480
显示像素数 行×列	852×480	640×480	852×480	640×480	840×480
像素配置	RGB	RGB	GRB	RGB	RGB
颜色	1670 万	1670 万	1670 万	1670 万	1670 万
亮度	300 cd/m ²	350 cd/m ²	450 cd/m ²	350 cd/m ²	350cd/m ²
对比度	70: 1	150: 1	200: 1	150: 1	60: 1
耗电	300W	150W	350W		300W
寿命	3 万小时	3 万小时	3 万小时	3 万小时	1 万小时

除了日本公司外, 美国的 Photonics Imaging 公司和法国 Thomson 公司也研究开发彩色 AC-PDP。Photonics Imaging 研制出 36in 全色 AC-PDP, 而 Thomson 成功地开发出放电单元节距 (discharge cell pitch) 0.125mm 的高清晰度 PDP, 实现了 19in 对角线的 XGA (1024RGB×768 点) 显示。

大宇集团电气通讯部下属的 ORION 公司于 1987 年开始进行 PDP 的开发。94 年 9 月与俄罗斯国家气体放电器件研究所合作, 开发成功了 107cm (42in)、16:9、VGA 显示的 AC-PDP 屏。

台湾 Acer 显示技术公司 PDP 的发展速度较快。99 年做出 107cm (42in) AC-PDP, 像素数为 800×600, 亮度为 350 cd/m², 对比度为 400:1。

1999 年 SID 年会上, Plasmaco 公司展出了 60 英寸的 HDTV (1366×768 线) 用彩色 PDP, 图像质量几乎达到了当前 HDTV 的要求。韩国的 LG 公司也在 2000 年的 SID 年会上展出了类似的产品^[24-27]。

在我国, 西安交通大学和南京 55 所紧跟世界的步伐, 已先后研制出 21 英寸的 PDP; 西安交通大学目前正在研制 40 英寸的 PDP。在 2000 年 11 月 8 日, 上海广电集团和日本松下电器公司正式合作, 建立年生产能力为 5 万台 42 英寸 PDP 的生产线, 预计 2001 年秋季出产品。

PDP 的研究越来越引起世界各国科学家和科研人员的广泛重视, 随着 PDP 制造工艺的不断完善和显示器性能的不断提高以及产量的不断加大, PDP

的制作成本必然会不断降低，而性价比也将能够满足人们对于性能和价格的要求。可以相信 PDP 终将成为大屏幕显示器件的主流产品。

§ 1.2 PDP 的特点

与常见的 CRT, LCD 显示器的工作原理不同, PDP 显示器以气体放电为其基本物理过程, 其“开”“关”速度极高, 在微秒量级(前者为毫秒量级), 因而扫描的线数和像素数几乎不受限制, 特别适合于大屏幕高分辨率显示, 另外, 快速开关在计算机屏幕跟踪显示鼠标时也起着至关重要的作用。

采用 8 字节数灰度控制, 使每个亚像素数都具有 256 级不同发光强度, 对于彩色显示屏, 每一像素有由三个亚像素构成, 所以共有 24 各次像场变化(24 字节), 可实现 1670 万种不同的组合, 这就高度保证了颜色的逼真度, 此外, 全数字灰度控制还有利于降低噪声, 提高颜色稳定性, 并在处理数字型信号(如 DVD 和 HDTV)时无失真。

视角宽(大于 160 度), 几乎在任何角度下都可清楚地看到画面。这是与液晶显示 LCD 相比最大的优点。

由于气体放电在很小的空间里产生(间隙大约为 100um), 所以 PDP 屏的自身厚度不到 1cm。组成等离子体电视机后的厚度和重量主要由显示屏和电子线路板决定, 一般厚度小于 10cm, 重量只有几十斤。相比之下显像管电视和投影电视就显得庞大而笨重。

等离子体显示器的色彩决定于所采用的荧光粉的发光特性, 因此可以和 CRT 显像管一样艳丽多彩。

与普通 CRT 显像管相比, PDP 无需用高能电子束轰击荧光粉发光, 因而不受外界磁场影响, 也不会产生有害的辐射。

结构整体性好, 抗震能力强, 可在极端温度条件下工作, 所以在军事上有重要应用。

制造工艺和 CRT 显像管接近, 设备价格较低, 有利于降低造价。相比之下, 生产液晶显示器需采用许多半导体工艺, 设备昂贵, 工艺复杂。

§ 1.3 等离子体显示器的关键技术

进入二十世纪九十年代以后, 彩色 PDP 的研究开发日趋活跃, 研究的范围逐渐深入, 研究的队伍也日益壮大。目前彩色 PDP 面临两个关键技术问题, 一是发光效率不高, 二是生产成本低。由于彩色 PDP 和 LCD、CRT 相比的主要缺点在于驱动所需的功耗大, 亮度和发光效率与 CRT 相比还有一定的

差距，成本相对较高^[19, 23, 28-36]，所以在彩色 PDP 的研究和开发中，面临的主要课题是提高显示的画面质量（包括提高显示的亮度、对比度和动态图像的显示画质）和降低成本。由于批量生产的需要，所要解决的关键技术主要有显示器件的工作机理和结构、显示屏的制作工艺、驱动和控制电路以及驱动方法的研究等等。在生产技术的研究方面主要集中在降低制作成本和材料的消耗，提高生产效率。

关于 PDP 的工作机理和结构，由于放电单元很小等原因，直接测量和研究放电过程中各种放电参数的变化很困难，目前主要是利用计算机对 PDP 的放电过程进行模拟，并在此基础上研究混合气体的放电过程，真空紫外光的辐射情况；以及电极和放电单元结构的改进等，最终的目的是提高发光效率和降低功耗。

在显示屏的制作方面，研究发光效率高的新型荧光粉，开发研究 PDP 中的介质层、MgO 的成膜技术以及障壁的制作技术，进行放电气体的配比及充气压强等的研究是目前研究的热点^[24-25, 34-51]。有关介质保护薄膜的改进和研究我们在下一章作具体介绍。

在驱动方法和驱动电路的研究方面，主要集中在新的驱动方法，在不改变显示屏基本结构的情况下大幅度提高显示质量；另一方面就是因为驱动电路的成本在显示器中占到很大的比重，所以要研究如何尽量利用壁电荷，降低寻址电压，使驱动集成电路（IC）所需的耐压降低，或减少驱动所需的驱动 IC 的数目，还有就是研究新型的驱动电路以降低驱动所需的功耗。

彩色 PDP 驱动方法和驱动电路研究的主要进展是 1992 年富士通公司首先提出的寻址与显示分离（ADS, Address Display-period Separation）的子场驱动技术使彩色 PDP 可以实现多灰度级、全彩色显示，其实现方法简单，工作稳定，寻址电压低，但显示的占空比仅为 30%，所以显示的亮度低^[18-19, 23, 52-55]。为提高显示的亮度，在 90 年代后期，日本电气通信大学的研究小组又提出的边寻址边显示（AWD, Address-While-Display）技术，可以将显示的占空比提高到 90%，但该方法电路的结构和驱动的波形复杂，驱动电压高，不易实现^[53-56]。NEC 和富士通公司在提高显示图像的色纯和对比度方面，提出了采用彩色膜（CCF, Capsulated Color Filter）和黑条技术以及 8 子场只有一次引火放电的技术，使显示的对比度和色纯得到很大的提高^[57-59]。富士通公司为实现 PDP 对高清晰度电视图像的显示，在九十年代后期提出了表面交替发光法（ALIS, Alternate Lighting of Surfaces），使在显示屏结构基本不变的情况下，行的分辨率提高一倍，亮度也有大幅度提高^[24, 53, 60-61]。日本的先锋公司、松下公司和富士通公司都在自己研制的驱动电路的基础上，推

出了自己的存储控制电路和驱动电路的专用集成电路,减小了显示器的体积,增加了可靠性^[62-63]。在提高显示画质的研究方面,主要针对显示动态图像时的动态假轮廓(Dynamic False Contour)现象^[64-81],由日本的电气通讯大学的Mikoshiba 研究小组为主,研究新的驱动方法和图像数据处理方法,如采用 Error Diffusion、Dithering 等技术结合重复子场技术等处理方法,使动态假轮廓现象得到减弱。日本电气通讯大学还和韩国三星公司联合开发了利用 PDP 所固有的与门逻辑特性^[82-83],使 PDP 的行扫描驱动器数量大大减少。经过短短数年的开发和研究,目前 42 英寸的 PDP 产品分辨率已经达到 1024×1024 ,亮度达 500 cd/m^2 ,功耗也仅有 $250 \sim 300\text{W}$,十分有竞争力。

显示屏的制作和驱动电路的设计是 PDP 研究的两大主要阵营,任何一方的改进都有利于降低 PDP 的成本。由于我国对 PDP 研究的单位较少,对彩色 PDP 的研究还处在刚刚起步阶段,而国外对彩色 PDP 的研究正处于规模生产的前夜,因此开展彩色 PDP 关键技术的研究是跟踪国外先进水平,开发具有自主知识产权的彩色 PDP 的必要措施,也是发展我国信息显示技术的一个重要方面。

§ 1.4 本课题的研究意义和主要工作

由于 MgO 薄膜直接和放电气体接触,它对彩色 AC-PDP 的光电特性有非常大的影响,对 MgO 薄膜的制备方法,制备工艺,膜层性能等进行系统研究是改善 PDP 性能的重要措施之一,这对于确立 PDP 在大屏幕壁挂 TV 和 HDTV 的地位,并促进其早日进入家庭具有很重要的意义。到目前为止,由于技术保密,国际上关于彩色 AC-PDP 中介质保护薄膜-MgO 薄膜的制备工艺很少见报道;而且关于 MgO 薄膜的性能和 PDP 放电特性的关系还没有一个统一的说法;另外,电子束蒸发法制备的 MgO 薄膜作为 PDP 的介质保护薄膜确实存在一些缺点,比如 MgO 薄膜不够致密,耐离子轰击的能力还不是很强,还需要其它的制备方法来弥补电子束蒸发法带来的缺点,以便 MgO 薄膜更好地服务于 PDP。这些都有待于我们通过大量实验和理论分析对 MgO 薄膜进行全面系统研究。国内情况更是如此,因此现在我们开展介质保护薄膜的研究具有重大的现实意义。

本论文中的大部分实验工作是作者结合西安交通大学电子物理与器件研究所承担的“九五”国家攻关项目“彩色交流等离子体显示器实用化及关键技术的研究”完成的。此项目在 99 年 9 月底顺利通过了教育部和信息产业部的鉴定。

本论文共分八章,第三章到第七章是论文的主要工作,具体内容如下:

第三章研究了电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的特性以及工艺参数对 MgO 薄膜特性的影响。在 MgO 薄膜的制备过程中分不通氧气和通氧气两种情况考虑。通过 X 射线衍射仪, 俄歇能谱仪, X 射线光电子能谱仪, 扫描电镜, 原子力显微镜, 表面形貌仪, 可见和红外光谱仪等分析了不同工艺条件制备的 MgO 薄膜晶体结构, 表面和断面形貌, 可见光透过率, 以及红外吸收光谱等。考虑的工艺参数有基底温度, 沉积速率, 通氧气量, 退火条件等。通过大量的试验及理论分析, 获得了工艺参数和 MgO 薄膜特性的关系, 证明了电子束蒸发制备 MgO 薄膜的过程中通氧气的必要性。为进一步研究 MgO 薄膜的特性对 PDP 放电特性的影响打下了良好的基础。

为了提高 MgO 薄膜的抗溅射能力, 在第四章研究了离子束辅助沉积制备 MgO 薄膜的性质及工艺参数对薄膜特性的影响。工艺参数为离子能量, 离子种类, 基底温度, 通氧量等, 离子种类为氩离子, 氧离子及氩氧混合离子。利用的测试手段和考虑的薄膜特性和第三章相同。通过大量的试验及理论分析, 获得了工艺参数和 MgO 薄膜特性的关系, 为离子束辅助沉积技术制备的 MgO 薄膜应用于 PDP 的介质保护薄膜提供了试验及理论依据, 也为进一步研究 MgO 薄膜的特性对 PDP 的影响提出了新的思路。

第五章研究了电子束蒸发和离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜对等离子体显示器放电特性的影响。通过以不同条件制备的 MgO 薄膜作为介质保护薄膜的 PDP 试验板老练试验, 讨论了不同工艺参数制备的具有不同结构特性的 MgO 薄膜对 PDP 的着火电压, 熄火电压, 记忆余量, 放电电流的影响, 并从理论上加以分析和讨论了 MgO 薄膜的特性和 PDP 放电特性之间的关系, 充分证明了相对于(200)结晶面, (111)结晶面择优取向的 MgO 薄膜对于改善 PDP 放电特性的重要性, 以及离子束辅助沉积技术制备的 MgO 薄膜应用于 PDP 的介质保护薄膜的可行性, 为将来改善 PDP 的放电特性和使用寿命提供了可行的方案, 也为进一步分析 MgO 薄膜的特性对 PDP 的放电特性的影响提供了充分的试验和理论依据。

第六章研究了制备 MgO 薄膜之后的工序对 MgO 薄膜特性的影响。由于 MgO 薄膜在 PDP 的制备过程中要经过许多后工序(如封接、排气及老练等)的处理, MgO 薄膜的特性可能因此要发生变化, MgO 薄膜特性的不同必定影响到 PDP 的放电特性和使用寿命, 因此研究后工序对 MgO 薄膜特性的影响很有必要。研究的特性有牢固度, 表面形貌, 表面轮廓, 结晶取向, 抗溅射能力等。

第七章研究了 MgO 薄膜二次电子发射系数测量装置。MgO 薄膜二次电子发射系数直接影响到 PDP 的放电特性, 准确测量 MgO 薄膜的二次电子发射系

数尤为重要。本章节在讨论二次电子发射系数的测量机理，测量过程中的难点的基础上，提出了提高二次电子发射系数测量精度的方案，并对测量装置的整体设计以及相应电路的设计进行了深入细致的考虑。

第八章对全部工作进行综述，总结主要成果和结论。

第二章 等离子体显示器的简介

§ 2.1 PDP 的分类及工作原理

PDP 是根据气体放电的基本原理研制的，主要是利用稀有气体中冷阴极辉光放电。单色 PDP 通常直接利用气体放电时发出的可见光来实现单色显示；彩色 PDP 则通过气体放电发射的 VUV 照射荧光粉，使荧光粉发光来实现彩色显示。

为了降低彩色 PDP 放电工作电压，所充工作气体一般为潘宁 (penning) 混合气体。由于 Kr、Ar 谱线波长短，且光效没有 Xe 强，因此彩色 PDP 主要使用含 Xe 的二元或三元混合气体，如：He+Xe、Ne+Xe、He+Xe+Ne 或 Ne+Xe+Kr (Ar) 等作为放电气体，利用 Xe 原子 1S4 能级的 147nm 紫外辐射激发荧光粉。

PDP 的结构是影响其性能的关键因素之一。按工作方式的不同 PDP 主要分为直流型 (DC 型) 和交流型 (AC 型) 两大类^[19, 28-29]，而 AC-PDP 按电极结构

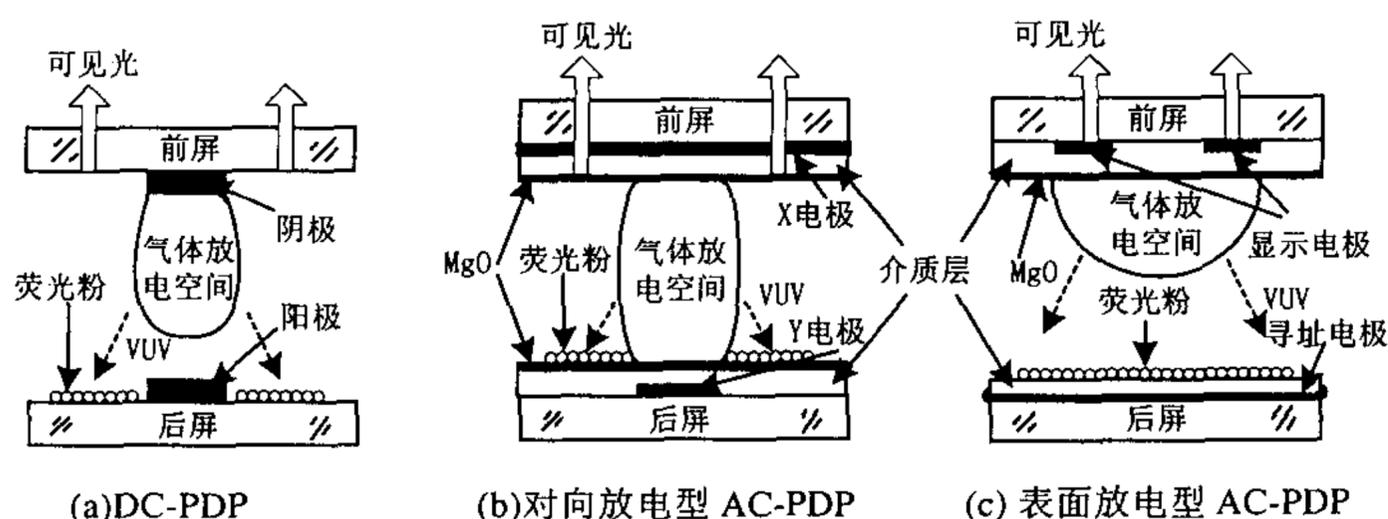


图 2-1 彩色 PDP 显示原理图

的不同又分为对向放电型 (双基板型) 和表面放电型 (单基板型) 两种，它们的显示原理如图 2-1 所示。直流型彩色等离子体显示屏主要以日本放送协会 (NHK) 技术研究所为中心，由日本的松下电器产业、松下电子工业、以及美国杜帮公司等共同开发，但是同交流型等离子体显示屏相比，直流型的结构复杂，在设计和材料方面还有许多问题要解决，加工工艺要求精度高^[28-32]。直流型等离子体显示屏由于电极直接暴露于放电空间，使放电产生的正离子撞击阴极，使阴极物质飞溅，短时间就可污染荧光粉，产生亮度下降等问题；并且直流型等离子体显示屏没有记忆功能，驱动电压高，所以主要对其进行研究的

松下公司收购了美国的交流型等离子体显示屏设计开发公司 (Plasmaco), 以加快其在交流型等离子体显示屏方面的技术开发步伐, 并于 1996 年 10 月开始供应交流型 21 英寸的 PDP 样品。交流型等离子体显示屏由于结构简单, 易于制作、放电效率高、有记忆功能、驱动电压低、寿命长等优点, 成为目前彩色 PDP 发展中的主流。

由于 AC-PDP 具备固有的存储特性及结构简单、寿命长等优点, 目前世界上除少数几家公司 (如 NHK、松下和 OKI 公司) 外, 大多数公司研制和生产的 PDP 都采用 AC 结构。而两种结构的 AC-PDP 相比, 性能上又各有优缺点。AC-PDP 最初的结构是对向放电型 (图 2-1b)。二组电极分别制作在二个基板上, 空间正交。前基板制作有透明电极 (X) 和透明介质层, 介质层上面覆盖 MgO 保护膜。后基板上制作障壁, Y 电极与绝缘介质层, 介质层上面覆盖 MgO 保护膜, MgO 膜表面涂 VUV 光致发射荧光粉。放电单元间由障壁隔开, 以防串扰。基板间进行气密性封接并充入潘宁放电气体。其结构简单, 容易实现高分辨率, 单元容抗小, 功耗低。

在任意两条交叉电极间加维持电压时, 因其幅度低于着火电压, 故两电极的交叉点处并不放电。如在维持电压期间加上书写脉冲, 使其幅度大于着火电压, 则该单元就放电发光。放电过程中产生的带电粒子累积在介质层表面上, 形成壁电荷。壁电荷形成的壁电压同外加电压方向相反, 使加在单元上的净电压变得低于维持电压的下限, 放电暂时停止。当外加电压反向时, 该电压便同上次放电中形成的壁电压叠加, 其峰值电压超过着火电压, 又产生放电发光, 然后又重复上述过程。因此单元一旦着火, 就由维持电压来维持脉冲放电, 所以 AC-PDP 单元具有存储性。若要已发光的单元停止发光, 可在维持电压的前部间歇期间加擦除脉冲, 产生一次微弱的放电, 使壁电荷中和, 单元就停止发光。

从上述放电过程可知, 该器件具有固有存储能力, 制成大面积显示屏而亮度不受影响。该结构单元的放电发生在上、下两基板间, 又称为对向放电式 AC-PDP。这种结构的 PDP, 二块基板毋需严格对准, 在正交电极相交处, 像素自动形成, 不仅简单方便, 还能使大尺寸显示器成品率提高, 制造成本降低。另外, 它工艺成熟, 单元容抗小, 功耗低。但荧光粉处于放电区内, 放电产生的电子和离子轰击荧光粉, 造成荧光粉劣化, 从而影响了 PDP 的寿命。为了防止离子的轰击, 需对荧光粉进行包膜处理, 但这又会使 PDP 的亮度下降。而表面放电结构 AC-PDP 的出现很好地解决了这个问题。表面放电式 AC-PDP 结构如图 2-1c, 它采用三电极驱动方式。一对电极 (X, Y) 制作在前基板表面, 平行布置。电极表面涂覆透明介质层, 介质层表面制备 MgO 保护膜。后

基板表面制作寻址电极(A)，透明介质，荧光粉层和障壁，前后基板进行气密封接，板间充入能产生VUV的潘宁放电气体。由于表面放电结构AC-PDP的荧光粉处于放电区域之外，不易受到离子的轰击，因此表面放电结构AC-PDP具有很长的寿命；除此之外它还具有亮度和光效高的优点。同样该结构也有缺点，即维持电极处在同一块基板上，极间电容大，对介质绝缘性能要求高，分辨率受到限制。但其缺点与优点相比，优点是主要的，因此该结构得到了普遍采用。现在世界上研制和生产的彩色AC-PDP以表面放电型为主。

§ 2.2 PDP中的薄膜种类

从前面对PDP分类与工作原理的介绍可以看出，不管哪种结构的PDP，都要用到许多种类的膜层。从其结构看出，PDP中所用膜层一般包括以下几种：

(1) 玻璃介质膜(厚膜)：用来把电极与放电气体隔开。

(2) 介质保护膜(薄膜)：防止介质层溅射，延长器件寿命，扩大记忆容限，降低工作电压。

(3) 透明导电膜(ITO薄膜)：增加导电率和透光率

(4) 电极层(厚膜)：维持电极和寻址电极

(5) 障壁(厚膜)：防止光串扰。

(6) 荧光粉层(厚膜)：将VUV转变为可见光。

各种膜层的材料选择，制备方法及结构性能直接影响到显示器的特性、成本及成品率等，尤其是保护膜更为关键，其作用在下一节介绍。

玻璃介质层用来把电极与放电气体隔开，相当于一个电容，起一个限流的作用。玻璃介质层的厚度对PDP的放电特性影响很大，厚度太薄，PDP的着火电压降低，但放电电流增大，介质层容易被击穿；厚度太厚，PDP的着火电压升高，不利于PDP工作。玻璃介质层材料的选择应满足以下标准^[84]：低熔点，高透光率，与玻璃基板匹配的热膨胀系数，制作方法简单易行等。由于介质层上涂覆了保护膜，使得介质层材料选择时可以不考虑放电特性，一般用低熔点玻璃作为介质层材料。高铅玻璃由于其熔点低、透光性好、热膨胀系数合适，是最适宜于做介质层的材料。

透明导电膜不仅要求有较高的可见光透过率，还要求有足够低的电阻率。ITO膜由于有可见透光率好，电导率高，机械强度高，化学稳定性好，易刻蚀等优点被广泛用于PDP及其它平板类显示器件中^[85]。

电极层的材料影响到 PDP 的功耗，从而也影响到 PDP 的亮度和光效等性能，尽量采用导电性和化学稳定性好的材料，目前主要采用的电极是 Ag 电极和 Cr-Cu-Cr 电极。

障壁是防止光串扰，保证色纯的主要措施，制备障壁的材料与介质层的材料基本相同，但它不需好的透光性和放电特性。常用材料有钠钙玻璃、硼硅酸玻璃等^[86]；

荧光粉膜层直接影响 PDP 的发光亮度和效率。提高荧光粉的效率是提高 PDP 的发光亮度和发光效率的关键。而提高荧光粉的效率必须从三方面入手：一是提高荧光粉单体的量子效率；二是提高 PDP 单元内荧光粉的实际量子效率；三是提高对真空紫外线能量的荧光转换效率。

§ 2.3 PDP 的介质保护薄膜的作用

介质保护膜由于直接与放电气体相接触，因而对 PDP 的工作特性，如工作寿命、工作电压的稳定性、工作电压的双稳态范围、记忆容限、着火电压以及动态放电时间延迟等都有重要的影响。

AC-PDP 中介质保护膜的首要功能就是延长显示器的寿命^[84]，增加工作电压的稳定性。AC-PDP 中介质层一般由含铅丰富的低熔点玻璃制成，它是最适宜的介质层材料，但抗粒子溅射性能较差，因而显示器的寿命特性不好，工作很短一段时间后，放电电压就会上升，电压的稳定性不好；为解决这个问题，便在介质层上覆盖一层抗溅射的薄膜作为保护膜^[87-91]。另外，为了避免涂覆在介质层上的荧光粉受离子轰击，引起光衰及光效下降，也有人在荧光粉层上同样覆盖一层保护膜^[92-93]。虽然荧光粉保护膜与介质保护膜都是为了抗溅射，但要求有所不同^[92]。

保护膜对显示板特性的另一重要作用是能够显著降低器件的着火电压，减小放电的动态时间延迟。从 PDP 的发光机理可以看出，气体的击穿过程实际就是电子的繁流过程。由于离子和亚稳原子的轰击，阴极表面产生二次电子；二次电子向阳极迁移过程中，在电场中加速，获得较高的能量，与气体原子相碰撞使其电离和激发，使放电得以自持，而阴极产生的二次电子增多则能加速电子的繁流进程，从而减小了动态放电的时间延迟，同时也减小了放电的着火电压。另外，放电过程中产生的电荷累积在保护膜表面上，产生壁电压；当下半周期外加电压反向时，壁电压与外加电压相叠加，使放电得以维持，为显示板提供了记忆功能。保护膜一般都采用二次电子发射系数高的材料制成，保护膜的二次电子发射系数越大，在相同条件下，显示器所需的工作电压就越低，

但显示器的双稳态电压工作范围却越小。

另外,从 AC-PDP 的放电原理可以看到,介质层和保护膜在放电中相当于一电容作用,因此彩色 AC-PDP 为容性放电。保护膜不仅能收集电荷,为显示器提供记忆功能,而且还能起限流的作用,因为保护膜表面电荷所形成的壁电压与所加电压反向,减小了放电空间的电压降,并最终使放电熄灭,从而减小了显示器的功耗。由于它代替了 DC-PDP 中的限流电阻,从而使显示器的结构简单,降低了制造成本。

由于保护膜对 PDP 的工作特性以及质量影响极大,因而对保护膜的性能要求较高:大面积均匀、无缺陷、洁净等。保护膜材料和成膜过程中是否引入杂质和薄膜的结构是决定 AC-PDP 寿命及放电特性的重要因素。因而保护膜材料,成膜方法以及工艺的选择都很重要。

§ 2.4 PDP 介质保护膜的发展过程

用作 PDP 中介质保护膜的材料应满足以下几方面的要求:①. 二次电子发射系数高;②. 表面电阻率及体电阻率高: $\rho_s > 10^{12} \Omega / \square$, $\rho_v > 10^{11} \Omega \cdot m$;③. 耐离子轰击;④. 击穿强度高: $E > (8-10) \times 10^6 v/m$;⑤. 与介质层的膨胀系数相近;⑥. 放电延时小;⑦. 易于制备。为寻求合适的保护膜材料,前人曾对数十种可能的材料做过实验研究。可供选择的保护膜材料有:

(1) 碱金属氧化物 (CsO): 优点是使 PDP 工作电压低,缺点是 CsO 在空气中极不稳定,难以制备保护膜。

(2) 碱土金属 (IIA 族) 氧化物: BaO, MgO, CaO, SrO 工作电压低,且提高了 PDP 的工作稳定性,但它们在空气中的稳定性也较差。

(3) IIIB 及 IV 族氧化物: Al_2O_3 , SiO_2 , TiO_2 , ZrO_2 , HfO_2 等,工作稳定性好,但工作电压高。

(4) La 系金属氧化物: La_2O_3 、 CeO_2 等,工作电压低,工作稳定,但放电延时大。

从以上材料作为 PDP 介质保护膜的优缺点可以看出适合作为介质保护膜的材料有 MgO、 CeO_2 和 La_2O_3 。Uchiike 等人将这三种材料制备的介质保护薄膜的主要性能进行比较发现: MgO 薄膜不仅具有很强的抗溅射能力,而且有很高的二次电子发射系数,有利于提高 PDP 的寿命和降低 PDP 的工作电压; MgO 薄膜最适合作为 PDP 的介质保护薄膜^[84]。

为了进一步优化介质保护薄膜的性能或提高显示器的性能,多种介质保护薄膜方案相继出现。

低温生长的 MgO 薄膜在老练或工作过程中存在放电电压不稳定的问题，为了提高 PDP 工作电压的稳定性，Aboelfotoh 等人提出在 MgO 薄膜中掺金属材料的方案^[91]。如在 MgO 薄膜的制备过程中掺 Ni 的话，低温生长的 MgO 薄膜的表面特性变化，使得 PDP 的放电稳定性加强。

Yuichi^[93]等人提出在上下基板都涂荧光粉，在荧光粉表面蒸镀 MgF₂/MgO 双层保护薄膜的方案。由于增加了发光面积，显示器的发光强度和发光效率都有一定程度的提高。图 2-2 显示的具有双层介质保护薄膜的 PDP 的发光强度为 1030cd/m²，发光效率为 1.0lm/W。

有人认为目前的 MgO 薄膜还不能完全满足降低 PDP 功耗的要求，希望采用新的介质保护膜替代 MgO 薄膜来进一步降低 PDP 的工作电压，Samsung 公司利用 CaF₂ 作为缓冲层，(MgF₂/MgO)ⁿ 多层膜或 LaF₃/MgO 两层膜代替 MgO 薄膜，试验结果发现 MgF₂/MgO 的厚度为 6nm/9nm 时，PDP 的着火电压最低，亮度最高；优化的 LaF₃ 薄膜的厚度不仅能产生低的着火电压，而且能防止 MgO 薄膜被水污染^[93]。为了降低 PDP 的工作电压，还有人采用 MgO-CaO 混合薄膜替代纯 MgO 薄膜使得 PDP 的着火电压降低许多^[95-96]。Lee 等人在氧离子辅助下，MgO 薄膜中掺 Cs 形成的 Mg-O-Cs 薄膜极大地改善了介质保护薄膜的光学特性和电学特性^[97]。

尽管已经出现了很多介质保护薄膜的方案，但都处在试验阶段，还有待于进一步开发和研究，目前应用到 PDP 生产线上的介质保护薄膜还只有 MgO

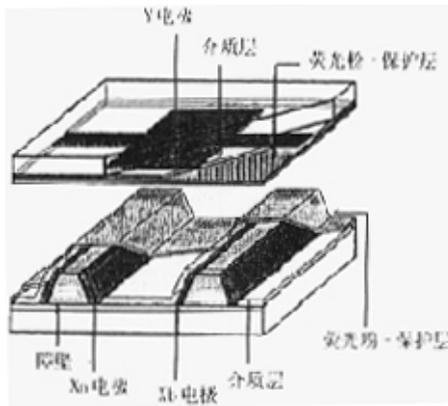


图 2-2 双层介质保护薄膜的 PDP 结构

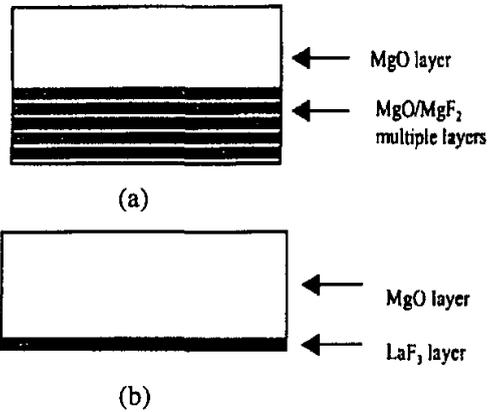


图 2-3 多层保护膜结构 (a). (MgF₂/MgO)ⁿ ; (b). LaF₃/MgO

薄膜一种。

§ 2.5 PDP 介质保护膜的制作方法

目前, PDP 生产线上的介质保护薄膜为 MgO 薄膜, 其制备方法是电子束蒸发法。电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的结构呈现出明显的<111>结晶面择优取向, 柱状生长。采用适当的制备工艺能获得较好的膜厚和致密度均匀性良好的膜层。由于相对于其它结晶取向来说, <111>结晶面择优取向的 MgO 薄膜最能降低 PDP 的放电电压, 所以电子束蒸发制备的 MgO 薄膜能较好地满足 PDP 的要求, 但电子束蒸发法有材料利用率低, 设备贵, 生产效率低等缺点, 有些公司正在探索其它的 MgO 薄膜制备方法。

印刷法制备 MgO 薄膜引起了极为广泛的研究^[98-101], 曾被认为是最有希望取代电子束蒸发法而成为制备 MgO 薄膜的主要方法之一。用印刷法制备 MgO 膜工艺简单, 成本低, 容易实现大面积成膜, 适合大批量的生产。但有密度低和厚度均匀性差的问题。为提高 MgO 膜的密度, 一般采用重复印刷和重复烧结工艺。与一次印刷并烧结的 MgO 膜相比, 重复印刷一次烧结的 MgO 膜的密度可提高 16%, 而重复印刷每次烧结的膜, 其密度则可提高 30%。印刷 MgO 膜厚度的均匀性与 MgO 颗粒的大小有关, 为改善膜厚均匀性可采用不同直径的颗粒混合。据研究, 用 25% (重量百分比) 的 50nm 直径颗粒和 75% 的直径为 100nm 的颗粒混合, 可获得良好的膜厚均匀性及较高的发光效率和低的着火电压^[101]。

由于电子束蒸发制备的 MgO 薄膜在热处理的过程中容易产生裂纹和老练过程中抗溅射能力差, 很多研究人员利用溅射法对 MgO 薄膜进行了深入而又细致的研究^[102-110]。由于污染源少, 沉积粒子能量高, 磁控溅射法制备的 MgO 薄膜纯度高, 致密, 有利于改善 PDP 的放电特性。韩国 Pusan 大学已成功地利用反应式射频平衡和非平衡磁控溅射法制备出热稳定性好, 抗溅射, 更适合于作为 PDP 介质保护膜的 MgO 薄膜^[106-107]。

为了提高原材料的使用效率和 MgO 薄膜的沉积速率, 有的公司已利用空心阴极辉光放电原理开发出制备 MgO 薄膜的溅射系统, 并获得了很高的沉积速率, 有的沉积速率可达到 78nm/min, 而且在整个成膜区域 (42 英寸), 薄膜厚度的不均匀度在 ±10% 以内^[105], 冷空心阴极辉光放电制备 MgO 薄膜因其沉积速率高而被认为是将来最适合于 PDP 批量生产的 MgO 薄膜的制备方法之一^[108-110]。

为了降低制作成本, 有人已经采用凝胶溶胶的方法制备 MgO 薄膜, 薄膜

的性能类适于电子束蒸发的 MgO 薄膜，但制作成本大大降低^[111]。

几种主要的 MgO 薄膜制备方法的特点如表 2-1 所示：

表 2-1 MgO 薄膜主要制备方法的比较

	电子束蒸发	反应 HCD 蒸发	反应磁控溅射	丝网印刷
膜料	MgO	Mg	Mg	MgO 浆料
成膜速度	高	极高	低	高
结晶取向	(111) (200) (220)	(200)	(111)	(111)
MgO 膜寿命	已知	调查中	无调查	调查中
工艺成本	高	较低	较低	低
存在问题	需改善膜层致密性	速率控制，膜层质量	需开发合适的阴极	膜层致密性和膜厚均匀性

虽然各种 MgO 薄膜的制备方法有很多优点，但都处于试验阶段，距离应用于生产还有很长一段距离。目前，在 PDP 生产线上 MgO 薄膜的制备方法大多数还是电子束蒸发法。

第三章 电子束蒸发制备 MgO 薄膜

氧化镁(MgO)薄膜已引起广泛研究,比如:作为等离子体显示器(PDP)的介质保护层和二次电子发射材料^[84],以及在高温超导体中作为薄膜外延生长的缓冲层^[112]。氧化镁薄膜通常采用电子束蒸发^[113],射频溅射的方法制备^[108],脉冲激光技术^[114],凝胶溶胶^[111]及丝网印刷^[7]等方法也被采用。

对于等离子体显示器的介质保护膜,选择合适的制备方法及工艺参数对提高保护膜的质量、改进 PDP 性能是很重要的。镀膜方法的选择由膜材料和对膜特性的要求所决定,同时还要兼顾经济性。PDP 保护膜为绝缘介质膜,所用材料为抗热碱土金属氧化物或稀土金属氧化物以及它们的混合物。PDP 对保护膜特性的要求为:大面积、均匀、致密、洁净,因此对介质保护膜的制备,首先要选择适于制取高熔点介质膜的方法,另外还要考虑各工艺参数是否简单、可控以及设备的体积、成本等。

电子束和激光蒸发法、射频溅射和磁控射频溅射法以及离子束溅射沉积法都可用于高熔点氧化物介质膜的沉积。但每种镀膜方法都有一定的适用范围和各自的优缺点,要根据具体要求和条件进行选择。PDP 的介质保护膜多用电子束蒸发法来制备,这是因为这种方法制备的介质保护膜的质量能够很好地满足 PDP 的要求;但其成本较高。随着镀膜技术的发展及对膜层和 PDP 性能要求的提高,现趋向利用射频溅射法和新近开发的丝网印刷技术来制备。用射频溅射法与丝网印刷法制备介质保护膜,其成膜质量基本满足 PDP 的性能要求,制成的 PDP 的性能基本达到、在某些方面甚至超过了以电子束蒸发制备的 MgO 薄膜为介质保护膜的 PDP 的水平,但其工艺及一些参数还有待进一步的探索优化,以便使它们尽快成熟并实用化。

尽管电子束蒸发法的成本较高,但目前已建立的 PDP 生产线上都采用电子束蒸发法,由于各公司的技术保密,关于电子束蒸发法制备 MgO 薄膜的工艺研究很少报道。结合本所“九.五”科技攻关项目“彩色等离子体显示器关键技术及实用化研究”,我们选择了传统的电子束蒸发法对介质保护膜特性进行了研究,并对其工艺条件进行了系统、全面地优化。

每种镀膜方法中,影响成膜质量的因素不同。电子束蒸发成膜技术中,影响薄膜特性的主要因素有蒸发速率,基片温度,蒸发原子入射方向,基片表面状态及真空度等。这些工艺参数并非独立,而是彼此制约的。工艺参数的优化是一个复杂,艰苦而又漫长的过程,不仅受到设备、技术、测试条件的制约,并且操作人员的经验也起很大的作用。

根据设备情况和实验条件,我们分析了 MgO 薄膜的结晶取向,形貌特征、可见光谱,红外光谱等特性和沉积速率,基底温度,薄膜厚度等的关系,并依此对工艺参数进行评价。为制备优良的 MgO 薄膜打下基础。

§ 3.1 MgO 晶体的性质

MgO 具有 NaCl 晶体的结构,是一种面心立方晶体,其晶格常数为 4.213\AA ,主要以(111)、(200)、(220)三种晶面取向存在。作为一种电介质材料, MgO 的禁带宽度为 $6-7.8\text{eV}$,电子亲和势为 0.85eV ,逸出功为 $6.85\text{eV}-8.65\text{eV}$ 。MgO 其它性质如下:

(1) 物理特性:

熔点为 2827°C

折射率为 1.7

密度为 3.77g/cm^3

紫外区强烈的吸收,可见区透明

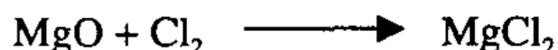
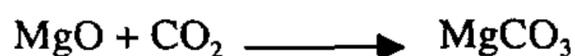
热膨胀系数 α 为 $20-120 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$

介电常数为 9~10

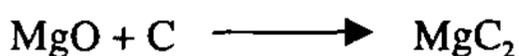
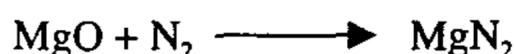
表面电阻率 $\rho_s > 10^{12} \Omega/\square$ 、体电阻率高 $\rho_v = 10^{11} \sim 10^{13} \Omega \cdot \text{m}$

(2) 化学性质

在室温下空气中发生以下反应:



在高温下将发生以下反应:



§ 3.2 实验过程和方法

MgO 薄膜在 PDP 专用的电子束蒸发镀膜机上蒸镀。此镀膜机由于在机械泵和钟罩之间有冷挡板,并且采用低温泵抽高真空,在蒸镀薄膜的过程中,返油量很小。基板采用碘钨灯加热,沉积速率通过靠近基片的石英晶振片监测,并

通过轮廓仪精确测量的膜厚除以沉积时间来校准，电子枪功率为 6KW，膜料选用纯度为 99.9% 的氧化镁单晶块料。图 3-1 显示了电子束蒸发镀膜机的结构示意图。

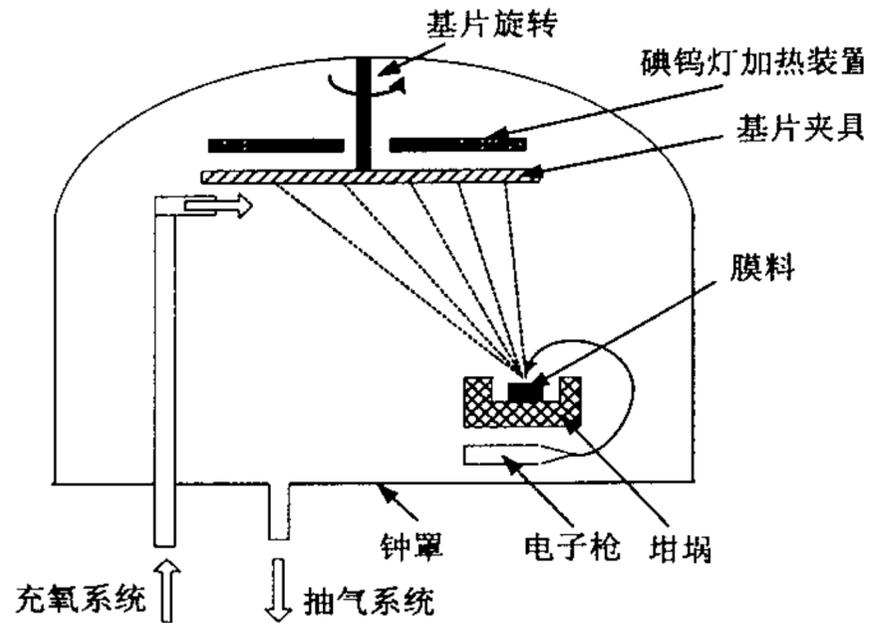


图 3-1 电子束蒸发镀膜装置示意图

为了和 PDP 的制作结合起来以及测试分析的需要，我们采用的基片材料为浮法玻璃、载玻片和单晶硅片，基片经化学试剂清洗后放入钟罩，在真空中 300℃ 下去气 1 小时，

蒸发前利用辉光放电产生的离子清洗基片。蒸发前的真空度为 10^{-4} Pa，蒸发过程中分不通氧和通氧两种情况考虑。基底温度从室温变化到 300℃；沉积速率从 1 nm/min 变化到 100 nm/min。薄膜厚度的研究范围为 300-1500nm。

MgO 薄膜的晶体结构利用日本 Rigaku 公司生产的 D/max-X2400 型 X 射线衍射仪测试。薄膜表面形貌和断面形貌利用场发射扫描电镜，原子力显微镜及日立公司生产的 S-2700 型扫描电镜观测。SHIMADZU 公司的 UV3101PC 型分光光度计测量薄膜的反射，透射率，并从反射率计算薄膜的折射率。DEKTAK³ST 型表面形貌仪测量膜厚，PE 公司生产的红外光谱仪测量薄膜的红外光谱，光电子能谱仪测量薄膜的光电子能谱。

§ 3.3 不通氧气制备的 MgO 薄膜的特性

§ 3.3.1 MgO 薄膜的结晶取向

图 3-2 显示了粉末状 MgO 的 X 射线衍射图。(111) 晶面，(200) 晶面及 (220) 晶面的衍射峰位置分别在 $2\theta = 36.7^\circ$ ， 42.8° 和 62.2° 附近。衍射峰之间的高度之比为：(111) : (200) : (220) = 1 : 20 : 16。

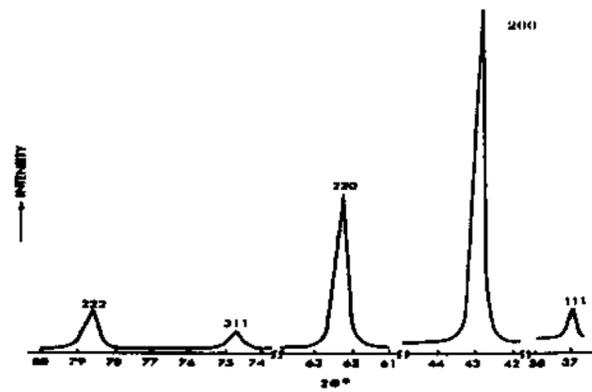


图 3-2 粉末状 MgO 的 X 射线衍射图

图 3-3 是三种不同厚度下 MgO 薄膜的 X 射线衍射图。薄膜厚度达到 400 nm 左右时，才有氧化镁晶体的衍射峰出现；在厚度低于 400nm 时，X 射线衍射图没有显示任何晶面取向的衍射峰，仅仅在 $2\theta = 28^\circ$ 附近出现代表玻璃相的大鼓包。随膜厚增加，(111) 晶面和 (200) 晶面的强度越来越强，但 (111) 晶面的强度比 (200) 晶面的强度增加的快，(111) 晶面择优取向趋于明显。

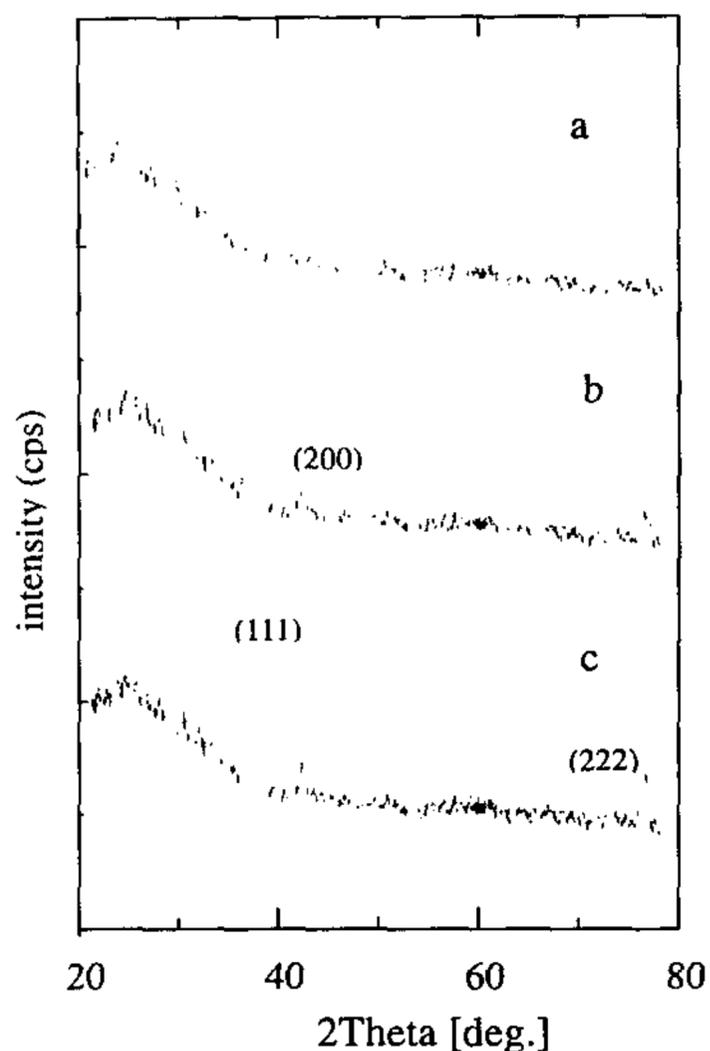


图 3-3 不同厚度 MgO 膜的 X 射线衍射图 a. 400nm; b. 600nm; c. 750nm

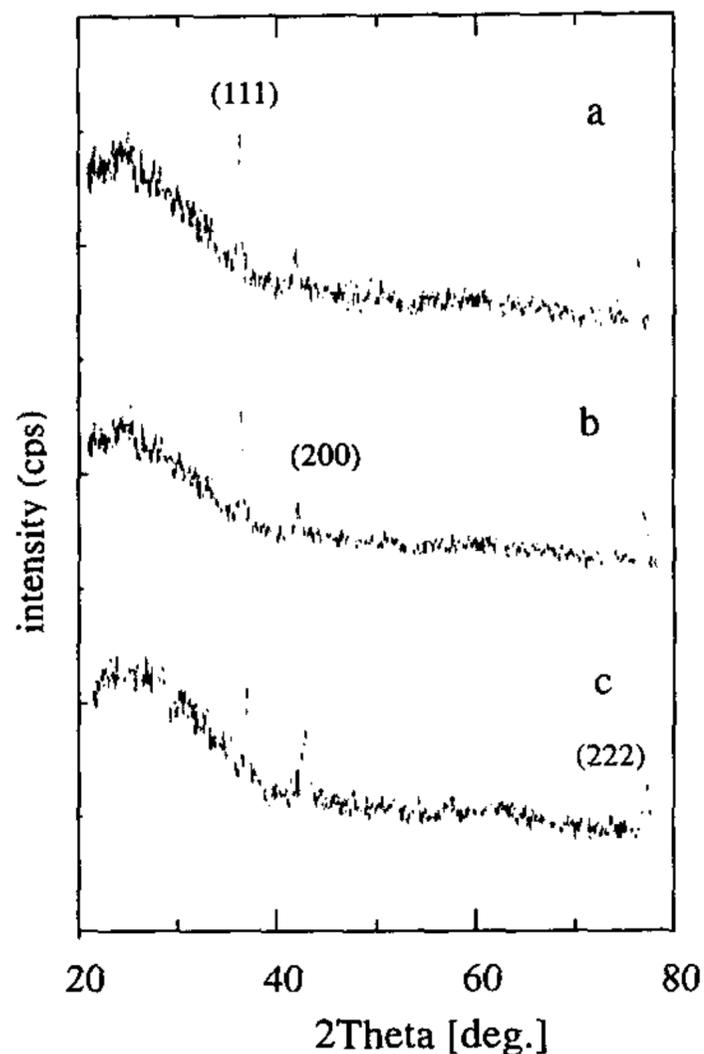


图 3-4 不同沉积速率下 MgO 膜的 X 射线衍射图 a. 10nm/min; b. 40nm/min; c. 80nm/min

我们在实验中还发现：MgO 薄膜的结晶状况受沉积速率，基片温度等工艺条件的影响较大。

由于薄膜厚度影响薄膜的结晶状况，在以下的分析中，MgO 薄膜的厚度基本保持一致。

首先分析在不同沉积速率下制备的 MgO 薄膜的结晶状况。图 3-4 是三种不同沉积速率下的 MgO 薄膜的 X 射线衍射图。图 3-4 显示不同沉积速率下的 MgO 薄膜呈现 (111) 晶面择优取向，在低速率下的薄膜择优取向最明显，(111)

晶面的结晶度最高；随着沉积速率增加，(111) 晶面的强度逐渐减弱，

(200) 晶面的强度明显加强；另外，从 (111) 晶面衍射峰强度的半高宽 (FWHM) 来看，低、中、高速率下薄膜的 FWHM 分别是 0.32、0.34、0.35，这说明随着沉积速率的增加，(111) 晶面的晶粒尺寸变小。

图 3-5 是三种不同基底温度下 MgO 薄膜的 X 射线衍射图。图 3-5 显示低、中温度下 MgO 薄膜的 (111) 晶面择优取向要优于高温下的 MgO 薄膜；高温下，MgO 薄膜的 (200) 晶面的衍射峰强度变强，(111) 晶面的衍射峰强度变弱；低温下，MgO 薄膜的 (200) 晶面的衍射峰强度最低，(111) 晶面的衍射峰强度最高。

从图 3-4 和图 3-5 来看低温低速有利于形成 (111) 晶面择优生长的 MgO 薄膜。

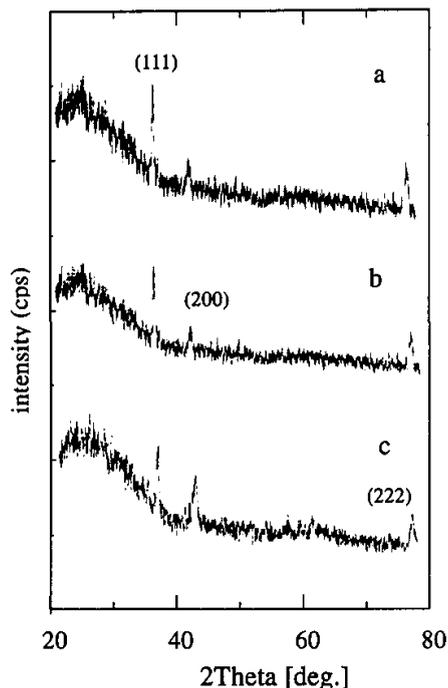
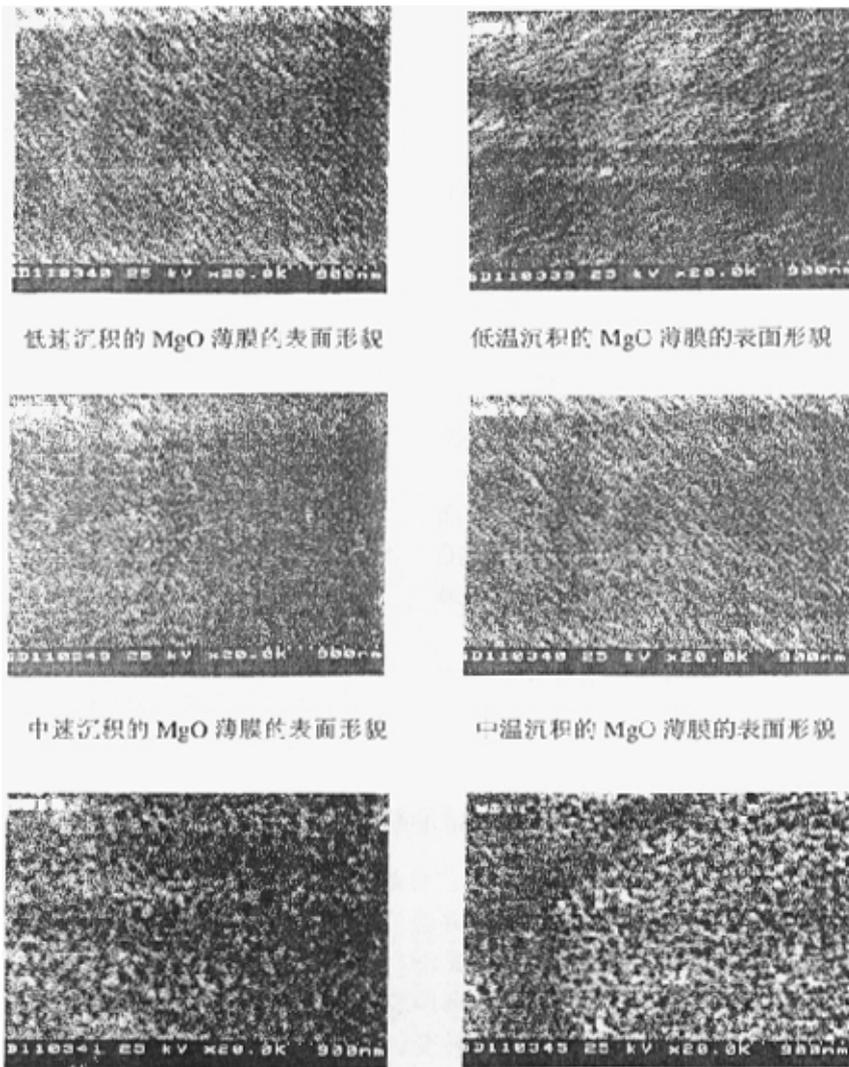


图 3-5 不同沉积温度下 MgO 膜的 X 射线衍射图 a. 室温; b. 150°C; c. 300°C

§ 3.3.2 MgO 薄膜的表面和断面形貌

影响 MgO 薄膜表面形貌的工艺参数主要是沉积速率和基底温度。图 3-6 和图 3-7 分别表示了沉积速率和基底温度对 MgO 薄膜表面形貌的影响。图 3-6 显示在低速下生长的 MgO 薄膜光滑，没有明显的孔洞，表面的粒子团的形状为纤维状。随着沉积速率增加，薄膜表面不光滑，有明显的孔洞出现，而且纤维状的粒子团逐渐向网状粒子团转变，在高速下生长的 MgO 薄膜表面像蜂窝窝一样，孔洞很大，粒子团也很大。图 3-7 显示低温和中等温度生长的 MgO 薄膜表面的粒子团都是纤维状，表面光滑，但低温生长的 MgO 薄膜表面没有孔洞出现，而中等温度生长的 MgO 薄膜表面开始有孔洞出现。在高温下生长的 MgO 薄膜表面像高速下生长的 MgO 薄膜表面一样呈蜂窝状，不光滑，有大量的孔洞存在，这说明低温或低速下，不通氧制备的 MgO 薄膜表面是光滑的，很少有孔洞存在，表面的粒子团呈纤维状，很可能生成了 MgO 晶须；随着沉积速率或基底温度的升高，MgO 薄膜表面逐渐有孔洞出现，不光滑，纤



低速沉积的 MgO 薄膜的表面形貌

低温沉积的 MgC 薄膜的表面形貌

中速沉积的 MgO 薄膜的表面形貌

中温沉积的 MgO 薄膜的表面形貌

高速沉积的 MgO 薄膜的表面形貌

高温沉积的 MgO 薄膜的表面形貌

图 3-6 不同沉积速率制备的 MgO 薄膜的表面形貌

图 3-7 不同基底温度制备的 MgO 薄膜的表面形貌

维状粒子团逐渐向网状粒子团转变，在高温或高速下，MgO 薄膜表面像蜂窝一样，孔洞越来越大。

不通氧气电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的断面形貌如图 3-8 所示。MgO 薄膜以柱状形式生长。薄膜与基片间的分界面明显，这说明不通氧气，电子束蒸发制备的 MgO 薄膜和基片的结合力不强。

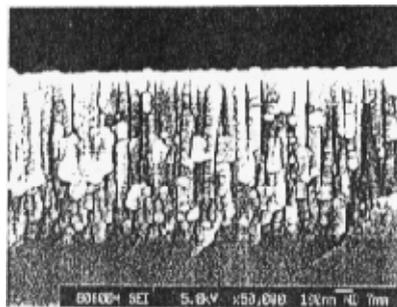


图 3-8 不通氧制备的 MgO 薄膜的断面形貌

§ 3.3.3 MgO 薄膜的 XPS

XPS 能给出材料中各元素的价态。在 MgO 薄膜的 XPS 中，O1s 光电子的峰位给出了氧离子的价态，O1s 的键能为 529.5eV 左右。由于 MgO 薄膜吸

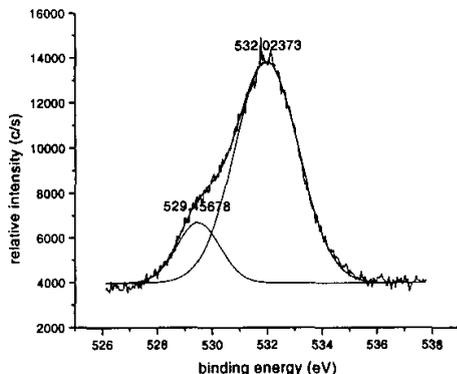


图 3-10 低温低速制备的 MgO 薄膜的 XPS 图

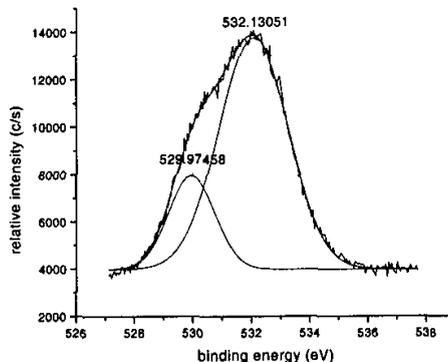


图 3-11 高温高速制备的 MgO 薄膜的 XPS 图

收水分，形成 $Mg(OH)_2$ 等化合物，二价氧的键能位置略有偏移。每种工艺条件制备的 MgO 薄膜的 XPS 都可以拟合成两条高斯曲线，一条高斯曲线表示 MgO 中的氧(529.5eV 左右)，另一条曲线表示 H_2O 、 $Mg(OH)_2$ 或羟基化合物等中的氧(532.5eV 左右)。可以从两条曲线的积分面积之比定性说明 MgO 薄膜的吸水情况。图 3-10 表示低温低速制备的 MgO 薄膜的 XPS 图，图 3-11 表示高温高速制备的 MgO 薄膜的 XPS 图。两个图中中心在 532.5eV 附近的高斯曲线的积分面积都远大于中心在 529.5eV 附近的高斯曲线的积分面积，这说明只要

在大气中曝露一段时间后不同工艺制备的 MgO 薄膜中都已吸收了大量的水分。从二者得比较来看,低温低速制备的 MgO 薄膜更易吸收水分,因为其 MgO 中的 O1s 的积分面积小。

§ 3.3.4 结果与讨论

薄膜的形成过程实际上是气-固转化、晶体生成的过程,他大致可以分为以下几个步骤:原子或分子撞击固体表面;他们被固体表面的原子吸附或直接反射回空间;被吸附的粒子在固体表面发生迁移或扩散而移动到表面上的合适的格点位置并进入晶格。这些过程以及它们之间的相互关系就决定了薄膜的形成过程和薄膜的性质。沉积条件是影响薄膜形成过程的主要因素,他决定着生成的薄膜的质量(化学组成以及结构的完整性等)。

薄膜是外来的原子、分子或原子团等粒子到达基底表面后,通过凝聚而形成的。但是,它的形成过程并非是原子在基底上的无规则地堆积。因为如是这样,薄膜的原子只能在基底上凝聚成为非晶态。然而事实是,根据薄膜的形成条件不同,可以生成非晶态薄膜,也可以生成多晶以及单晶薄膜。薄膜内部的原子排列之所以不是无规则的,是由于沉积的原子在基底上能作表面徙动的结果。这种表面徙动受到沉积原子之间和沉积原子和基底原子之间的相互作用,以及基底温度和沉积速率等工艺条件的影响,从而生长出了各种不同形态的薄膜。

薄膜的形成过程可以分为三种类型:

1. 核生长型, 又称沃尔默-韦伯型(Volmer-Weber 型)。薄膜按这种方式形成时, 首先是吸附于表面的原子发生迁移而形成原子团, 即形成核, 在核的尺寸达到某一临界值后便成为稳定的核, 从蒸发源飞来的原子可在核上直接凝聚成岛状结构, 以后小岛又连接起来形成连续的薄膜。
2. 层生长型 又称弗兰克-范德摩夫型(Frank-van der Merwe)。沉积原子构成二维膜层堆积, 形成层状的薄膜生长方式。
3. 层核生长型 又称斯特朗斯基-克拉斯坦诺型(Stranski-Krastanov)或混合型生长模式。首先在基片表面生长 1~2 层原子层, 然后再在这原子层上吸附入射原子, 并以核生长的方式生成小岛, 最终形成薄膜。

按照 Bauer and Poppa^[11]的热力学分析, 如果没有化学反应, 合金的产生及表面的其它变化如在薄膜生长期间由于电子轰击产生的扩散等, 薄膜的生长模式依赖薄膜和基底的表面自由能: σ_f 和 σ_s 。如果 $\sigma_f > \sigma_s$, 即薄膜的原子之间有着强烈的相互作用力, 而薄膜原子和基底原子之间的相互作用力相对较弱时, 高表面自由能优于界面能, 三维成核生长模式从开始就出现。但是, 如果

$\sigma_f < \sigma_s$ ，即薄膜原子和基底原子之间有强烈的相互作用力，并大于薄膜原子之间的相互作用力时，界面能占优。此时薄膜生长模式又分 2 种形式：(1) 如果薄膜内应力能量低于 σ_f ，生长模式为层生长模式；(2) 如果薄膜内应力能量高于 σ_f ，生长模式为层核生长模式。薄膜原子和基底原子间的强烈作用力使得薄膜结构受基底材料特性的影响较大，特别是对于外延薄膜的生长。

对于氧化镁这种具有 NaCl 结构的薄膜在无定形基底上的择优取向，六十年代就已有一些理论和试验研究^[113]。M.O.Aboelfotoh 等人利用电子束蒸发的方法在没有通氧气的情况下在无定形玻璃基底上制备 MgO 薄膜，实验结果发现薄膜的结晶取向随薄膜厚度的变化而变化，电子束蒸发制备的 MgO 薄膜主要以(111)晶面结晶。

在 MgO 薄膜的成膜初期，如果膜料原子和基片间的相互作用力弱，薄膜原子间的作用力强，MgO 薄膜就以核生长型的方式生长。这种方式生长的 MgO 薄膜由于薄膜原子有较强的活动能力而成核率降低，[100] 晶面的择优取向出现，因为这种取向能最大限度地降低表面、界面自由能。但是，在实验中我们没有发现 MgO 薄膜的[100] 晶面择优取向，这说明膜料分子或粒子和基片原子间的界面作用力是强于薄膜分子间的作用力的。蒸发前，基片加热或离子轰击基片可以排除吸附在基片表面上的残余气体分子，残余气体分子减弱了薄膜原子间的相互作用及成核原子团和基片间的相互作用。在蒸发期间（气压为 10^{-3} Pa），如果在室温下，基片表面又将吸附一些残余气体，薄膜原子因为将其能量传递给残余气体而损失一部分能量。本来电子束蒸发的薄膜原子的能量很小，只有 0.2eV 左右，能量的损失使得吸附在基片表面上的薄膜原子的迁移率降低，薄膜原子间的作用力减弱，薄膜成核率升高。由于基片原子的无规则排列，成膜初期，薄膜没有择优取向，而取向是无规则的，任意的。

在厚度低于 400 nm 时，X 射线衍射图没有显示任何晶面取向的衍射峰；但我们不能因此说薄膜是非晶的，因为 X 射线的探测深度为 $10\mu\text{m}$ 左右，薄膜的厚度相对来说薄的多；而且衍射峰的强度和 X 射线的能量有直接关系：X 射线的能量越高，衍射峰的强度越强，可 X 射线的能量是有限的，故膜厚较薄时便不能出现强烈的衍射峰；另外，微弱的衍射峰很有可能被薄膜基底衍射峰或仪器噪声所掩盖，甚至于可能因衍射仪的收谱能力逐渐减弱而检测不到微弱信号。M.O.Aboelfotoh^[115, 116]利用反射式高能电子衍射仪检测 MgO 薄膜的结构时发现：在膜厚低于 50nm 时，结晶是完全任意的，而当膜厚大于 50nm 时，(111) 晶面的择优取向逐渐产生。

对于电子束蒸发制备的 MgO 薄膜，因为低界面能优于表面自由能及基底材料结构的无定性，在薄膜生长初期，薄膜没有择优取向形成，但是，随着薄

膜厚度的增加, (111)结晶面择优取向的 MgO 薄膜形成, 在各种基片温度和沉积速率下制备的 MgO 薄膜都有明显的 (111) 晶面择优取向, M.O.Aboelfotoh^[115] 认为在非晶基底上 MgO 薄膜的结晶取向受膜料分子的沉积量影响, 膜料分子的沉积量增加有利于 (111) 晶面的生长; (111) 晶面择优取向是最后生长取向, 它不是因为要降低自由能, 而是因为由于沉积在不同晶面上的膜料分子或粒子的数目不同而产生的不同晶面取向间的生长竞争的结果。

基底温度的增加, 也就增加了薄膜原子的表面活动性, 提高了薄膜原子间的相互作用力, 降低了薄膜的成核速率, 薄膜以核生长型的方式生长的可能性增大, 另外, 由于 MgO 薄膜各晶面的化学稳定性不一样: (200) 晶面稳定性最好, (111) 晶面最不稳定, 所以当基片温度为高温时, 膜料分子的活动性增强, 易生长稳定性好的 (200) 晶面, 从而导致 MgO 薄膜各晶面取向中 (111) 晶面的衍射峰强度减弱, (200) 晶面的衍射峰强度增强。

沉积速率的增加, 降低了薄膜原子通过表面迁移结合的几率, 使得薄膜晶粒细小, 结构致密。但由于同时凝结的核很多, 在能量上核处于比较高的状态, 所以薄膜内部存在比较大的内应力, 同时缺陷也较多。另外, 处于高能状态的核易生长稳定性好的结晶面, 如 MgO 薄膜的 (200) 晶面。因此, 高沉积速率下 MgO 薄膜的 (111) 晶面的衍射峰强度减弱, (200) 晶面的衍射峰强度增强。

尽管工艺参数的变化使得 MgO 薄膜结晶取向的衍射峰强度发生变化, 但是 MgO 薄膜还是(111)结晶面择优生长。

MgO 薄膜的结晶取向和基底材料、薄膜生长条件如: 制备方法, 基底温度等有关。J.S.Lee 等人认为 SiO₂ 基底和玻璃基底(都为无定形结构)上电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的生长过程一样, 他们通过 TEM 观测不同基底温度、电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的断面形貌发现^[116]: 在薄膜生长初期, 低温薄膜的晶粒细, 高温薄膜的晶粒大, 说明基底温度的增加降低了薄膜的成核速率; 在膜厚为 50nm 左右, 晶粒尺寸发生突变, 薄膜趋向于择优生长; 随着薄膜厚度进一步增加, 薄膜的(111)晶面择优生长; 基底温度的增加, 厚膜中出现(200)晶面的可能增加, 和我们的实验结果一致。

低温或低速下, 不通氧制备的 MgO 薄膜表面是光滑的, 很少有孔洞存在, 表面的粒子团呈纤维状, 很可能生成了 MgO 晶须; 随着沉积速率或基底温度的升高, MgO 薄膜表面逐渐有孔洞出现, 不光滑, 纤维状粒子团逐渐向网状粒子团转变; 在高温或高速下, MgO 薄膜表面像蜂窝一样, 孔洞越来越大, 从断面形貌来看, MgO 薄膜是柱状结构。

理想平的表面具有最低的表面能, 而实际的蒸发薄膜相当大地偏离理想平

的表面。薄膜表面的光滑度决定于成核、生长和外来原子迁移率等的统计过程。如薄膜是在低基底温度下蒸发的，则因原子迁移率很小，表面将比较粗糙，当外来原子的表面迁移率增加(即高基底温度)时，凝结优先发生在表面凹处或沿某些晶面优先生长。因为各向异性和表面粗糙都将增加表面能，结果薄膜在制备生长过程中倾向于使表面光滑。另外，由于基底温度对薄膜的成核速率和晶粒尺寸的影响，高温薄膜的晶粒尺寸比低温薄膜的大，大晶粒的薄膜表面又趋向于粗糙。从MgO薄膜的X射线衍射图可知电子束蒸发制备的MgO薄膜以(111)晶面择优的形式生长，高温只能产生具有高自由能的(200)结晶面，这说明高温生长MgO薄膜的过程中降低表面自由能是次要的，即由于表面自由能降低产生MgO薄膜表面光滑的可能性小，从我们试验结果来看，提高基底温度似乎降低了MgO薄膜的光滑度，即提高了MgO薄膜的粗糙度。由于薄膜表面的原子来不及迁移，高沉积速率通常引起薄膜的粗糙度增加，就象我们的试验结果一样。

从XPS来看，低温或低速下，不通氧制备的MgO薄膜比高温或高速下，不通氧制备的MgO薄膜更易吸水。MgO薄膜的表面形貌似乎不能说明薄膜吸水的原因，因为低温或低速下，不通氧制备的MgO薄膜表面光滑，没有明显的孔洞。低温或低速下，不通氧制备的MgO薄膜尽管表面光滑，没有明显的孔洞，但不一定说明其致密。低温或低速制备的MgO薄膜疏松，微孔多可能是造成薄膜易吸水的主要原因。

比较工艺参数对MgO薄膜表面形貌和结晶取向的影响可以发现MgO薄膜表面形貌的变化和薄膜结晶取向有明显的关系。低温或低速制备的MgO薄膜具有明显(111)晶面择优取向，(111)晶面择优取向明显的MgO薄膜表面光滑，没有明显的孔洞，但薄膜不一定致密，表面的粒子团呈纤维状，且易生成氧化镁晶须；增加基底温度或沉积速率，MgO薄膜中除了(111)晶面外还有(200)晶面出现，(111)晶面择优生长，但(111)晶面择优取向不及低温或低速制备的MgO薄膜明显。择优取向不明显特别是(200)结晶面衍射峰强度大的MgO薄膜表面形貌像蜂窝一样，孔洞大而多，但薄膜可能致密，表面的粒子团呈网状。

§ 3.4 通氧气制备的MgO薄膜的特性

§ 3.4.1 MgO薄膜的结晶取向

电子束蒸发制备的MgO膜的结晶取向，在不通氧气的情况下，主要是(111)晶面和(200)晶面，而(111)晶面择优生长。在通氧气的情况下，MgO膜的结晶

取向主要是(111)晶面, (111)晶面择优生长, 且(111)晶面衍射峰强度比不通氧气制备的 MgO 膜的(111)晶面衍射峰强度要强的多。在最优的试验条件下, 生长同一厚度的薄膜, 不通氧气制备的 MgO 薄膜的衍射峰强度为 534cps, 半高

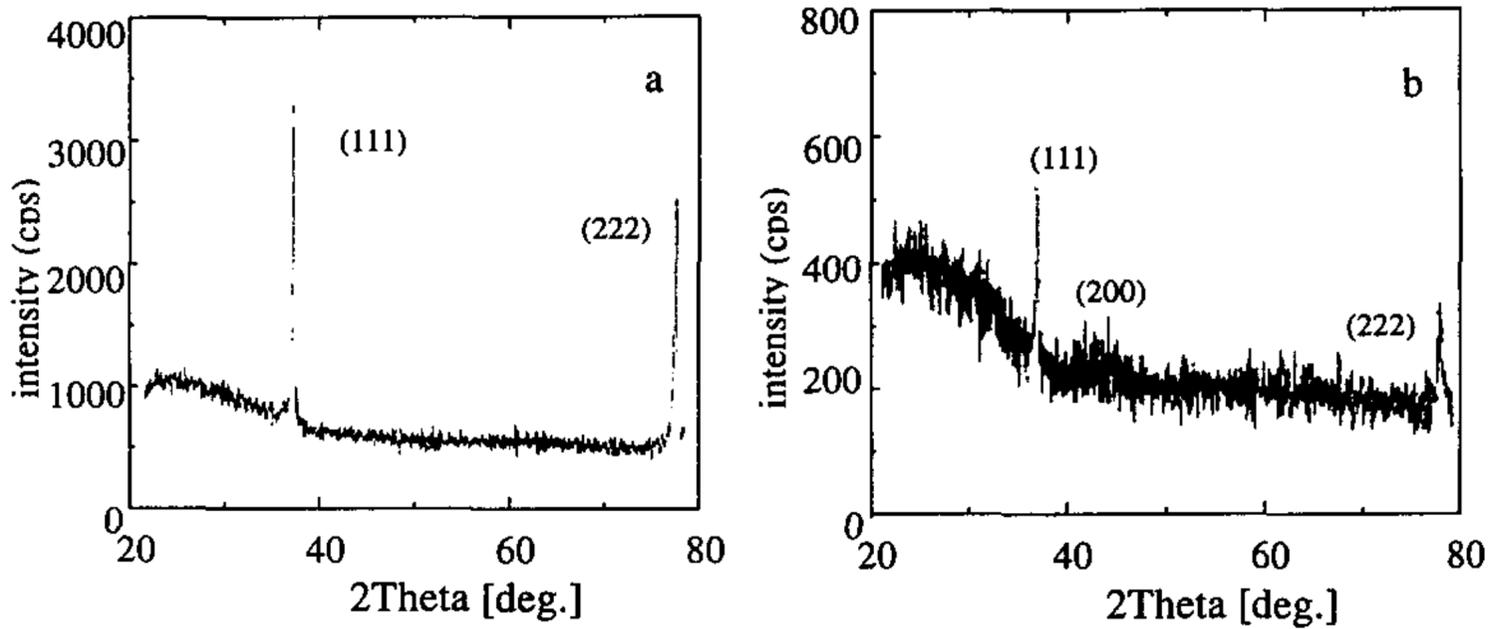


图 3-12 通氧和不通氧制备的 MgO 薄膜的 X 射线衍射图 a. 通氧制备的 MgO 薄膜 b. 不通氧制备的 MgO 薄膜

宽 (FWHM) 为 0.35; 而通氧气制备的 MgO 薄膜的衍射峰强度为 3207cps, 半高宽 (FWHM) 为 0.14, 这说明通氧气制备的 MgO 膜的结晶性好, 晶粒尺寸大。图 3-12 显示了通氧和不通氧电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的 X 射线衍射图。

由于通氧制备的 MgO 薄膜的 X 射线衍射图中只有(111)晶面衍射峰, 为了讨论的方便, 我们采用结晶度来说明工艺参数对 MgO 薄膜结晶取向的影响。薄膜的结晶度由 3-1 式计算, 它和薄膜厚度, 薄膜衍射峰强度及基底衍射峰强度有关, 薄膜结晶度和衍射峰强度成正比关系^[102]:

$$\text{结晶度}(\mu\text{m}^{-1}) = \frac{\text{薄膜衍射峰强度}}{\text{薄膜厚度}(\mu\text{m}) \times \text{基底衍射峰强度}} \quad 3-1$$

氧气环境下制备的 MgO 薄膜的结晶度和基底温度, 充氧量及沉积速率等有很大关系。

图 3-13 及图 3-14 显示了结晶度和基底温度及通氧气的关系。在一定的通氧量下，基底温度越高，结晶度越高；在某一基底温度，结晶度有一极大值；基底温度再加高，结晶度有下降的趋势。在不通氧气的情况下，MgO 薄膜的结晶度随基底温度升高而降低；不通氧气制备的 MgO 薄膜的结晶度普遍要比通氧气制备的 MgO 薄膜的结晶度低；特别是在高温下制备的 MgO 膜，(111)

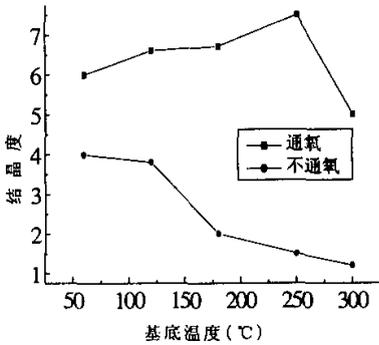


图 3-13 结晶度和基底温度关系

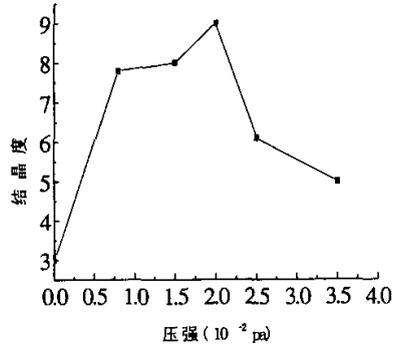


图 3-14 结晶度和通氧气量的关系

晶面逐渐向(200)晶面转化。当将基底温度固定在某一值时，要得到高的结晶度，通氧气量也有一阈值；在阈值以下，通氧气量越大，结晶度越高；在阈值以上，通氧气量越大，结晶度越低。要得到高结晶度的 MgO 薄膜，不同的基底温度下，通氧气量有不同的阈值；同样，不同的通氧气量下，基底温度也有不同的阈值；在最优的实验条件下，可以得到结晶度达到 $9\mu\text{m}^{-1}$ 的 MgO 薄膜。以上结果说明了电子束蒸发制备 MgO 薄膜的过程中充氧气的重要性；制备高结晶度的 MgO 薄膜，充一定数量的氧气来弥补因 MgO 的高温分解而损失的氧原子是很有必要的。

沉积速率对 MgO 薄膜的结晶取向也产生影响，在某一沉积速率，MgO 薄膜也有最高的结晶度。

§ 3.4.2 MgO 薄膜的表面和断面形貌

通氧气制备的 MgO 薄膜的表面形貌显示在图 3-15 中。薄膜是多孔状，粗糙的；粒子团间的连接类似于薄膜生长初期的网状结构。虽然扫描电镜显示薄膜表面粗糙，但利用表面形貌仪测得的薄膜表面光洁度为 $\nabla 13$ 级。作为比较，图 3-16（和图 3-15 一样都是放大 20000 倍）显示了未通氧气低温制备的 MgO 薄膜的表面形貌。薄膜光滑，连续，且生成了氧化镁晶须。在 S-2700 型扫描

电镜下观测到的不同工艺制备的 MgO 薄膜的形貌一样，但如果利用场致发射式扫描电子显微镜观测通氧气制备的 MgO 膜的表面形貌，结果发现网状粒子团是由锥形的晶粒组成，晶粒的大小为 100nm 左右。图 3-17 和图 3-18 显示了

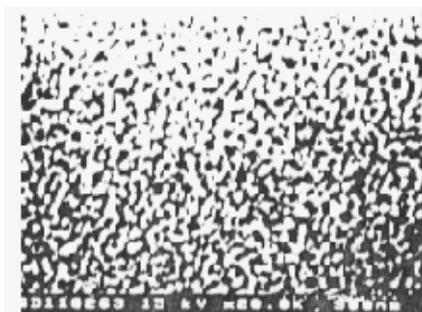


图 3-15 通氧气制备的薄膜的表面形貌

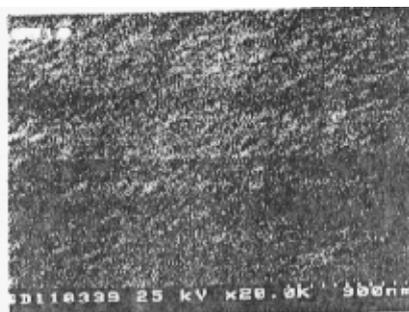


图 3-16 不通氧气制备的薄膜的表面形貌

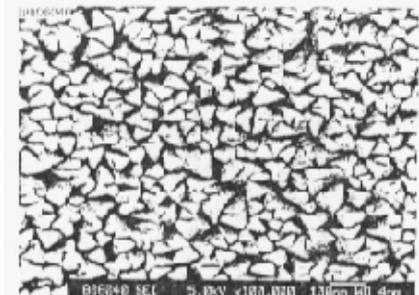


图 3-17 100°C 下制备的薄膜的表面形貌

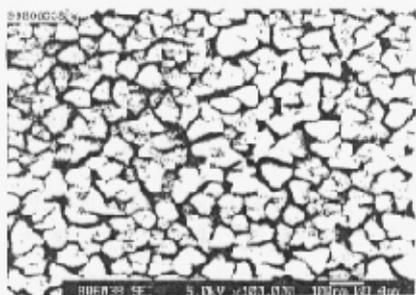


图 3-18 250°C 下制备的薄膜的表面形貌

不同温度下薄膜的表面形貌(放大倍数为十万倍)。从图中可以发现高基底温度下，晶粒长大，晶界变少，有的晶粒已长到了 120nm 以上，有的晶粒正在变大的过程中；低基底温度下，晶粒相对较小，晶界变多，缺陷增多。表面形貌的变化即晶粒大小的变化进一步说明了基底温度的提高有利于有氧制备的 MgO 薄膜的结晶。

不同通氧量和沉积速率对 MgO 薄膜的表面形貌也产生影响。适当增加

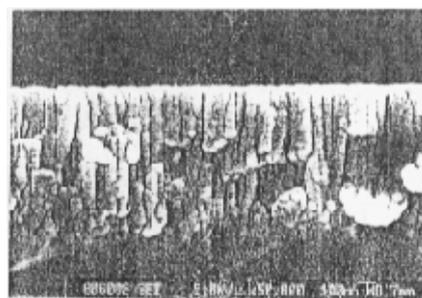


图 3-19 MgO 薄膜的断面形貌

通氧气的量或沉积速率和增加基底温度的效果一样，表面形貌和图 3-18 一致，而不适当的通氧量或沉积速率，只能生成如图 3-17 的表面形貌。

图 3-19 显示了 MgO 薄膜的断面形貌。薄膜呈现柱状结构，薄膜和基底的分界面不明显，说明 MgO 薄膜和玻璃基底的结合力强。

§ 3.4.3 MgO 薄膜的折射率

因为 MgO 膜在可见光范围内透明，故通过反射率、透射率曲线可计算 MgO 膜在某一波长的折射率。由于薄膜厚度基本一致，各样品的反射率曲线大致在波长 550nm 处都有一极大值，本文利用 3-2 式计算了薄膜在 550nm 处的折射率^[117]。3-2 式中 n_f 为薄膜折射率， n_0 为入射介质折射率， n_s 为基底材料折射率， R 为反射率。

$$n_f = \sqrt{\left(\frac{1+\sqrt{R}}{1-\sqrt{R}}\right) \times n_0 \times n_s} \quad 3-2$$

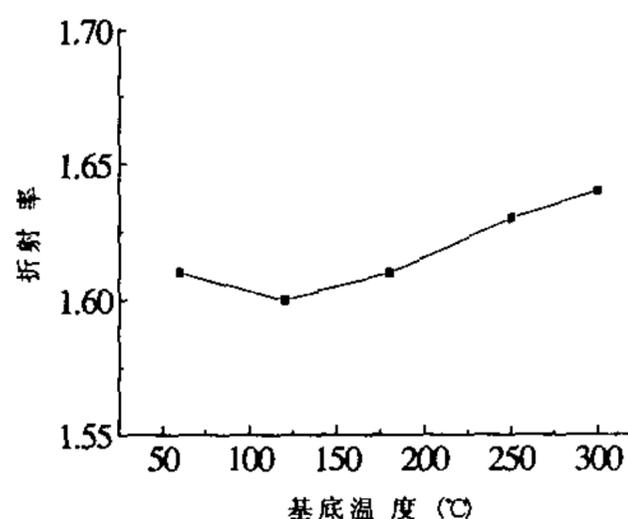
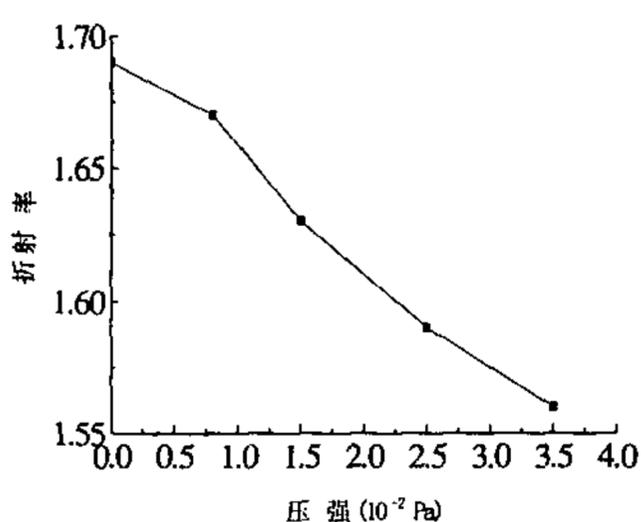


图 3-20 MgO 膜的折射率和通氧量的关系 图 3-21 MgO 膜的折射率和基底温度的关系

图 3-20 显示了 MgO 膜的折射率和通氧量的关系。氧气环境中制备的 MgO 膜的折射率在 1.55-1.70 变化。通氧量越大，MgO 膜的折射率越小；在高温及高于 3.5×10^{-2} Pa 的工作气压下制备的 MgO 膜的折射率可能低于玻璃基底的折射率 (1.545)。低折射率的 MgO 膜可能反映出薄膜中含有丰富的氧。图 3-21 显示了折射率和基底温度的关系。基底温度越高，MgO 膜的折射率也越高，但基底温度对 MgO 膜折射率的影响不及通氧量的影响大。

薄膜的沉积速率受基底温度的影响较大，而通氧气量对沉积速率的影响不大。基底温度升高，吸附在薄膜表面的粒子具有更大的表面运动能量，加大了表面粒子的解吸率，使得薄膜沉积速率减小。

§ 3.4.4 MgO 薄膜的可见和红外光谱

利用电子束蒸发制备的氧化镁薄膜的可见光谱见图 3-22。薄膜的可见光透过率在 90%左右，在 300nm 以下，MgO 薄膜是完全吸收的。图 3-23 显示了薄膜的红外光谱。在 3500cm^{-1} 附近有一强烈的吸收峰，这是典型的羟基或水分的

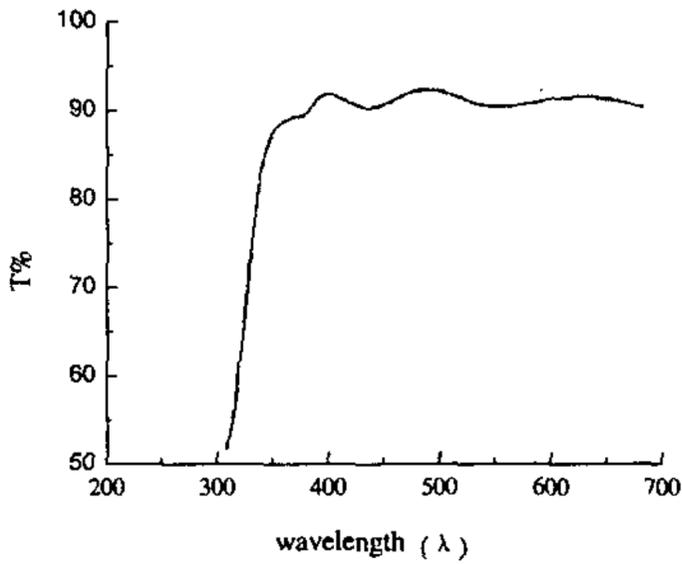


图 3-22 典型的 MgO 薄膜可见光谱

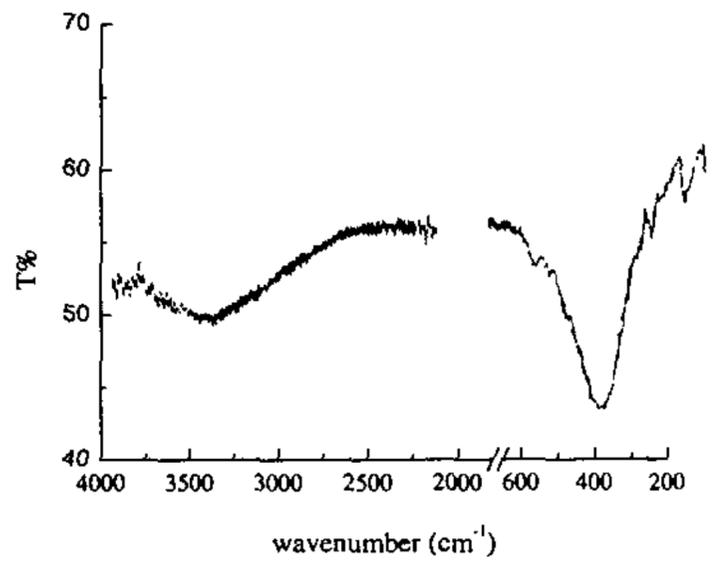


图 3-23 典型的 MgO 薄膜红外光谱

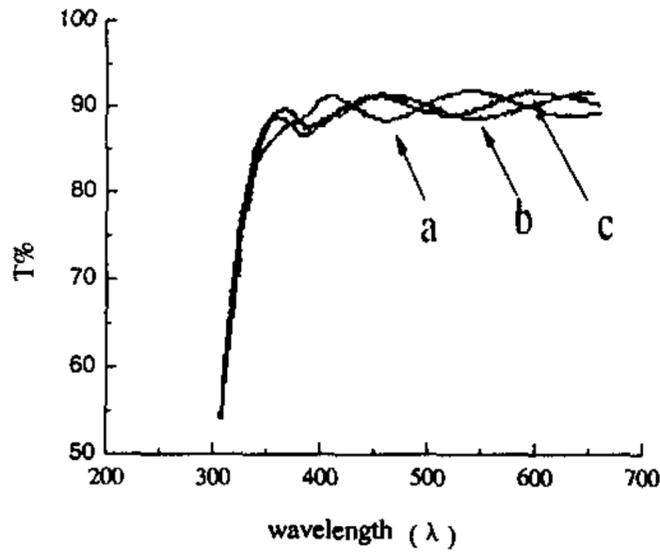


图 3-24 不同基底温度对薄膜可见光谱的影响, a. 70°C ; b. 150°C ; c. 250°C

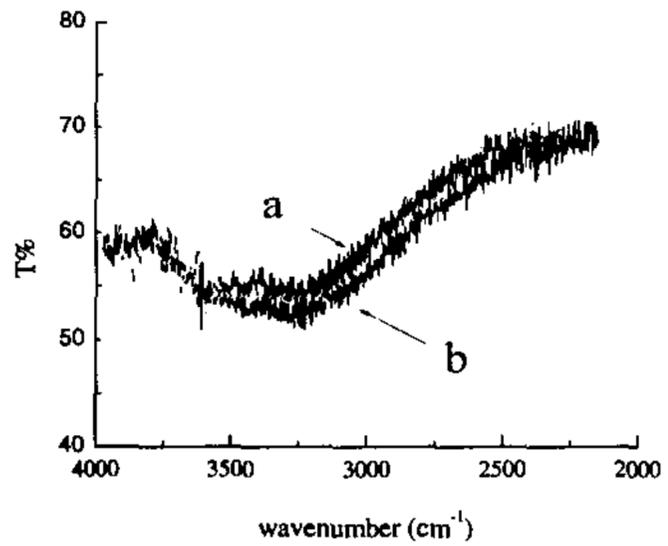


图 3-25 不同基底温度对薄膜红外光谱的影响, a. 70°C ; b. 250°C

吸收峰位，表明电子束蒸发制备的 MgO 薄膜中含有大量的水分或 OH⁻存在。在 400cm⁻¹ 附近也有一吸收峰，这是 Mg-O 键的振动吸收峰。

图 3-24 显示了不同基底温度对 MgO 薄膜可见光谱的影响。从室温到 300 °C，可见光的平均透过率都在 90%左右，几乎没有变化。

图 3-25 显示了不同基底温度对 MgO 薄膜红外光谱的影响。基底温度越高，3500cm⁻¹ 处的吸收峰的强度越强，这说明高温下制备的 MgO 薄膜的吸水量大。

不同的通氧量对 MgO 薄膜的红外光谱也产生明显的影响。通氧量越大，水吸收峰的强度越强，最大通氧气量和最小通气量（不通氧）制备的 MgO 薄膜的红外光谱差别最大。图 3-26 是通氧量和薄膜红外光谱的关系。不通氧制备的薄膜的红外光谱在波数 3500cm⁻¹ 处显示的水吸收峰强度较弱；而通氧制备的 MgO 薄膜的红外光谱在波数 3500cm⁻¹ 处显示的水吸收峰强度较强。这说明通氧量大制备的 MgO 薄膜易吸水。

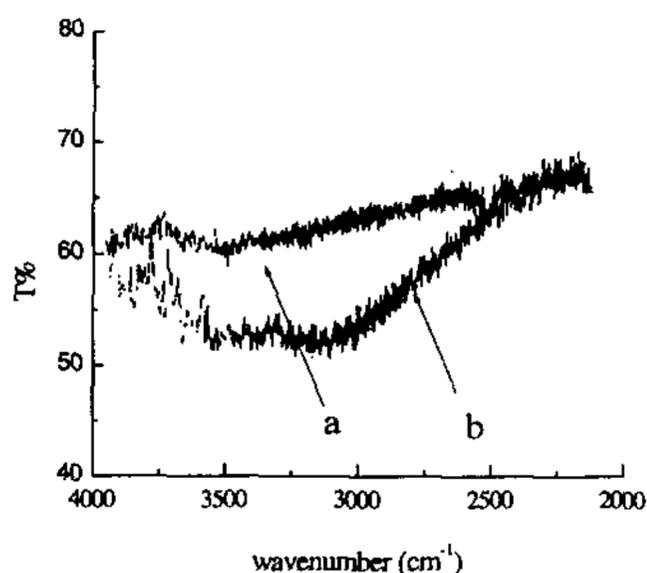


图 3-26 通氧与不通氧制备的薄膜的红外光谱 a. 不通氧；b.通氧

§ 3. 4. 5 MgO 薄膜的 XPS

图 3-27 和图 3-28 显示了氧环境中，两种基底温度制备的 MgO 薄膜的 XPS

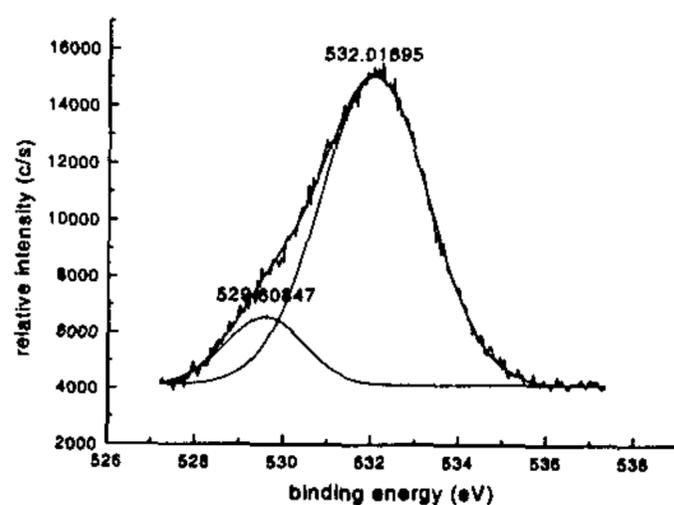


图 3-27 低温通氧制备 MgO 膜的 XPS 图

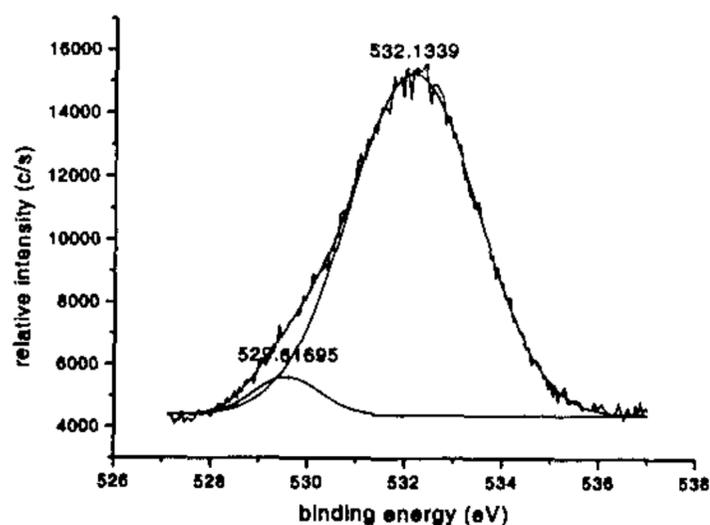


图 3-28 高温通氧制备 MgO 薄膜的 XPS 图

图。和不通氧，不同基底温度制备的 MgO 薄膜的 XPS 图比较（图 3-10 和图 3-11）可以看出：氧环境中制备的 MgO 薄膜的 XPS 图中中心在 532.5eV 附近的高斯曲线的积分面积更大于中心在 529.5eV 附近的高斯曲线的积分面积，这说明氧环境中制备的 MgO 薄膜比无氧环境中制备的 MgO 薄膜更易吸水。从图 3-27 和图 3-28 中 529.5eV 附近的高斯曲线的积分面积比较来看，高温制备的 MgO 薄膜更易吸收水分，因为其 MgO 中的 O1s 的积分面积小，这一点不同于无氧环境中制备的 MgO 薄膜。

§ 3.4.6 结果与讨论

电子束蒸发制备 MgO 薄膜的过程中，通氧气能大大提高薄膜的结晶度，改变薄膜的特性。MgO 薄膜特性的变化和成膜的过程中 MgO 的分解和氧气的作用有极大的关系。

与生成单质元素薄膜相对容易的情况相比，直接沉积合金薄膜和化合物薄膜是相当困难的。蒸发无机化合物时比蒸发合金更加困难，因为在蒸发无机化合物时，化合物易分解。就真空蒸发的化合物薄膜来说，在达到蒸发所需要的温度时，必须是真空兼容的和化学稳定的，但很多化合物一旦暴露在真空环境中就开始分解，或者在温度升高时开始分解，能直接蒸发沉积的化合物薄膜相对来说是很少的。在 R.Glang 的著作中列出了最易生成的氧化物和其它化合物^[118]，在常见的无机化合物薄膜中，用一般方法进行蒸发所得薄膜的组分能够比较接近原物质材料的有 BeO, Al₂O₃, CoO₂, SiO₂, MgF₂ 等。对于 NiO, TiO₂ 等，等到的是氧原子不足的薄膜。一般地说，氧化物最终形成的是氧化物和纯元素的混合物。

因此直接蒸发蒸镀所得的化合物薄膜的组分比例与被蒸发材料的组分比例往往不同。

MgO 在电子束加热蒸发时也易分解。其分解的成分主要为单质镁和氧气，也有人发现 MgO 作为蒸发源时易分解为低价氧化物和氧气^[163]。MgO 分解的反应式可简单地表示为：



对于 3-3 式和 3-4 式来说，整个体系的化学反应平衡常数等于氧气分压强。由于化学反应的平衡常数只和温度有关：温度越高，平衡常数越大，所以温度越高，氧气分压强越大。也就是在真空中，温度越高，氧化物越易分解。因此

为了使氧化物不分解或反应式由右向左进行，反应中环境的氧气的分压强应大于氧化物的分解压。在制备 MgO 薄膜的过程中，通氧气的目的之一就是为了提高环境中的氧气的分压强，避免氧化镁的分解或薄膜中缺氧，沉积出化学计量配比的薄膜。任何一种特定 MgO 薄膜所需要的分压强取决于各种沉积参数，由实验来决定。

薄膜的化学组成取决于：各种蒸汽分子和真空室中的残余气体分子（特别是活性气体分子）相互碰撞的情况；它们到达工件表面的速率和组成比例；蒸汽分子（包括残余分子）在工件表面上的平均滞留时间和表面迁移率（取决于它们的原始动能和工件温度）；蒸汽分子之间（包括与残余分子和工件表面上的杂质）在工件表面上的反应速率等。因而电子束蒸发制备 MgO 薄膜的过程中通氧气对薄膜生长的影响除了防止 MgO 的分解外可能还有另一些原因，比如由于薄膜原子和氧气分子的碰撞影响了薄膜原子在薄膜生长表面的活动性，进而影响薄膜的生长特性，等等。

在加热蒸发金属、合金或化合物时，有控制地向蒸发时加入某种活性气体，制备所要求的化合物薄膜，称为“反应蒸发”。反应蒸镀时，蒸发原子或分子与气体分子之间的反应可能在蒸发空间气相状态下形成，也可能在工件表面上完成，或两者兼而有之。这取决于蒸发温度、蒸发速率、反应气体的分压强和工件的表面温度。

总的来说，在电子束蒸发制备氧化镁的过程中通氧气是有必要的。通氧气制备的 MgO 薄膜的衍射峰强度高，晶粒大，晶界少，结晶性好。以下就我们获得的试验结果进行理论分析。

在上一节中，我们对基底温度、通氧量等对通氧制备的 MgO 薄膜的结晶取向、表面和断面形貌、折射率、可见和红外光谱以及 XPS 的影响进行了系统的试验研究。

通氧气制备的 MgO 薄膜的结构是(111)晶面择优取向生长。(111)晶面衍射峰强度比不通氧气制备的 MgO 膜的(111)晶面衍射峰强度要强的多，并且(200)结晶面在各种基底温度和沉积速率下制备的 MgO 薄膜的晶格取向中都没有出现，这是因为一方面氧气的存在阻止了 MgO 的分解或氧化了蒸发时分解的镁或低价氧化物，使薄膜中不缺氧原子，增加了 MgO 薄膜结晶的可能性；另一方面由于蒸气分子和氧分子的碰撞，导致蒸气分子动能减少，在薄膜表面的迁徙率降低，生成稳定的结晶面可能性降低。对于 MgO 薄膜，由于(200)晶面比(111)晶面稳定，生成(200)结晶面需要更高的能量，因此电子束蒸发制备 MgO 薄膜的过程中，氧气的存在大大降低了生成(200)结晶面的可能性。

不同的基底温度和通氧量获得的(111)晶面择优生长的 MgO 薄膜的结晶性

不同。生成(111)结晶面需要一定的能量,蒸气分子能量过高或过低都不利于(111)结晶面的形成。基底温度的高低定性地反应了吸附在薄膜生长表面的蒸气分子动能的高低,只有一定的基底温度才能生成结晶性最好的 MgO 薄膜。同样,蒸气分子由于在到达膜面的途中和氧气分子碰撞,要损失部分能量;通氧量越大,发生碰撞的几率和频率增加,蒸气分子的能量损失越大;通氧量的变化也反应了蒸气分子能量的变化,只有一定的通氧量才能生成结晶性最好的 MgO 薄膜。因此在一定基底温度和通氧氧量下,电子束蒸发制备的 MgO 薄膜有最大的衍射峰强度,最高的结晶度。从表面形貌来看,在适当基底温度和通氧氧量下制备的 MgO 薄膜的晶粒增大,晶界变少,这说明这一工艺条件正好满足了 MgO 薄膜(111)结晶面择优生长。

薄膜的结构比块状材料要复杂的多。由于薄膜中的缺陷,即使显示为单晶结构的薄膜的结晶性远不如单晶块状材料的好。薄膜结晶性越好,其结构越接近单晶块状材料。一定工艺条件获得的 MgO 薄膜具有(111)晶面择优生长的结构,并且结晶度最高,这说明此条件获得的 MgO 薄膜的特性,如结晶性、化学计量比等,最接近(111)晶面结晶的单晶 MgO 块料的特性。

MgO 薄膜的折射率随通氧氧量的增加而降低,随基底温度的变化不大。可能是高通氧氧量增加了 MgO 薄膜中的氧元素的含量,使得 MgO 薄膜的折射率降低。同时,高通氧量对沉积分子能量的影响也是薄膜折射率变化的一个重要因素。因为通氧量增大,沉积分子和氧分子碰撞的几率和频率增加,沉积分子的能量降低,吸附在薄膜表面的沉积分子迁移的可能性减小,容易生成疏松的薄膜,疏松的 MgO 薄膜的折射率降低。

由于 MgO 薄膜的折射率和基底材料的折射率相差不大,而且在理论上 MgO 薄膜在可见区域是透明的,可见光谱显示不同工艺参数制备的 MgO 薄膜的平均透射率基本保持不变,在 90%左右。

众所周知, MgO 薄膜极易吸水,水是 MgO 薄膜中最主要的杂质,在 MgO 薄膜中水以游离态和化合态存在,化合态的水主要是以 $Mg(OH)_2$ 等羟基化合物的形式存在。MgO 薄膜的红外光谱和 XPS 都显示:通氧制备的 MgO 薄膜比不通氧制备的 MgO 薄膜更易吸水;通氧制备的 MgO 薄膜中,高温生长的 MgO 薄膜的吸水量大于低温生长的 MgO 薄膜,高通氧量生长的 MgO 薄膜的吸水量大于低通氧量生长的 MgO 薄膜。通氧量的增加使得 MgO 薄膜吸水量的增加是因为高通氧量易产生疏松的 MgO 薄膜,疏松的薄膜易吸水;而基底温度的增加使得 MgO 薄膜吸水量的增加似乎不能仅从薄膜的致密程度来解释。通常,基底温度的升高增加了吸附在薄膜表面的沉积分子的能量,趋向于增加薄膜的致密程度。不同于不通氧制备的 MgO 薄膜,通氧制备的 MgO 薄

膜中,高温生长的 MgO 薄膜更易吸水说明了 MgO 薄膜的吸水量一方面和 MgO 薄膜的致密程度有关,另一方面还和薄膜的其它特性有关,如结晶状况。在通氧制备 MgO 薄膜的工艺参数中,基底温度在一定范围的增加有助于改善薄膜的结晶性;(111)结晶面择优生长的 MgO 薄膜的结晶度越高,薄膜可能越易吸水。

第四章 离子束辅助沉积 MgO 薄膜

不同组织结构的氧化镁薄膜对等离子体显示器的作用不同。例如，致密的 MgO 薄膜更能抵抗各种粒子的轰击或腐蚀；因为 (111) 结晶面择优取向的 MgO 薄膜比其它结晶面择优取向的 MgO 薄膜具有更高的二次电子发射系数，故更能降低工作电压，提高发光强度^[119]。但是也有人提出 (200) 结晶面择优取向的 MgO 薄膜对等离子体显示器的作用更大^[120]。最近，又有人提出 (220) 结晶面择优取向的 MgO 薄膜更适合于作为等离子体显示器的介质保护膜^[121]。

电子束蒸发主要生成 (111) 结晶面择优取向的 MgO 薄膜，为了研究不同结构的 MgO 薄膜对等离子体显示器的影响，探讨能制备不同结构的 MgO 薄膜的实验方法是很有必要的。离子束辅助沉积技术能制备致密而又光滑的薄膜，通过工艺参数的变化，制备出非 (111) 结晶面择优取向的 MgO 薄膜是可能的。从文献来看，关于利用离子束辅助沉积技术制备用于等离子体显示器的 MgO 薄膜的报道很少。

在本章，我们系统研究了离子束辅助沉积技术制备的 MgO 薄膜的结晶取向、表面和断面形貌、可见和红外光谱等特性以及工艺条件如：离子能量、离子种类、基底温度以及沉积速率等对 MgO 薄膜的这些特性的影响。

§ 4.1 离子束辅助沉积技术的工艺原理

§ 4.1.1 离子束和固体表面作用机理

荷能离子轰击固体表面时，会与固体材料中的原子和电子发生一系列的碰撞作用：与原子发生的碰撞是弹性碰撞；与电子的碰撞是非弹性碰撞。无论在那种碰撞过程中，荷能离子每经一次碰撞就将部分能量传递给原子或电子；同时相应减少离子本身的能量。直到经多次碰撞后入射离子的能量几乎耗尽为止。另外，被撞的晶格结点上的原子，如果接受的能量足以使其克服周围原子对它的束缚，就会发生离位。并以一定能量在材料晶格中运动。此时，它也会象入射离子那样去碰撞其它原子与电子。只要能量足够，它同样能使别的晶格原子发生离位。以此类推，可以想象，一个入射离子可以产生出一系列的碰撞，产生一系列的离位原子。这种原子与原子、原子与电子的碰撞就是离子与材料相互作用的最基本过程。

离子束和固体表面的相互作用产生了下列一些现象：

1. 通过非弹性碰撞，材料表面发射出二次电子与光子。
2. 入射离子被材料中的电子所中和，并通过与晶格原子的弹性碰撞，被反弹出固体，称为背散射粒子。

3. 一个入射离子在其路程中可以经多次碰撞，撞出若干个离位原子。这些离位原子又在其路程中撞出若干个离位原子，产生碰撞级联。
4. 一部分被撞出的原子，方向合适，就会穿出晶格空隙，从材料表面中逸出，成为被溅射原子。
5. 晶格中原子被碰撞而离位的同时，在该处留下一个空位，而在别处出现一个间隙原子，这种空位-间隙原子对就是离子轰击造成的晶格缺陷。
6. 入射离子经过若干次与电子、原子碰撞后，能量几乎耗尽，在靶材的一定深处停留下来，成为材料中的一种杂质原子。
7. 离子轰击还会产生另一些效果，如沉积在表层中的离子能量绝大部分最后变成热能释放，因而受轰击的材料会发热。离子轰击也会使原先在表面的原子或分子发生解吸，等等。

此外，离子轰击对薄膜沉积过程中的晶核形成和生长过程也有明显的影响，从而影响膜层的结构和性能。

§ 4.1.2 离子轰击对成膜过程的影响

在薄膜沉积之前的离子轰击和沉积过程中的离子束轰击对薄膜性能的影响充分显示了离子轰击在薄膜沉积过程中的重要作用。

1. 在薄膜沉积前的离子轰击对基底材料的影响

(1). 基底材料的溅射，(2). 在基底表面产生缺陷，(3). 结晶学破坏，(4). 改变表面性貌，(5). 基底温度的升高，(6). 表面成分的变化，等等。

2. 离子轰击对基底和膜层界面的影响

(1). 物理混合，(2). 改善成核模式，(3). 优先去出松散结合的原子，等等。

3. 离子轰击在薄膜生长中的作用

(1) 对形貌的影响 沉积膜的性貌取决于沉积原子是如何参加到现存的结构中去的。例如，对于光滑的表面来说，某一部位上的择优生长可能来源于沉积原子不同的表面活动性。择优生长会引起晶粒的择优取向，并随着厚度增加造成表面粗糙化。

(2) 对结晶学结构的影响 结晶结构一般受沉积原子表面迁移率的控制。低迁移率会得到非晶结构或晶粒材料。高迁移率会得到大晶粒材料并使结构更加完善。

(3) 对沉积膜组分的影响 如前面所述，离子轰击通过优先溅射掉松散结合的原子，或把原子注入到生长的表面区以形成亚稳态，改变沉积材料的组分。

(4) 对膜层物理性能的影响 残余应力是离子轰击最显著的影响之一。由于原子之间所处的位置比他们在平衡条件下所处的位置更接近而出现压应力。

§ 4.2 实验过程和方法

在第三章介绍的 PDP 专用电子束蒸发镀膜机内安装一个考夫曼离子源就构成了离子束辅助蒸发制备 MgO 薄膜的装置。离子束的中心线和基底法线的夹角不超过 45° ，其它装置和条件都不变。考夫曼离子源的结构示意图见图 4-1

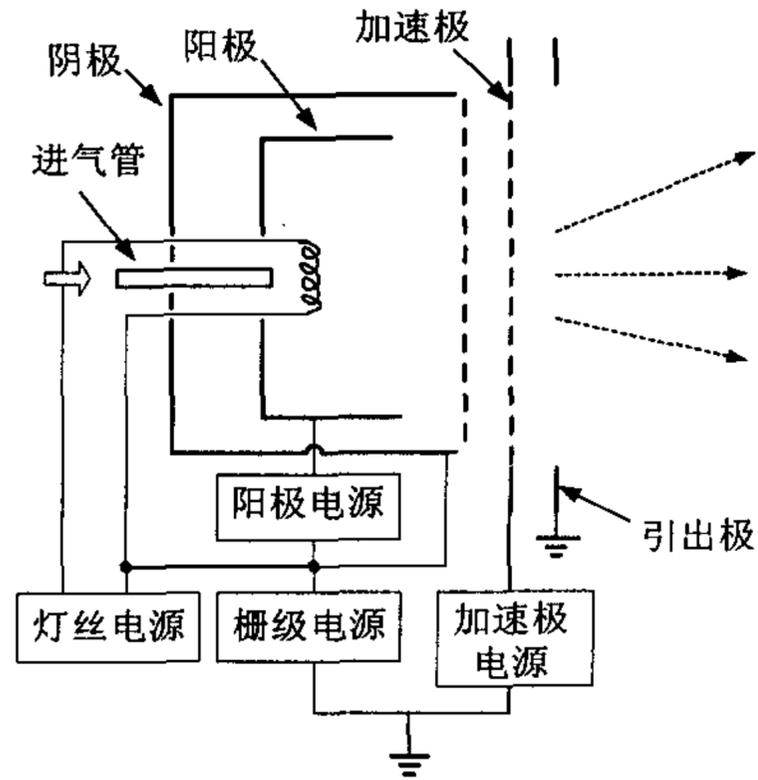


图 4-1 考夫曼离子源示意图

浮法玻璃和单晶硅片作为基底材料，所有的样品都经丙酮或酒精和乙醚的混合液超声波清洗。在真空中加热到 300°C 去气 1 小时，然后冷却到所需要的基底温度。在沉积薄膜前，样品经过离子源发出的氩离子束轰击清洗 10 分钟，氩离子的能量为 1keV，氩离子流为 20mA。本底真空度保持在 10^{-3} p_a 数量级以上，辅助沉积 MgO 薄膜的离子束为氩离子、氧离子或氩氧混合离子。薄膜制备过程中，真空室内分为不通氧和通氧两种情况考虑。MgO 薄膜特性的检测方法和第三章的方法一样。典型的沉积 MgO 薄膜的工艺参数见表 4-1。

表 4-1 离子束辅助沉积制备 MgO 薄膜的工艺参数

基底温度 ($^\circ\text{C}$)	沉积速率 (nm/min)	薄膜厚度 (nm)	离子能量 (keV)	O ₂ 分压强 (p _a)
30-350	5-100	300-1500	0-2	$0-2 \times 10^{-2}$

§ 4.3 无氧环境中离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的特性

本章节讨论了不通氧气、氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的特性。

利用电子束蒸发的方法制备的氧化镁薄膜主要形成 (111) 结晶面择优取向，而在没有氧的环境中氩离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜主要是 (200) 结晶面择优取向。图 4-2 显示了氧化镁薄膜的 X 射线衍射图，从衍射峰的半高宽来看，离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的晶粒尺寸小，这可能是由于离子轰击阻

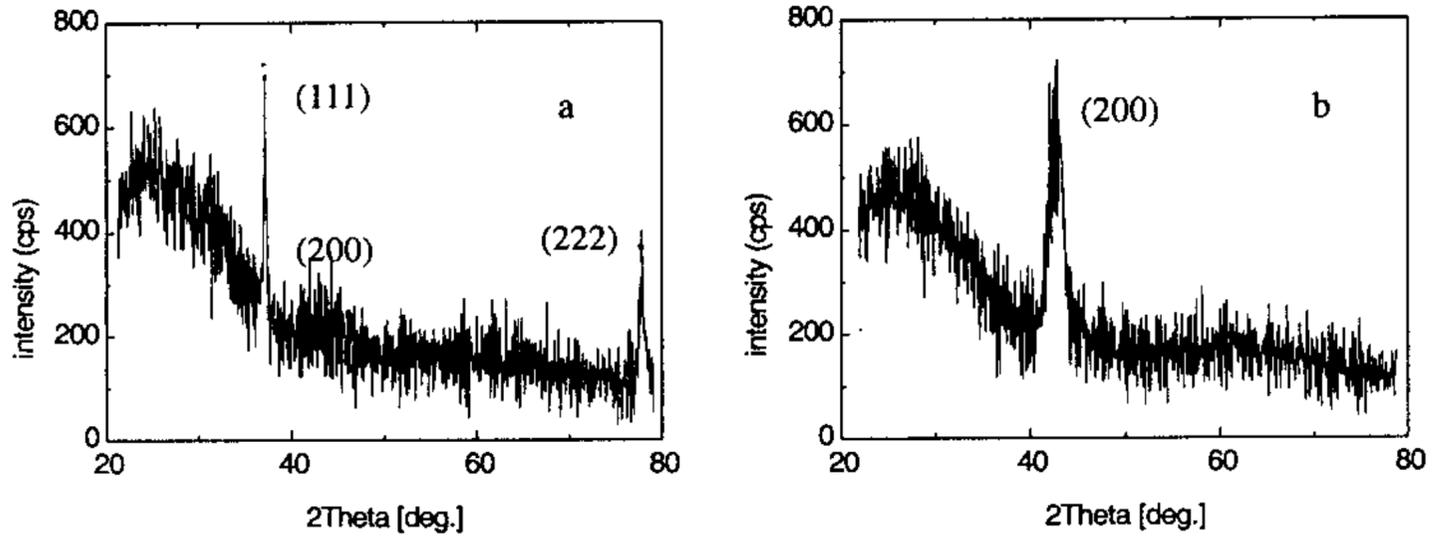


图 4-2 不同方法制备的 MgO 薄膜的 X 射线衍射图 a. 电子束蒸发; b. 离子束辅助蒸发
止了 MgO 晶粒的生长或使得晶粒细化。

§ 4.3.1 MgO 薄膜的结晶取向

大量的实验结果已经显示氩离子能量, 基底温度, 沉积速率以及退火温度影响 MgO 薄膜的生长。图 4-3 显示了 MgO 薄膜的结晶取向和氩离子能量的关系。随着离子能量的增加, (111) 结晶面的衍射峰的强度减弱, (200) 结晶面的衍射峰的强度增强; 当离子能量大约为 1keV 时, (200) 结晶面的衍射峰的强度最强; 如果离子能量进一步增加, (200) 结晶面的衍射峰的强度减弱, 甚至可能没有结晶产生。

离子束辅助蒸发易生成 (200) 结晶面择优取向的 MgO 薄膜, 晶面取向的变化除了和离子能量有关外, 还和基底温度及沉积速率有关。图 4-4 显示了离子能量固定在 1keV 时, 基底温度对薄膜结晶取向的影响。降低基底温度有助于

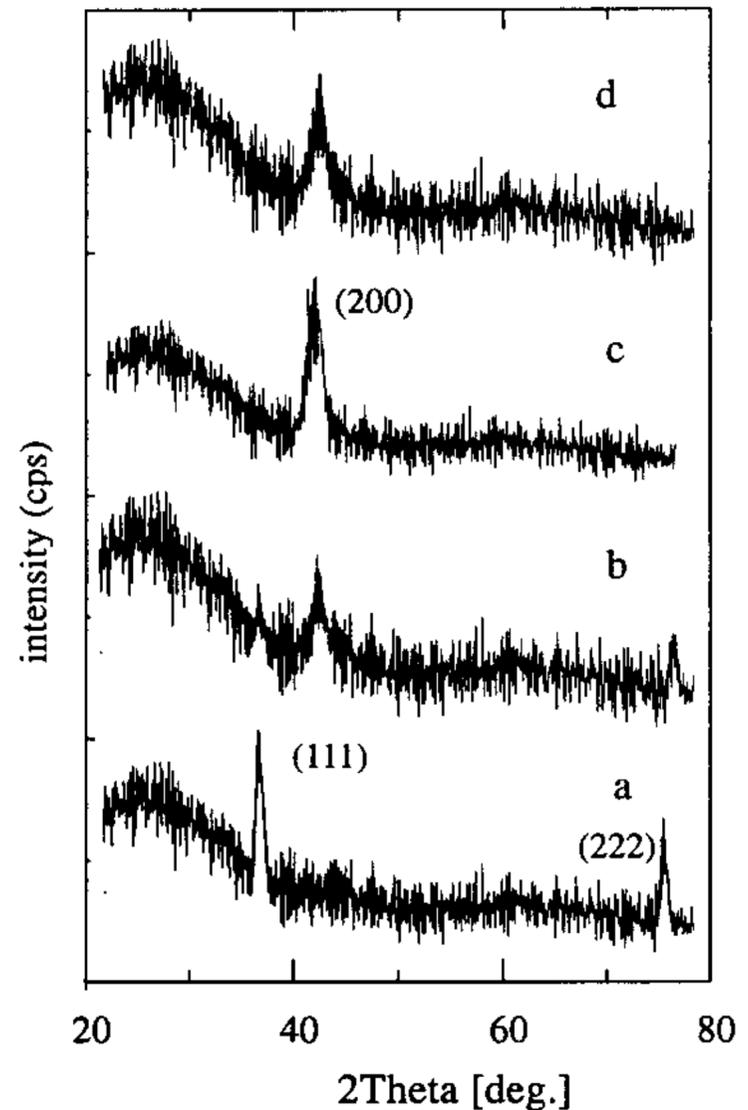


图 4-3 不同离子能量制备的 MgO 薄膜的 X 射线衍射图 a.0keV; b.0.4keV; c.1keV; d.2keV

获得高强度的(200)结晶面衍射峰, 增加基底温度可能使(200)结晶面衍射峰强度减弱, (111)结晶面可能出现。进一步增加基底温度, 如增加基底温度到 150 °C 以上, 薄膜可能没有任何结晶。

图 4-5 显示了离子能量固定在 1keV 时, 沉积速率对薄膜结晶取向的影响。降低沉积速率也有助于获得高强度的(200)结晶面衍射峰, 增加沉积速率可能使(200)结晶面衍射峰强度减弱, (111)结晶面可能出现。进一步增加沉积速率, 如增加沉积速率到 30nm/min 以上, 薄膜可能没有任何结晶。

以上分析说明在不通氧气的环境中, 氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的结构主要是(200)晶面结晶。在一定能量的氩离子轰击下, 低基底温度, 低沉积速率获得的 MgO 薄膜的(200)晶面结晶性最好。

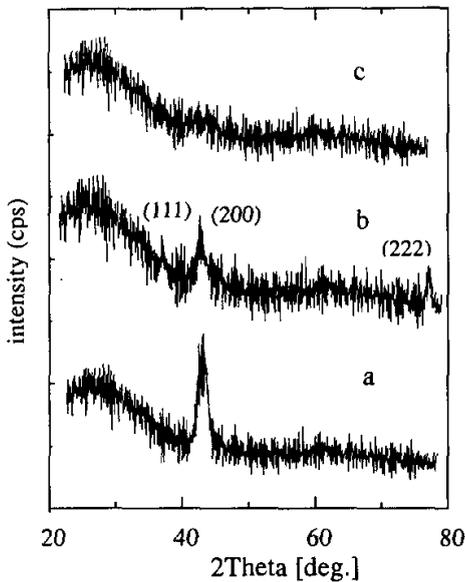


图 4-4 基底温度对 MgO 薄膜结晶的影响
a. 50°C; b. 100°C; c. 150°C

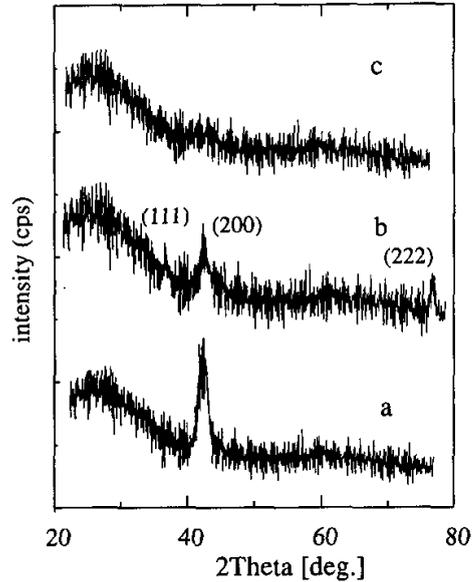


图 4-5 沉积速率对 MgO 薄膜结晶的影响
a. 10nm/min; b. 30nm/min; c. 60nm/min

§ 4.3.2 MgO 薄膜的形貌

通过扫描电镜观测到不通氧、氩离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的表面总是粗糙的。氩离子能量越大, MgO 薄膜表面越粗糙; 在一定能量的氩离子轰击作用下, 基底温度的增加或沉积速率的增加, 都可能引起 MgO 薄膜表面粗糙度

的增加。图 4-6 显示了不通氧、氩离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的表面形貌和基底温度的关系。图 4-6b 显示的基底温度为 150℃制备的 MgO 薄膜的表面形貌类似于图 3-6 或图 3-7 显示的高速或高温电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的表面形貌，薄膜表面象蜂窝一样，孔洞较多；而图 4-6a 显示的基底温度为 50℃制备的 MgO 薄膜表面似乎孔洞要少一些。

图 4-7 显示了扫描电镜观测到的 MgO 薄膜的断面形貌，作为比较，图中也显示了电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的断面形貌。电子束蒸发制备的 MgO 薄膜和玻璃基底之间的分界面很明显；而离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜和玻璃基底之间的分界面模糊，似乎有薄膜离子渗入到了玻璃基底的表面层，可能生成

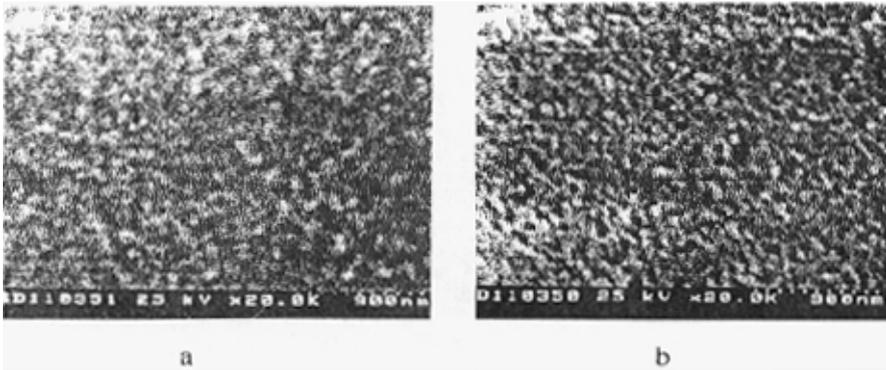


图 4-6 不通氧、氩离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的表面形貌 a. 50℃; b. 150℃

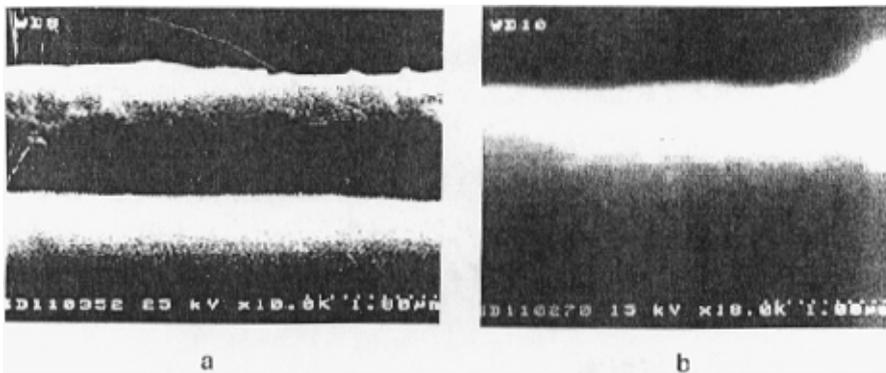


图 4-7 MgO 薄膜的断面形貌 a. 电子束蒸发; b. 不通氧、氩离子束辅助蒸发

了扩散分界面。这说明离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜和玻璃基底间的结合力

要强于电子束蒸发制备的 MgO 薄膜和玻璃基底间的结合力。

§ 4.3.3 MgO 薄膜的密度

离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的密度也受工艺参数如氩离子能量、基底温度等的影响。图 4-8 显示 MgO 薄膜的密度随离子能量的增加而增加，极低能量的氩离子辅助蒸发或电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的密度为 3.3 g/cm^3 左右，能量为 1.5 keV 的氩离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的密度是 3.74 g/cm^3 左右，接近 MgO

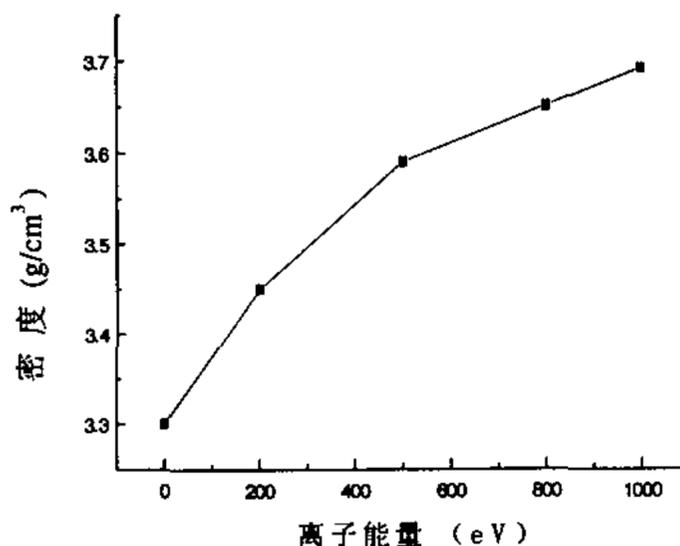


图 4-8 MgO 薄膜的密度和离子能量的关系

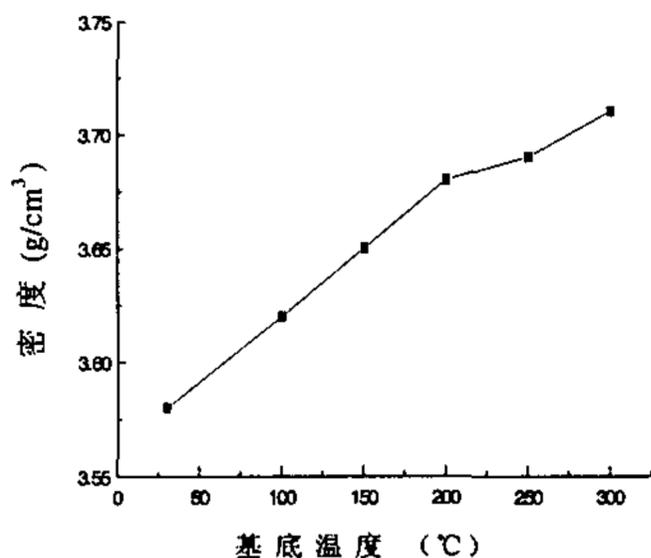


图 4-9 MgO 薄膜的密度和基底温度的关系

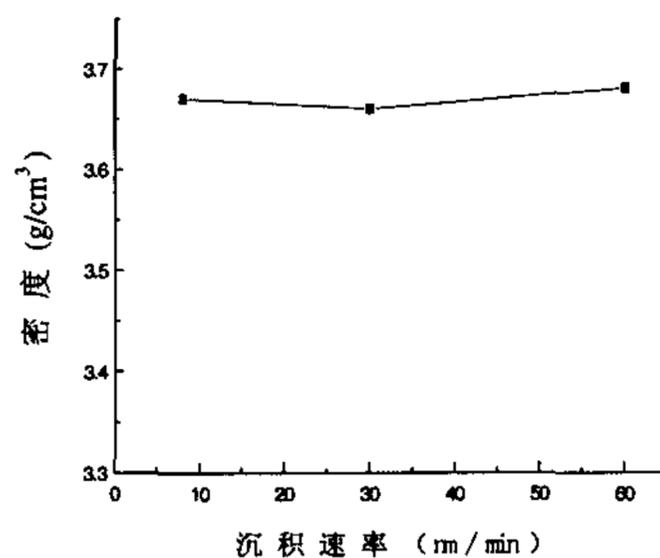


图 4-10 MgO 薄膜的密度和沉积速率的关系

块料的密度。在一定能量氩离子辅助下，MgO 薄膜的密度随基底温度的增加而增加(图 4-9)，但增加的幅度不及前者大。在我们的试验条件范围内，沉积速率对 MgO 密度的影响不大(图 4-10)。从以上各图可以看出，不通氧，氩离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的密度在 3.6 g/cm^3 和 3.7 g/cm^3 之间，有效地改善了 MgO 薄膜的致密度。

§ 4.3.4 MgO 薄膜的折射率

离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的折射率随离子能量的增加而增加，极低能量的氩离子辅助蒸发或电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的折射率在 1.63 左右，

而能量为 1keV 的氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的折射率在 1.72 左右;另外,基底温度的增加, MgO 薄膜折射率也增加,在基底温度为室温时,薄膜的折射率为 1.67 左右,在高温如 250°C 以上时,薄膜的折射率为 1.71 左右;沉积速率对折射率的影响在我们的试验中似乎没有发现,沉积速率在 6nm/min 和 60nm/min 变化,折射率仅在 1.68 和 1.69 之间波动。总之,不通氧,氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的折射率大于电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的折射率。图 4-11 和图 4-12 分别显示了离子能量和基底温度对 MgO 薄膜折射率的影响。

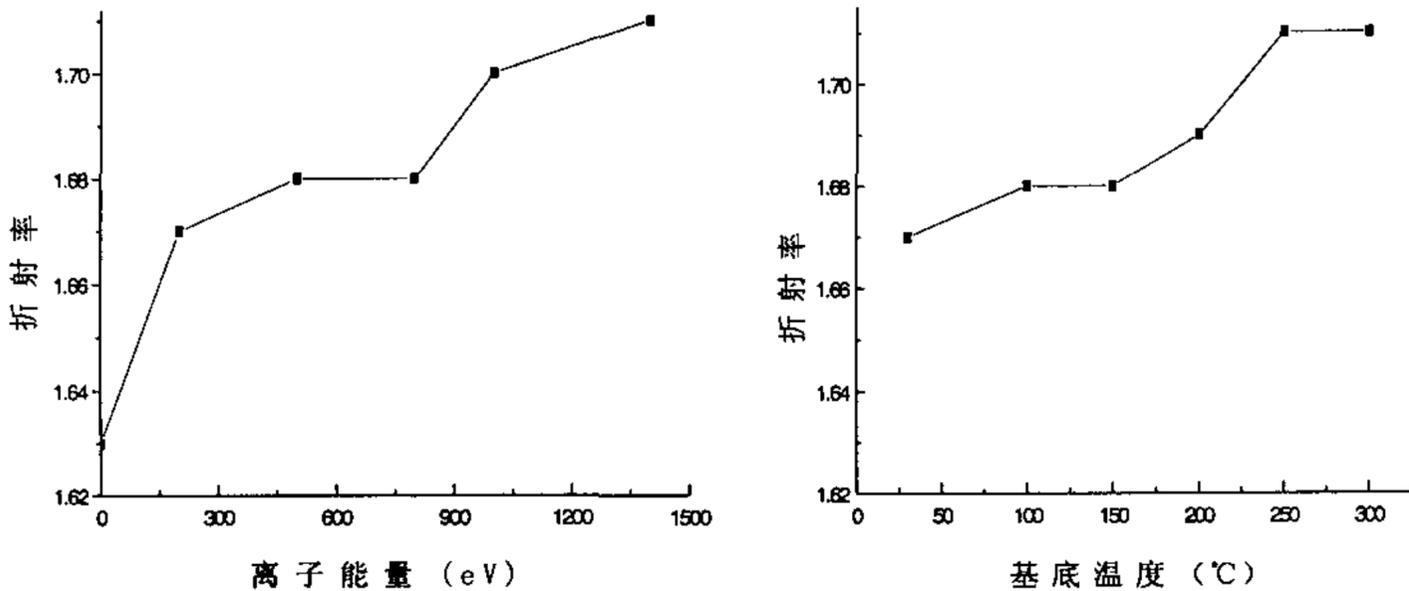


图 4-11 离子能量对 MgO 薄膜折射率的影响 图 4-12 基底温度对 MgO 薄膜折射率的影响

§ 4.4 氧环境中离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的特性

上一节的结果都是在没有氧气的参与下获得的,如果我们在氩离子束辅助蒸发的过程中,通氧气或者离子源引出的离子是氧离子或者是氧和氩的混合离子的话,结果又是怎么样呢?

考虑到离子源的工作特性,必须防止离子源的电极间打火或者电极和钟罩内壁打火,特别是电极和电子枪间打火,以免烧坏离子源电源和电子枪电源。所以在离子束辅助蒸发制备薄膜的过程中,如果钟罩内通氧气或者工作真空度不高的话,特别要注意离子源的栅级电压(加速电压)的大小和通氧气量的大小。要根据具体的情况确定栅级电压和通氧气量的最大允许值。

§ 4.4.1 MgO 薄膜的结晶取向

对于氩离子辅助沉积制备的 MgO 薄膜,如果在制备的过程中通氧气的话,离子能量对薄膜的结晶取向产生明显的影响,图 4-13 显示了离子能量对薄膜

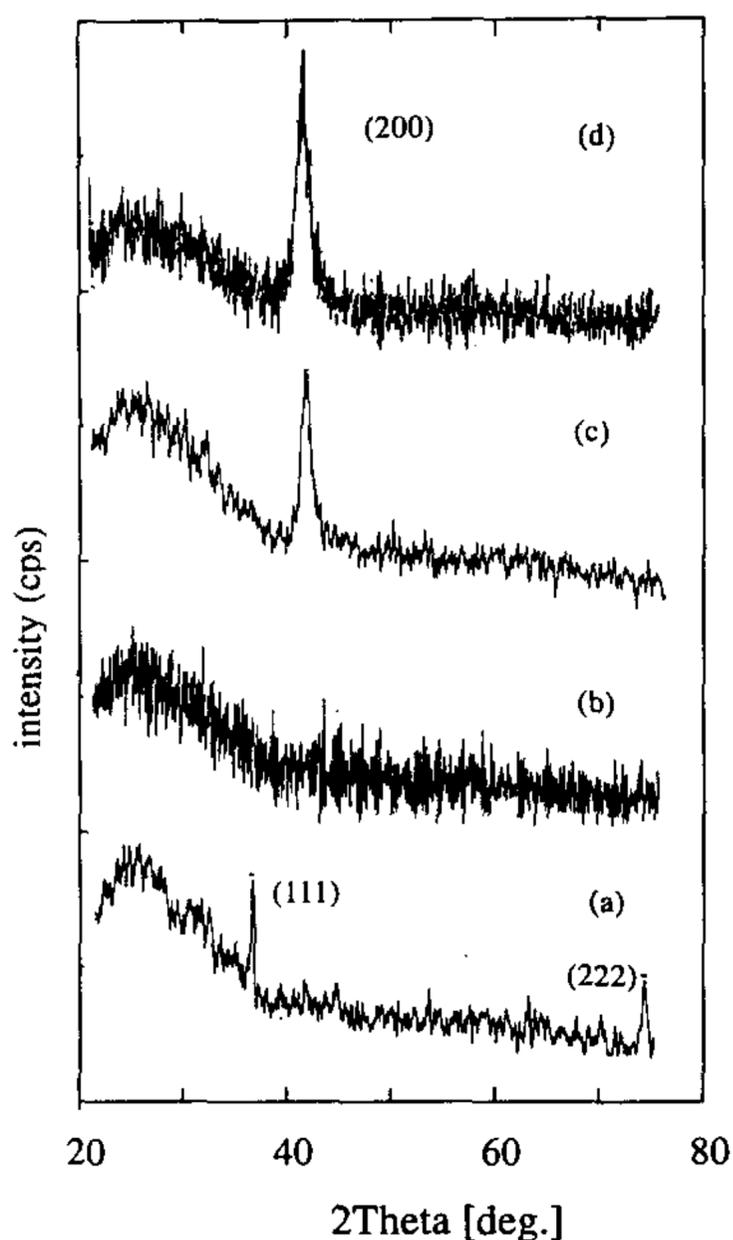


图 4-13 氩离子能量对 MgO 薄膜结晶取向的影响 (a). 200eV (b). 400eV (c). 700eV (d). 1KeV

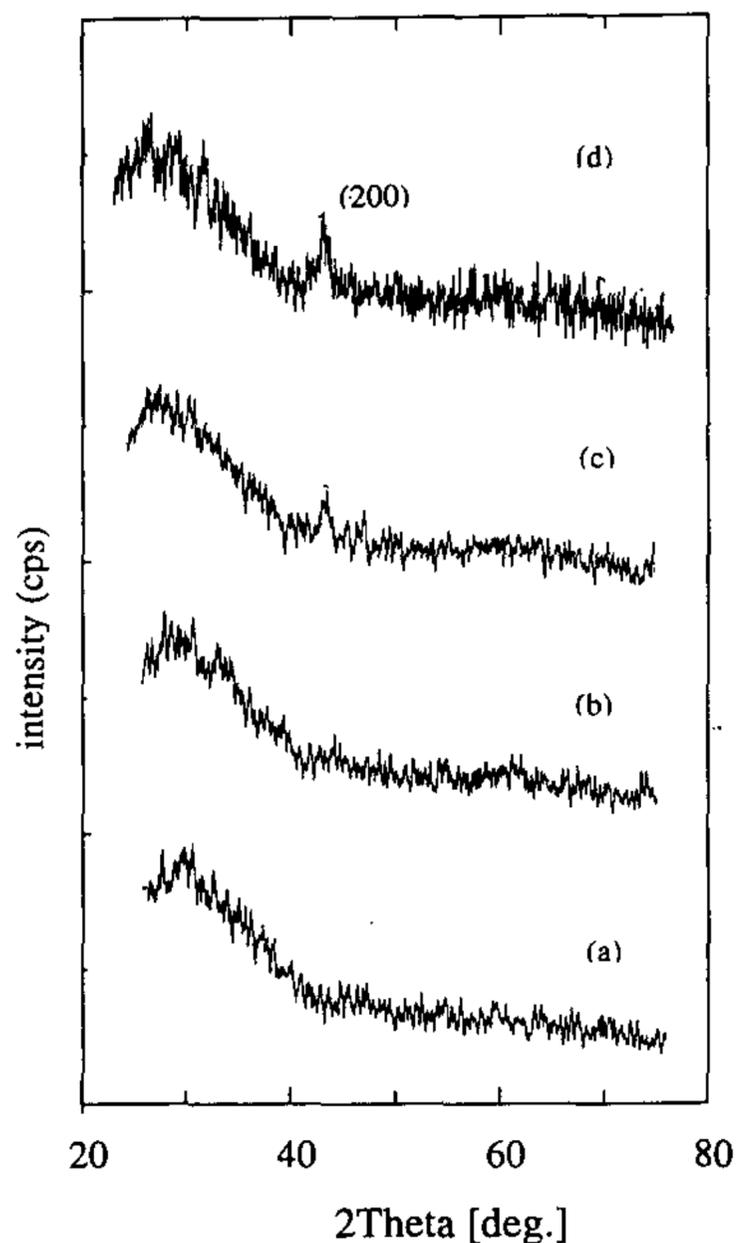


图 4-14 基底温度对 MgO 薄膜的结晶取向的影响 (a). 70°C (b) 150°C. (c). 200°C (d). 250°C

结晶取向的影响。离子能量的取值范围为 100eV-1keV，从图 4-13 可以看出低能量的氩离子产生(111)结晶面择优取向的薄膜，中等能量的氩离子生成没有任何结晶的 MgO 薄膜，而高能氩离子生成(200)结晶面择优取向的薄膜。

对于离子束辅助沉积制备 MgO 薄膜，在一定能量氩离子轰击下，基底温度也对薄膜的结晶取向产生明显的影响。图 4-14 显示了基底温度对薄膜的结晶取向的影响。从图 4-14 可以看出低温只能生成没有任何结晶取向的薄膜。高温能生成(200)结晶取向的薄膜。如果要生成(111)结晶面择优取向的薄膜，只有降低氩离子能量。

改变离子束种类轰击生长的薄膜表面可以发现不同的试验结果。利用氧离

子轰击薄膜表面的试验结果表明：在一定氧气的通量下，低能氧离子趋于生成具有(111)结晶面择优取向的 MgO 薄膜，中等能量的氧离子也只能生成没有任何取向的薄膜，而高能氧离子能生成(200)结晶面择优取向的薄膜。如果加大氧气通量的话，中等甚至高等能量的氧离子也能生成具有(111)结晶面择优取向的 MgO 薄膜，只是结晶度不高而已。图 4-15 显示了氧离子的能量对 MgO 薄膜结晶取向的影响。200ev 以下的氧离子生成的薄膜具有(111)结晶面择优取向，400ev 左右能量的氧离子轰击生成的薄膜除了玻璃的衍射峰外，没有其它

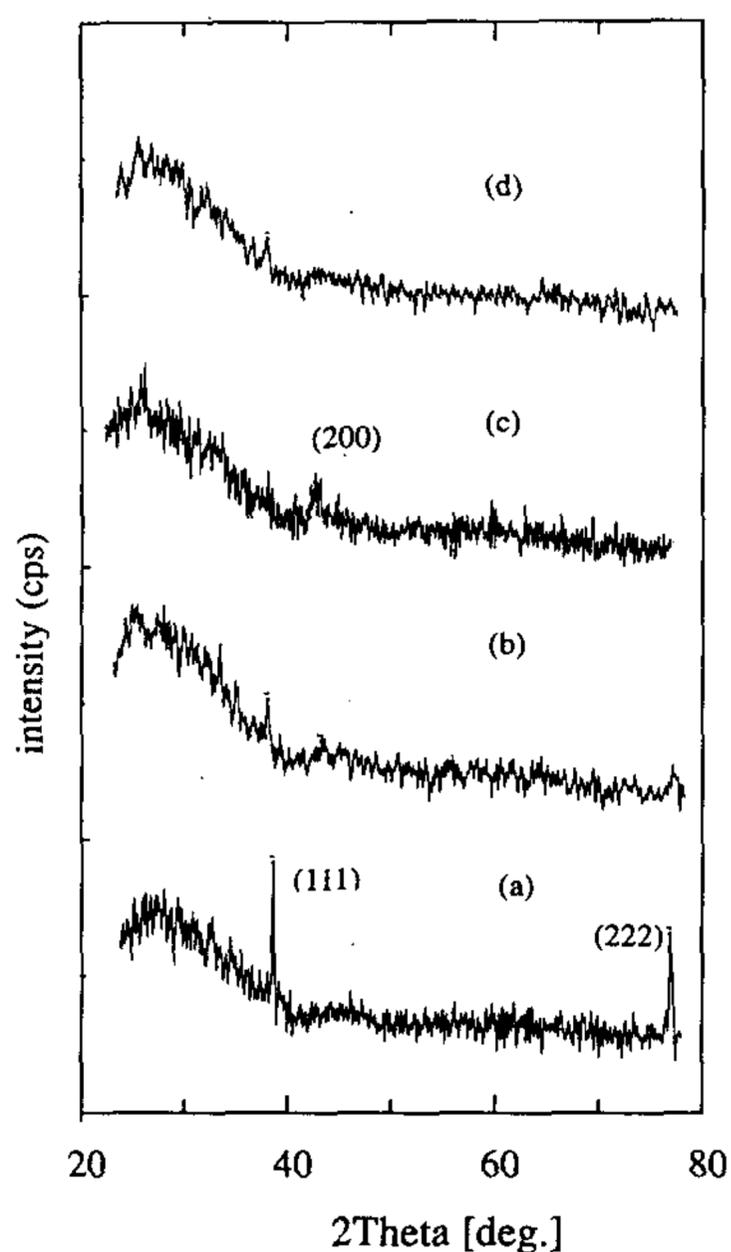


图 4-15 氧离子能量对 MgO 薄膜结晶取向的影响 (a). 200eV, 氧分压低 (b). 400eV, 氧分压低 (c). 600eV, 氧分压低 (d). 800eV, 氧分压高

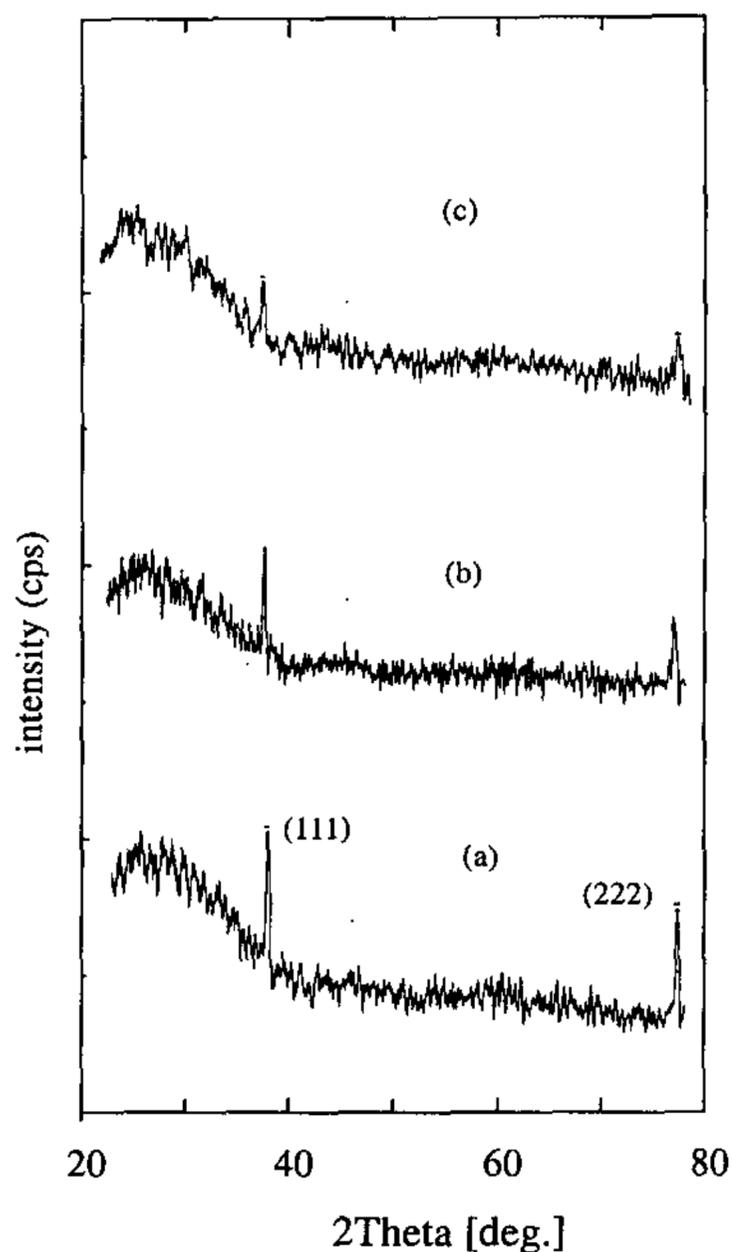


图 4-16 氧离子轰击作用下基底温度对薄膜结晶取向的影响 (a). 150°C (b). 200°C (c). 250°C

峰位产生；而 600ev 以上能量的氧离子轰击生成的薄膜产生(200)结晶面衍射峰。但是在 800ev 能量的氧离子轰击下，加大通氧气的量，生成的薄膜也能产生(111)结晶面的衍射峰。

从图 4-13 和图 4-15 的比较来看，离子能量相等而离子种类不同产生不同结晶取向的薄膜。尽管氩离子轰击作用下，钟罩内也通大量的氧气，但生成具有(111)结晶面衍射峰的 MgO 薄膜比较困难，除非将氩离子的能量降的很低，但过低的氩离子能量又起不到离子轰击的效果。同等能量的氧离子辅助生成的 MgO 薄膜的(111)晶面衍射峰最强，结晶度最高。

在氧离子作用下，基底温度对薄膜的结晶取向也产生明显的影响。图 4-16 显示了基底温度和薄膜结晶度的关系。和氩离子作用比较，基底温度对 MgO 薄膜的结晶取向的影响不一样，在 200ev 能量的氧离子轰击下，不同基底温度都能生成具有(111)结晶面择优取向的薄膜，只是高基底温度生成的薄膜的结晶度不及低温生长的薄膜。

如果将不同种类的气体按一定比例混合通入离子源，从离子源引出混合离子轰击正在生长的薄膜，那么生成的薄膜结构又如何呢？在我们的试验中，混合气体是氩气和氧气，混合气体的总分压为 1×10^{-2} pa。图 4-17 显示了不同分压比的氩和氧的混合气体对薄膜结构的影响。结果显示氧的通量高时产生(111)结晶面择优取向的薄膜，低通量的氧产生(200)结晶面择优取向或者无取向的薄膜。图 4-17 也显示了电子束蒸发制备的 MgO 薄膜结构。从衍射峰的强度来看，同样的通气量下，离子源通氧制备的 MgO 薄膜的结晶度最高；电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的结晶度其

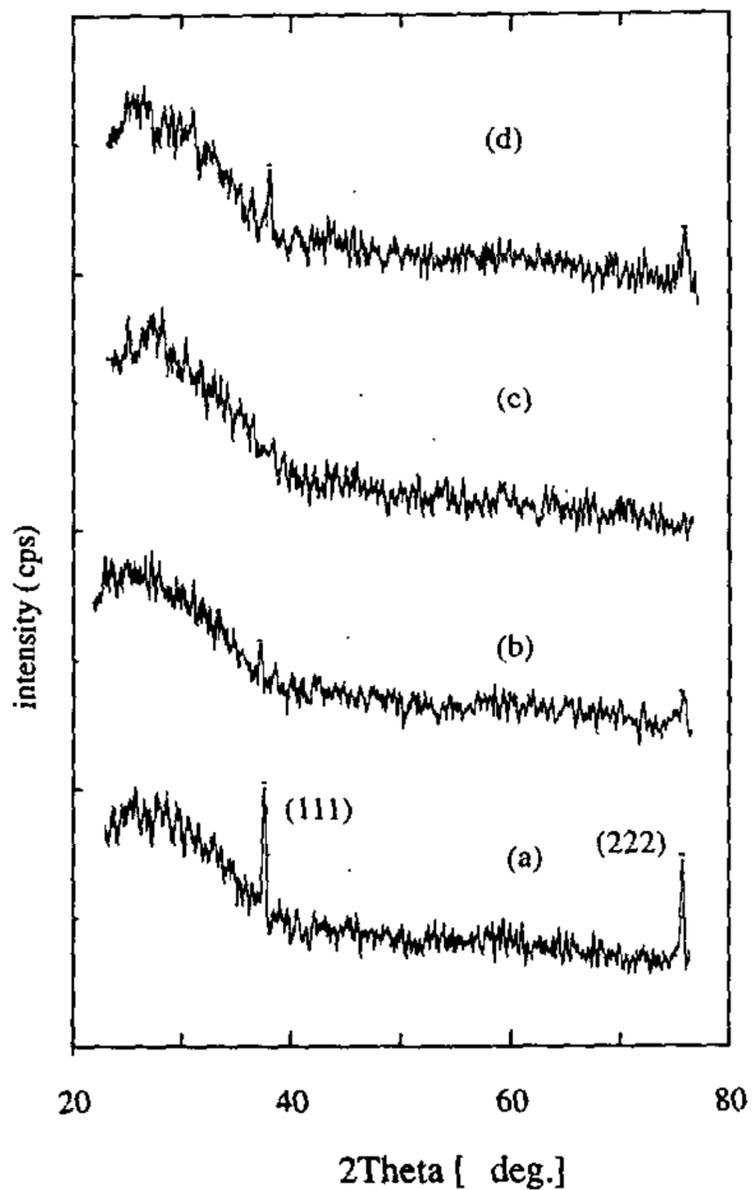


图 4-17 不同分压比的混合气体对 MgO 薄膜结构的影响 a. Ar/O₂=0; b. Ar/O₂=0.5; c. O₂/Ar=0; d. 电子束蒸发制备的 MgO 薄膜结构

次；接下来是离子源通 1:1 的氩氧混合气体制备的 MgO 薄膜的结晶度；离子源通氧制备的 MgO 薄膜的结晶度最差。在试验中还发现等通量的混合气体的放电电流明显小于单一气体的放电电流。

§ 4.4.2 MgO 薄膜的可见光谱

离子束辅助沉积制备的 MgO 薄膜的可见光谱受各种工艺条件的影响。图 4-18 显示了氩离子能量对 MgO 薄膜在可见光区透过率的影响。随着氩

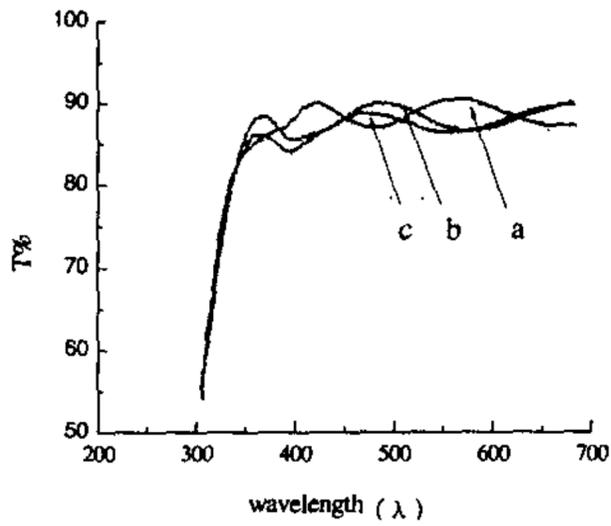


图 4-18 Ar⁺能量对 MgO 薄膜透过率的影响 a. 200eV; b. 400eV; c. 700eV

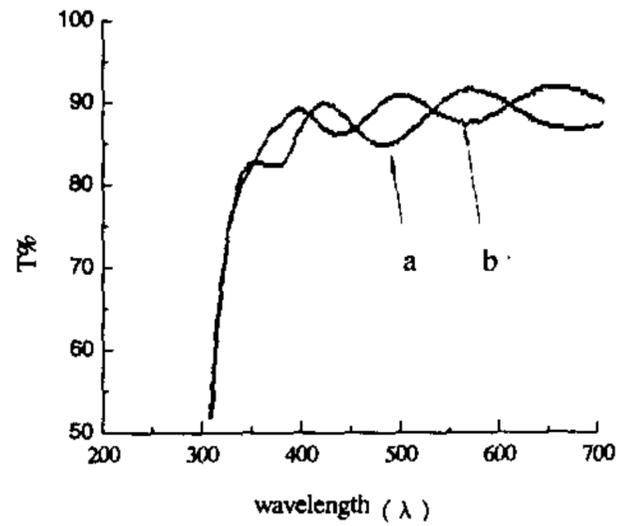


图 4-19 基底温度对 Ar⁺辅助沉积的 MgO 薄膜透过率的影响 (a). 250°C (b). 70°C

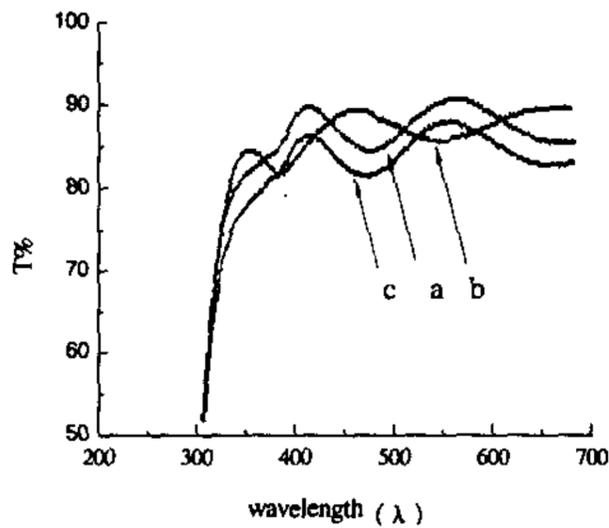


图 4-20 O²⁺能量对 MgO 薄膜透过率的影响 a. 200eV; b. 400eV; c. 800eV

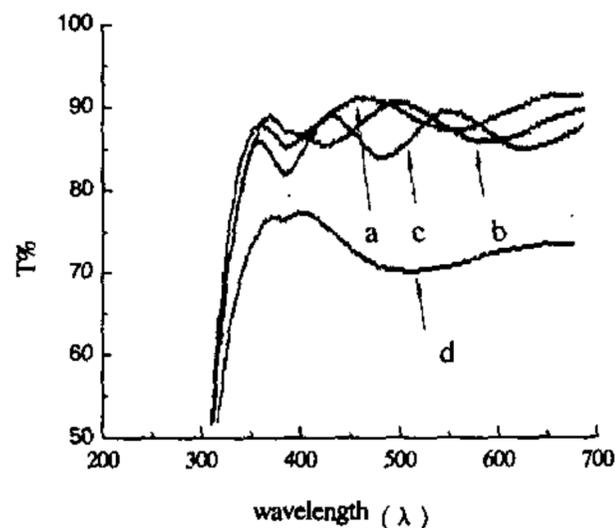


图 4-21 不同离子种类对 MgO 薄膜透过率的影响 a. 电子束蒸发, 无离子辅助; b. 氧离子辅助; c. 氧离子和氩离子同时辅助; d. 氩离子辅助

离子的能量升高, MgO 薄膜的透过率降低。低能量离子辅助制备的薄膜的透过率接近 90%, 而高能离子辅助生成的 MgO 薄膜的透过率为 85%左右。

图 4-19 显示了氩离子辅助沉积下不同基底温度对 MgO 薄膜透过率的影响。似乎高低温制备的 MgO 薄膜的透过率基本一致, 接近 90%。

图 4-20 显示了氧离子能量对 MgO 薄膜的透过率的影响。从图中可以看出高能氧离子生成的薄膜的透过率明显低于低能氧离子生成的薄膜的透过率。低能氧离子生成的薄膜的平均透过率接近 90%, 而高能氧离子生成的薄膜的平均透过率在 85%以下。但如果增加高能氧离子的流量的话, 生成的薄膜的平均透过率有所升高, 但还是达不到接近 90%的水平。

图 4-21 显示了单种气体和混合气体产生的离子对 MgO 薄膜的透射率的影响, 为了比较, 图 4-21 中也显示了通氧情况下电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的透射光谱。离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的透过率都低于电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的透过率, 在离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜中, 氧离子辅助生成的薄膜的透过率最高, 其次是混合离子辅助生成的薄膜的透过率, 透过率最差的是不通氧气, 而又氩离子辅助生成的 MgO 薄膜, 其值仅为 70%左右。

§ 4.4.3 MgO 薄膜的红外光谱

红外光谱的分析对 MgO 薄膜的吸水情况有一定性的了解, 离子束辅助制备的 MgO 薄膜的红外光谱分析如下:

图 4-22 显示了离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的红外光谱和氩离子能量的关系。低能氩离子生成的 MgO 薄膜的红外光谱在 3500cm^{-1} 的两侧 3600cm^{-1} 和 3400cm^{-1} 附近有两个吸收峰, 3600cm^{-1} 的吸收峰表示 $\text{Mg}(\text{OH})_2$, 3400cm^{-1} 的吸收峰表示 H_2O , 除此之外, 在 2900cm^{-1} 附近也有一个吸收峰, 这是 CH_2^- 的吸收峰位; 中等能量氩离子生成的薄膜的红外光谱仅在 3600cm^{-1} 附近有一吸收峰位, 吸收峰的强度明显低于低能量生长的薄膜; 而高能量生长的薄膜的红外光谱在 $4000\text{--}2000\text{cm}^{-1}$ 波段没有任何吸收峰位, 这说明高能氩离子生长的薄膜非常致密, 空隙少; 吸收水分和有机化合物的可能性明显低于低能氩离子辅助生长的 MgO 薄膜。

图 4-23 显示了氩离子辅助沉积过程中, 基底温度对 MgO 薄膜的红外光谱的影响。低温生长的 MgO 薄膜的水分吸收峰和 CH_2^- 吸收峰成在, 而高温生长的 MgO 薄膜中各吸收峰位表现不明显。这说明高温制备的 MgO 薄膜致密度高于低温制备的 MgO 薄膜。

图 4-24 显示了氧离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的红外光谱和离子能量的关系。和氩离子辅助蒸发制备的薄膜一样, 低能氧离子辅助产生的薄膜红外光

谱有强烈的水汽吸收峰和 CH_2^- 的吸收峰。而高能离子辅助制备的薄膜的红外光谱仅有很弱的吸收峰。这说明离子束辅助沉积过程中提高氧离子能量有助于提高薄膜的致密度，改善薄膜的稳定性。

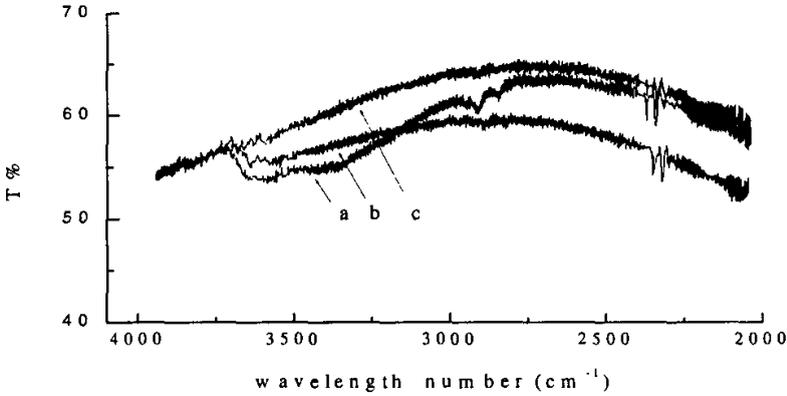


图 4-22 离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的红外光谱和氩离子能量的关系 a.200eV; b.400eV; c.700eV

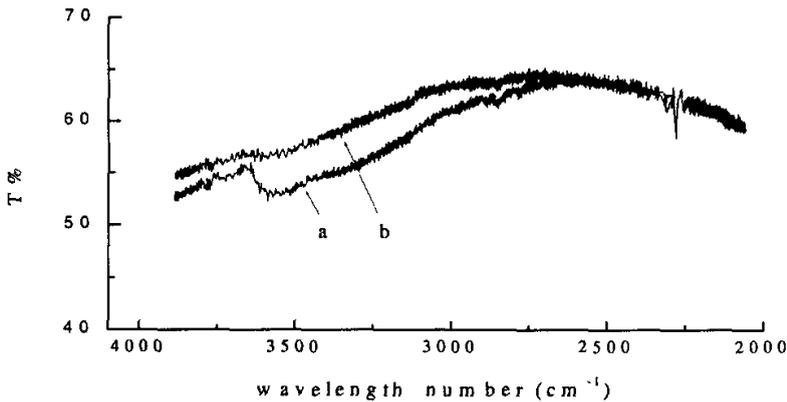


图 4-23 基底温度对离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的红外光谱的影响 (a) 150°C (b) 250°C

图 4-25 显示了不同种类的离子辅助沉积制备的 MgO 薄膜的红外光谱的比较，图中也显示了电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的典型红外光谱。氩和氧混合离子束制备的 MgO 薄膜的红外光谱在 3400cm^{-1} 和 3600cm^{-1} 附近有两个水吸收峰，

和氧离子束制备的薄膜的红外光谱有点类似；但在 2900 cm^{-1} 没有吸收峰，这一点类似于无氧、氩离子辅助制备的 MgO 薄膜，从图 4-25 可以知道离子束辅助蒸发制备的薄膜的红外光谱不同于电子束蒸发制备的薄膜的红外光谱，电子束蒸发制备的薄膜的红外光谱的水汽吸收峰位仅在 3400 cm^{-1} 处出现，而且 2900 cm^{-1} 处吸收峰的强度明显高于离子束辅助蒸发制备的薄膜。

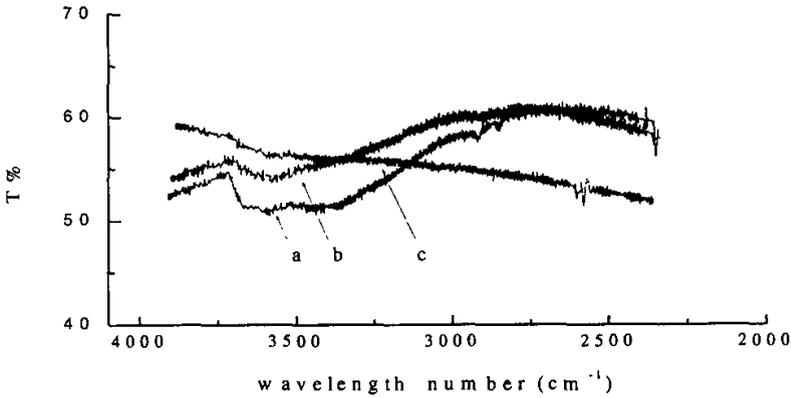


图 4-24 离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的红外光谱和氧离子能量的关系 a.200eV; b.500eV; c.800eV

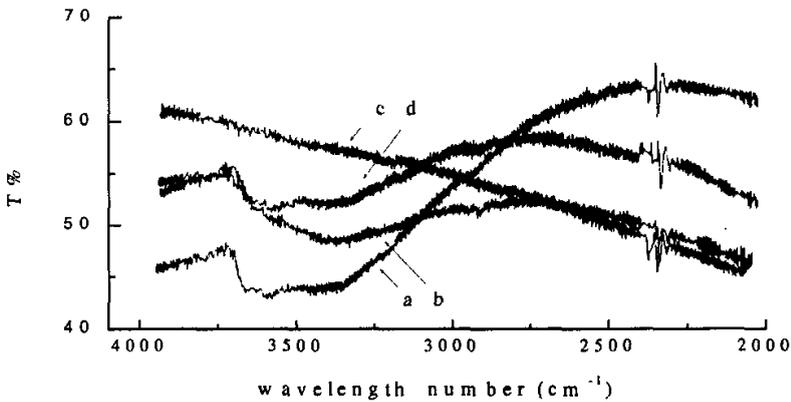


图 4-25 不同种类离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的红外光谱 a.氩和氧混合离子辅助; b.电子束蒸发,无离子束辅助; c. 无氧、氩离子辅助; d.氧离子辅助

各工艺条件对红外光谱中 Mg-O 吸收峰也有影响，主要表现在峰的强度和半高宽度，其次是吸收峰的位置。

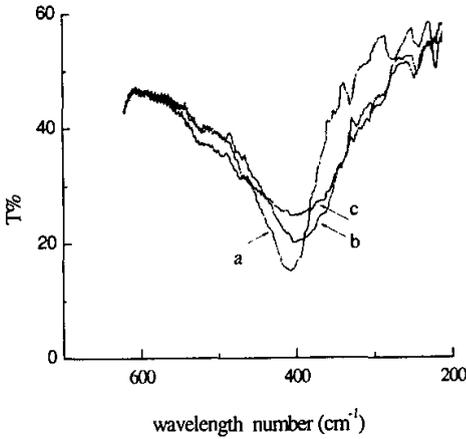


图 4-26 离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的红外光谱和氩离子能量的关系 a.200eV; b.400eV; c.700eV

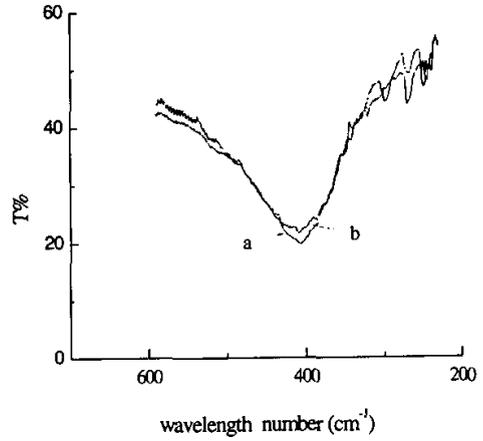


图 4-27 离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的红外光谱和基底温度的关系 (a) 150°C (b). 250°C

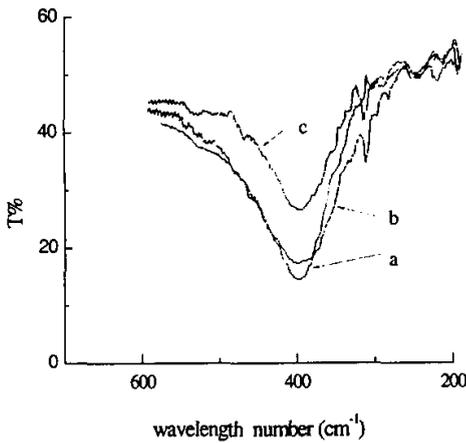


图 4-28 离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的红外光谱和氧离子能量的关系 a.200eV; b.500eV; c.800eV

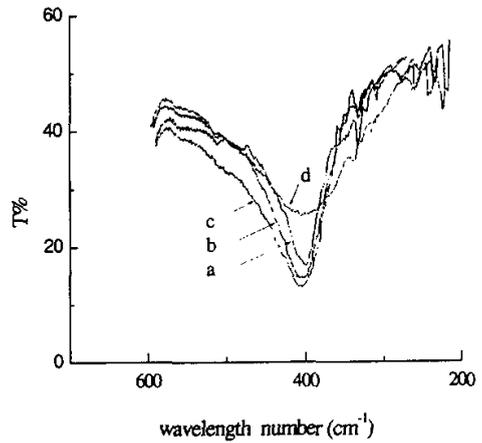


图 4-29 不同种类离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的红外光谱 a.电子束蒸发,无离子束辅助; b.氧离子辅助; c.氩和氧混合离子辅助; d.氩离子辅助

图 4-26 显示了氩离子能量对 Mg-O 吸收峰的影响。氩离子能量升高, 吸收峰强度减弱, 峰半高宽增大, 而且峰的位置向短波方向移动。图 4-26 说明氩离子能量对 Mg-O 吸收峰的影响很大。

图 4-27 显示了氩离子辅助蒸发制备 MgO 薄膜的过程中, 基底温度对 Mg-O 吸收峰的影响。基底温度升高, 除了吸收峰强度略有减弱外, 峰半高宽, 峰的位置基本没有变化。

图 4-28 显示了氧离子能量和流量对 Mg-O 吸收峰的影响。和氩离子辅助沉积一样, 氧离子能量升高, 吸收峰强度减弱, 峰半高宽增大, 而且峰的位置向短波方向移动。如果增加高能氧离子的流量的话, Mg-O 吸收峰不仅峰强度进一步减弱而且半高宽也减小。这说明氧离子能量和流量对 Mg-O 吸收峰都有影响。

图 4-29 显示了不同种类离子束对 Mg-O 吸收峰的影响。作为比较, 图中显示了电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的红外光谱。混合离子束辅助制备的薄膜的 Mg-O 吸收峰的强度最高, 但其峰值半高宽低于电子束蒸发和氧离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜而高于氩离子辅助蒸发制备的薄膜, 吸收峰的位置相对于电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的吸收峰向短波方向移动。

§ 4.4.4 MgO 薄膜的表面形貌

为了更清晰地观测和讨论离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的表面形貌, 以下我们采用原子力显微镜观测薄膜的表面形貌, 基片在镀膜前利用高能氩离子束清洗。

图 4-30 显示了不同薄膜厚度的表面形貌。随着薄膜厚度的增加, 生长表面的粒子团体积变大, 薄膜似乎更致密。

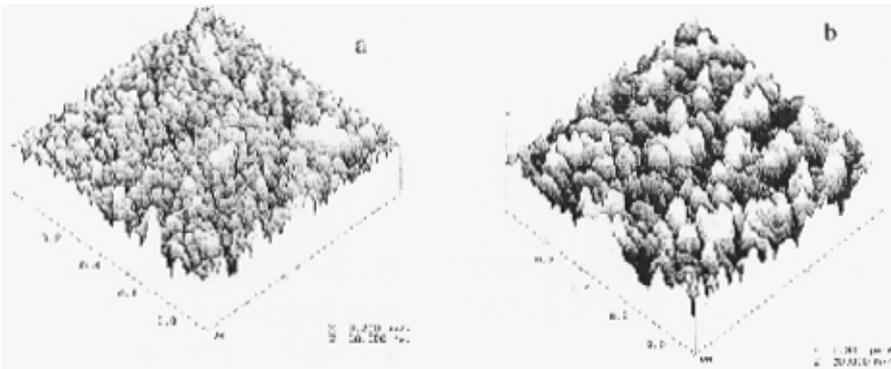


图 4-30 不同厚度的薄膜的表面形貌 a. 200nm b.500nm

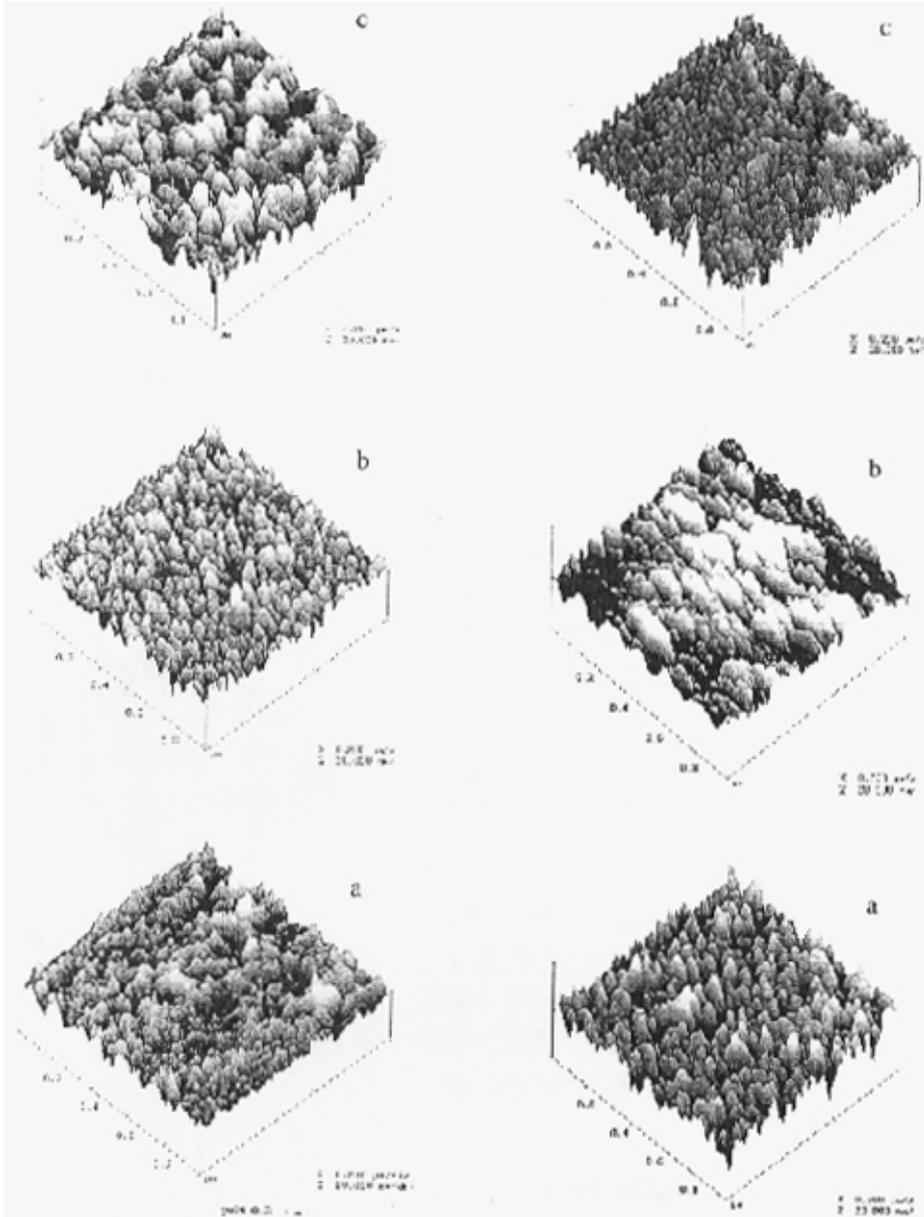


图 4-31 MgO 薄膜的表面形貌和氩离子能量的关系 a.200eV; b.400eV; c.700eV

图 4-32 MgO 薄膜的表面形貌和氧离子能量及流量的关系 a.200eV, 氧流量中; b.600eV, 氧流量中; c.800eV, 氧流量高

图 4-31 显示了氩离子能量和薄膜的表面形貌的关系, 氩离子能量分为低, 中, 高三种能量等级。不同能量的氩离子辅助制备的薄膜表面形貌不一样。尽管表面生长的薄膜都呈锥形状, 但锥形状粒子团的大小和密度差别很大。低能生长的薄膜表面锥形状粒子团致密, 细小, 高能离子束生长的薄膜表面锥形粒子团大, 薄膜显得致密, 能够体现离子束辅助的作用; 中等能量生成的薄膜表面离子团的大小和薄膜的致密性居中。

我们也考察了基底温度对氩离子辅助蒸发制备的薄膜表面形貌的影响, 高能氩离子, 中等温度生成的薄膜表面形貌类似于中等能量氩离子, 高温生成的薄膜的表面形貌。这说明氩离子能量和基底温度对氩离子辅助蒸发制备的薄膜的表面形貌的影响一致, 氩离子能量或者基底温度升高, 薄膜生长表面的粒子团的尺寸增大, 反之亦然。

图 4-32 显示了氧离子能量及流量和薄膜的表面形貌的关系。氧离子能量和流量都分为高低两种等级考虑。低能氧离子制备的薄膜表面性貌有点类似于中等能量氩离子辅助生成的薄膜表面形貌, 但高能氧离子辅助生成的薄膜表面形貌和高能氩离子辅助生成的薄膜表面形貌有点不一样, 粒子团的形状不是锥形状, 而是长方形状, 并且长方形的排列方向一致。如果提高高能量氧离子流的流量, 氧离子束辅助生成的薄膜表面粒子团又向锥形状发展, 而且锥形状粒子团的尺度变小。

图 4-33 显示了混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的表面形貌。表面粒子团的大小和密度类似于高能氩离子辅助蒸发制备的薄膜的表面形貌, 但粒子团的分布均匀, 而且表面似乎溅射现象更为严重。粒子团的尺寸明显大于单种离子辅助生长的 MgO 薄膜的粒子团, 薄膜的致密性也似乎要好于单种离子辅助生成的 MgO 薄膜。

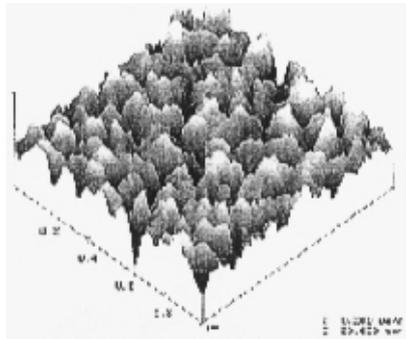


图 4-33 混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的表面形貌

§ 4.4.5 MgO 薄膜的 XPS

利用光电子能谱 (XPS) 分析了离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的成分及各成分的化学状态。图 4-34 显示了离子束辅助沉积制备的 MgO 薄膜的典型 XPS 结果。和电子束蒸发制备的 MgO 薄膜一样, 离子束辅助沉积制备的 MgO 薄膜

的 XPS 图中 $O1s$ 的窄谱也可拟合成中心分别在 529.5eV 和 531.0eV 左右的两条高斯曲线。高键能 (532.5eV) 位置的出现说明了离子束辅助沉积制备的 MgO 薄膜中也含有大量的杂质, 其中主要是水和其它含氧的化合物。和电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的 XPS 比较, 离子束辅助沉积制备的 MgO 薄膜 XPS 中低键能 (529.5eV) 位置的高斯曲线积分面积大得多, 这说明离子束辅助沉积制备的 MgO 薄膜比电子束蒸发制备的 MgO 薄膜致密, 不易吸水。

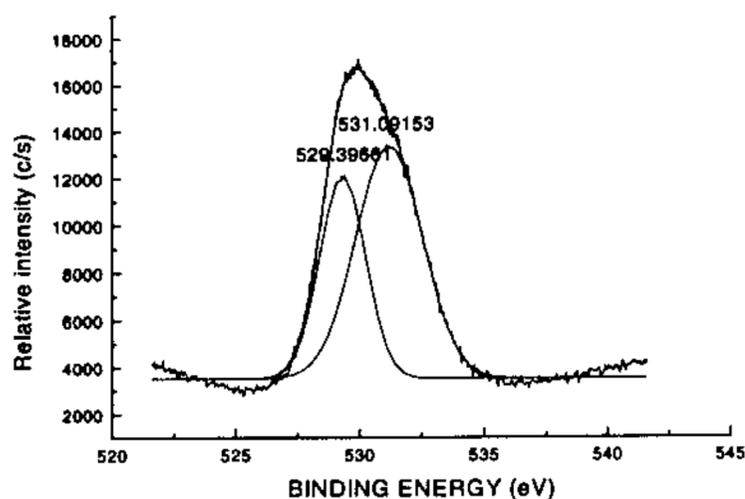


图 4-34 离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的 XPS 图

§ 4.5 结果和讨论

通过大量的试验及理论分析, 我们研究了离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的特性及工艺条件对薄膜特性的影响。

正如 § 4.1 所述, 具有一定能量的粒子碰撞固体表面可以产生许多效果, 大多数离子轰击作用产生的效果对于薄膜生长是有益的, 对于由于轰击作用产生的不利因素可以通过控制离子束的种类和离子能量来避免, 因此, 离子轰击是一种最重要的薄膜生长手段。

离子对固体表面的轰击作用不同于电子和光子对固体表面的轰击, 因为轰击离子的质量和被轰击的固体中的原子的质量处于同一数量级, 考虑质量为 M_i , 能量为 E_i 的粒子和一个静止的质量为 M_t 靶材原子发生弹性碰撞, 转移给靶材原子的能量记为 T_m , 其表达式 (4-1 式) 为

$$T_m = \frac{4M_i M_t}{(M_i + M_t)^2} E_i = \gamma_m E_i \quad 4-1$$

这种有效的粒子能量转移是离子轰击沉积薄膜的关键之所在。如果转移给靶材中原子的能量能使原子产生移动, 那么, 离子轰击就能对薄膜的结构特性产生影响, 假设 $M_i \approx M_t$ 的话, 那么几电子伏特的 E_i 就足以使表面原子从表面上的一个点移动到另外一个点上; 几十电子伏特的 E_i 就足以使表面原子离位进入

固体内部或使近表面层的原子移位进入气相中，后者被称为溅射。薄膜生长期间，当沉积的薄膜材料来自于低能热源时，利用惰性气体如氩气辅助轰击生长可以有效改变薄膜结构。

归纳 § 4.1 的论述，轰击离子束的能量从几电子伏特到几千电子伏特的变化可以对薄膜产生四种不同的效果：表面效应，离子注入，内部原子离位和溅射。表面效应包括入射离子的反射，薄膜表面粒子的化学活化及位移。不同能

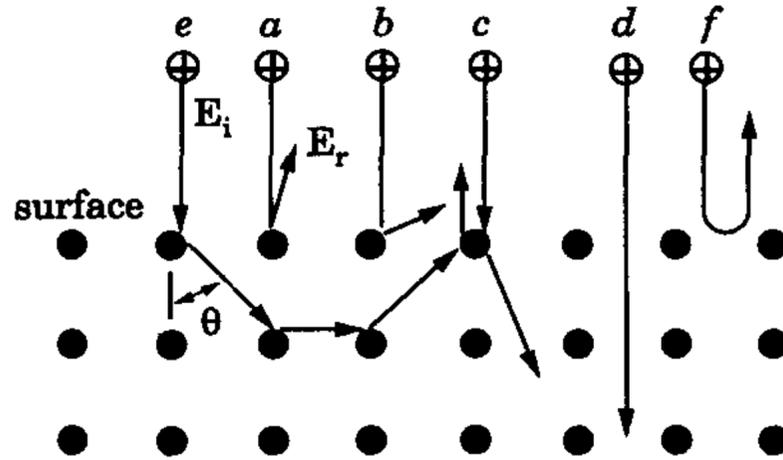


图 4-35 轰击离子的运动轨迹 a. 正碰撞反射；b. 斜碰撞反射；c. 斜碰撞注入；d. 沿沟道注入；e. 连续斜碰撞反射；f. 多个表面原子反作用力反射

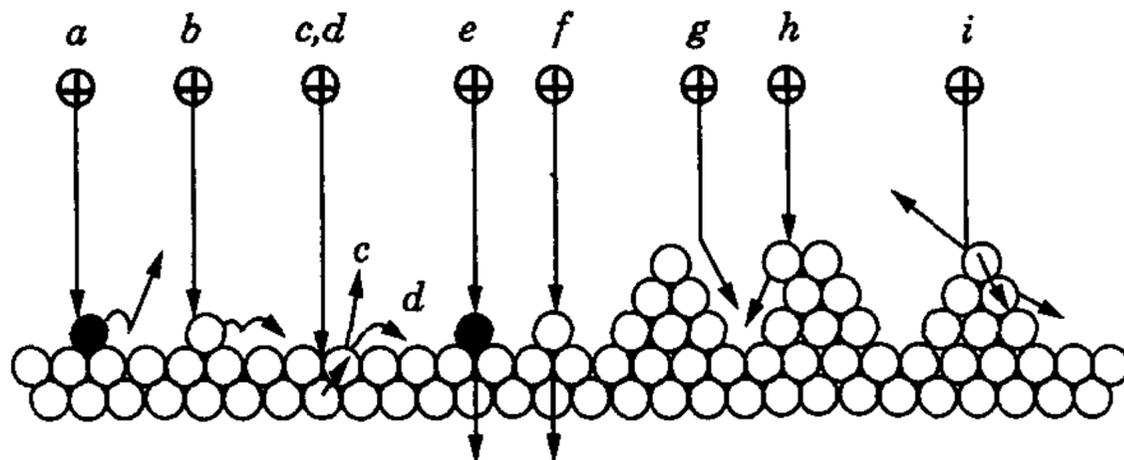


图 4-36 离子轰击对薄膜表面的影响 a. 杂质的溅射或化学活化；b. 沉积分子两侧移位；c. 溅射产生空穴；d. 沉积分子表面移动产生空穴；e. 杂质直接碰撞注入；f. 沉积分子直接碰撞注入；g. 表面原子迁移填充沟道；h. 向前溅射填充沟道；i. 3D 核的破坏

量的离子轰击对薄膜表面产生的效果侧重点不一样。通常，能量在几电子伏特到几十电子伏特间的离子轰击主要产生表面效应，能量为几百电子伏特的离子轰击主要产生溅射作用，能量为几千电子伏特的离子轰击主要产生离子注入或

内部原子离位。图 4-35 显示了轰击离子的运动轨迹，图 4-36 显示了离子轰击对薄膜表面的影响。轰击离子的特性(如能量、质量、体积及化学活性等)和被轰击的薄膜表面的特性都影响了离子的轰击效果，比如质量轻、体积小的 H^+ 的轰击易产生离子注入的效果； Ar^+ 的轰击由于其体积大而不易产生离子注入的效果。

在我们的试验中，离子的能量在 1keV 以下。由于离子能量和种类的不同，离子轰击对 MgO 薄膜的结构产生不同的影响。

由于氩离子的能量传递，沉积分子的能量增加，生成稳定性最强的(200) 结晶面的可能性增强，使得在没有氧的环境中氩离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜主要是(200) 结晶面择优取向生长。同时，由于离子的溅射作用，离子轰击又阻止了 MgO 晶粒的生长或使得晶粒细化，使得薄膜晶粒尺寸小。离子能量的增加或基底温度的升高都使得表面沉积分子具有更大的能量，离子轰击产生的缺陷更多，表面结晶将被破坏，变为非晶态；另外，沉积速率的增加使得 MgO 薄膜的致密性变差，薄膜易被溅射，晶态薄膜易变为非晶态。因此，只有特定的离子能量、低的基底温度及低的沉积速率才能产生(200) 结晶面择优生长的 MgO 薄膜，反之，极有可能产生非晶态的 MgO 薄膜。

在氧气的参与下，离子束辅助蒸发制备 MgO 薄膜是很容易控制薄膜的结晶取向的。通过改变工艺参数，既可以获得(111) 结晶面又可以获得(200) 结晶面择优取向的 MgO 薄膜。由于氧离子或氧原子注入以及离子轰击引起的次表面层原子的移位，在离子能量不太高的情况下，氧环境中、离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜易获得(111) 结晶面择优取向；提高氧的分压或离化率，有助于改善(111) 结晶面择优取向的 MgO 薄膜的结晶性。不同工艺制备的 MgO 薄膜中，氧离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜由于制备过程中氧的离化率最高而(111) 晶面结晶性最好；其次是氧环境下、氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜；电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的结晶性排第三位；结晶性排第四位的是氩氧混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜；无氧、氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的结晶性最差。提高离子能量或基底温度，降低氧分压都可能降低 MgO 薄膜的(111) 晶面结晶度，提高(200) 晶面择优生长的几率。MgO 薄膜的 XPS 图没有显示氩元素的存在，这说明在离子束辅助蒸发制备的 MgO 中很少有氩离子的注入。

氧离子以图 4-35c 和 35d 显示的方式注入薄膜深层以及吸附在薄膜表面的原子由于受到离子的轰击以图 4-36 的方式向膜层内部扩散使得薄膜柱状结构破坏，孔洞消失，原子之间处于挤压状态，产生压应力。离子能量或基底温度越高，薄膜结构中孔洞越少，原子排列越紧密，密度越大。不通氧、氩离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的密度随着离子能量的增加变化在 $3.6g/cm^3$ 和

3.7g/cm³ 之间。折射率和密度存在 4-2 式的关系^[162]：

$$n = (1 - p)n_v + pn_s \quad 4-2$$

n : 薄膜折射率 n_v : 空隙中介质折射率
 n_s : 块料折射率 p : 薄膜的填充密度

薄膜折射率随着密度的增加而增加。试验结果显示不通氧、氩离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的折射率随着离子能量的增加变化在 1.63 至 1.72 间。离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的折射率和密度接近或超过块料 MgO 的折射率和密度。

离子束辅助沉积制备的 MgO 薄膜的可见光透射率为 90%左右，和电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的可见光透射率一致，但工艺不适当，如氩离子能量太高，MgO 薄膜脱落，会引起 MgO 薄膜的透射率急剧下降。增加离子能量或减少通氧量产生致密的 MgO 薄膜，致密薄膜的红外光谱在 3600cm⁻¹ 和 3400cm⁻¹ 处的吸收峰强度减弱，说明吸水量少；另外，400cm⁻¹ 处的吸收峰向短波方向移动，同时峰强度减弱，半高宽增大，说明 MgO 薄膜的内应力增大。XPS 显示离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜中的水分比电子束蒸发制备的 MgO 薄膜中的水分少。

MgO 薄膜的表面形貌也反映了离子轰击的效果。离子能量增加，传递给沉积分子的能量增加，沉积分子在表面的位移增大，形成了更大的粒子团，薄膜也显得致密；由于离子的化学活性不一样，离子能量相同但离子种类不同也产生不同的 MgO 薄膜的表面形貌。尽管离子束能量相同，但混合离子束中的氩离子到达膜面时传递给薄膜表面沉积分子的能量要大于氧环境中，单种离子束传递给薄膜表面沉积分子的能量，使得相对于单种离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜，混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的表面似乎被溅射得更厉害一些。

在沉积开始时，离子轰击促使薄膜和基底材料之间产生物理混合、扩散增强、成核模式改善、结合疏松的原子优先除去以及表面覆盖状况改善等效果，在 MgO 薄膜和基底材料之间形成明显的过渡层，断面形貌显示离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜和玻璃基底间的结合力要强于电子束蒸发蒸发制备的 MgO 薄膜和玻璃基底间的结合力。

本来可以利用 XPS 中各元素窄谱的积分面积来计算 Mg/O 比值，但由于薄膜中的杂质无法排除及其它原因，计算得到的 Mg/O 比值不可信。由于测量方法的不同，有人认为电子束蒸发制备的 MgO 薄膜，不管在蒸发的过程中通不通氧气，薄膜中的 Mg/O 都小于 1，即薄膜中含氧丰富^[122]；也有人认为不通氧气制备的 MgO 薄膜中的 Mg/O 大于 1，即薄膜中缺氧^[142]。有人认为 RBS 可用于 Mg/O

比值的精确测量^[43]，但该仪器少而且测试费用高，我们无法得到各种工艺制备的 MgO 薄膜中 Mg/O 的比值。尽管如此，我们还是可以定性说明 Mg/O 的比值。离子束辅助沉积制备的 MgO 薄膜中 Mg/O 的比值可能受工艺参数的影响很大。无氧和有氧情况下制备的 MgO 薄膜中 Mg/O 的比值可能不一样，有氧制备的 MgO 薄膜中氧含量可能大于无氧制备的 MgO 薄膜；氧环境中，氩离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜中 Mg/O 的比值可能大于通氧情况下，电子束蒸发制备的 MgO 薄膜中 Mg/O 的比值，因为前者的氧气离化率高，易存在于 MgO 薄膜的结构中；氧离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜中 Mg/O 的比值可能又大于氧环境中，氩离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜中 Mg/O 的比值，因为前者的氧气离化率更高，更易存在于 MgO 薄膜的结构中。联想到 MgO 薄膜的结晶取向和制备方法及各制备方法的工艺参数的关系可以发现 MgO 薄膜中 Mg/O 的比值或氧含量的多少可能与 MgO 薄膜的择优取向有关，薄膜中氧含量越高，越易获得(111)结晶面择优取向的 MgO 薄膜，反之，(200)结晶面择优取向的 MgO 薄膜越易获得，不过结晶性的好坏不能仅靠氧含量的多或少来判断。

从 MgO 薄膜的形貌，密度，折射率，XPS 等反映出的薄膜致密性可以说明离子束辅助蒸发制备 MgO 薄膜的过程中肯定存在内部原子离位，当然也存在表面效应和溅射，只不过工艺条件不同，各种效果的程度不一样，比如采用氩离子辅助蒸发，薄膜被溅射的可能性增加；采用氧离子辅助沉积，因为氧离子的质量轻和活性强，表面效应可能性会大一些，增加氧离子能量，除了表面效应外，氧离子注入和内部原子离位都可能产生；采用氩氧混合离子辅助蒸发可以结合氩离子和氧离子辅助蒸发制备 MgO 薄膜的特点。总之，在不同工艺条件下，可能会制备出性能不同的 MgO 薄膜。从 MgO 薄膜的各种特性来看，离子束辅助蒸发制备 MgO 薄膜不仅能获得不同结晶取向的 MgO 薄膜而且能有效地改善 MgO 薄膜的致密性。

第五章 MgO 薄膜对 PDP 放电特性的影响

作为 AC-PDP 的介质保护膜, MgO 薄膜主要有两方面作用: 一是延长 AC-PDP 的工作寿命, 二是降低 AC-PDP 的工作电压。MgO 薄膜对 AC-PDP 放电特性的影响主要是由其在被放电产生的离子、亚稳、激发态粒子及光子轰击时产生的表面特性变化, 尤其是二次电子发射系数的变化而引起的。为了说明 MgO 薄膜对 AC-PDP 放电特性的影响, 有必要首先介绍一下 PDP 中气体放电的机理和过程以及粒子轰击下 MgO 薄膜的电子发射机理。

§ 5.1 PDP 中气体放电的机理和过程

我们知道, 着火电压和熄火电压(或维持电压)是 PDP 放电特性中两个最重要的参数。气体的着火和维持放电过程在微观上实际就是电子的繁流过程。该过程发展的难易程度决定了着火电压和维持电压的高低。这与气体着火和维持放电时空间中带电粒子的产生率和消失率(单位时间单位体积内带电粒子的增加数和减少数)有关, 就阴极材料而言, 主要和阴极材料的二次电子发射系数有关。从汤生放电理论出发, 可以清楚地认识 MgO 膜的表面特性对 PDP 放电特性的影响。

为了描述气体导电中的现象, 汤生提出了三种电离过程, 并引出了三个对应的电离系数。

(1) 汤生第一电离系数- α 系数。在均匀电场空间, 电子在向阳极运动的过程中, 具有较高能量的电子与气体原子碰撞并使之电离。每个电子在沿电场反方向运动单位距离的过程中, 与气体原子发生碰撞电离的次数就是 α 电离系数。这种电离过程称为 α 过程。

(2) 汤生第二电离系数- β 系数。同样每个正离子在向阴极运动的过程中, 也与气体原子不断发生碰撞电离, β 系数就是一个正离子沿电场方向运动单位距离所发生的碰撞电离次数。这种电离过程称为 β 过程。

(3) 汤生第三电离系数- γ 系数。放电空间的正离子携带一定能量打上阴极, 使阴极产生二次电子发射。每个正离子打上阴极表面时, 引起阴极二次电子发射数就是 γ 系数。这种电离过程称为 γ 过程。

由于从阴极发出的一个电子在向阳极运动的过程中, 不断发生碰撞电离, 其新产生的电子数将迅速增加, 这种现象称为电子雪崩或电子繁流, 下面计算电子雪崩的表达式。

在放电空间取以极小的 dx 薄层, 横截面为单位面积, 若有一电子从阴极

方向进入 dx 层, 由于 α 过程在 dx 层内将新产生 αdx 个电子。若有 n 个电子进入 dx 层, 同样由于 α 过程将在 dx 层内新产生 dn 个电子, 显然

$$dn = n \alpha dx \quad 5-1$$

考虑放电空间 α 为常数, 取 $x=0$ 时, $n=n_0$ 为边界条件, 对 5-1 式积分可得

$$n_x = n_0 e^{\alpha x} \quad 5-2$$

该式表明单位时间内从阴极表面单位面积发射出的 n_0 个电子, 由于 α 过程, 电子浓度在空间随 x 距离按指数规律增长。因此, 单位时间到达阳极单位面积电子数为

$$n_\alpha = n_0 e^{\alpha d} \quad 5-3$$

因此在放电空间新产生的电子数为

$$n_\alpha - n_0 = n_0 (e^{\alpha d} - 1) \quad 5-4$$

α 过程是电子碰撞气体原子或分子的电离过程, 所以产生一个新电子的同时并产生一个新的离子。5-4 式表明的电子数也是放电空间新产生的离子数。这些粒子在电场作用下向阴极漂移, 在运动过程中也可能发生电离碰撞, 但因离子碰撞气体原子的电离几率很小, 可近似认为 $\beta=0$, 即可不考虑 β 作用。这样空间新产生的离子数也就是打上阴极的离子数。根据 γ 系数的定义, 这些正离子打上阴极引起的二次电子数为

$$u = \gamma n_0 (e^{\alpha d} - 1) \quad 5-5$$

由于二次电子的发射, 阴极的电子发射增强。同理, 阴极发射的电子在空间又雪崩增长, 新产生的离子又返回阴极产生二次电子发射, 如此不断的雪崩增长, 阴极的二次电子发射也不断增强, 使气体导电率不断增加。最终到达阳极的电子数为

$$n_\alpha = n_0 e^{\alpha d} (1 + u + u^2 + u^3 + \dots) \quad 5-6$$

当 u 小于 1 时

$$n_\alpha = \frac{n_0 e^{\alpha d}}{1 - u} = \frac{n_0 e^{\alpha d}}{1 - \gamma (e^{\alpha d} - 1)} \quad 5-7$$

相应的阳极电流密度为

$$j_{\alpha} = \frac{j_0 e^{\alpha d}}{1 - \gamma (e^{\alpha d} - 1)} \quad 5-8$$

当 5-8 式中分母趋于零时, j_0 将趋于无穷大, 这时放电转变为自持放电, 由此得到自持放电的条件是

$$\gamma (e^{\alpha d} - 1) = 1 \quad 5-9$$

汤生第一电离系数 α 可以表示为

$$\alpha = A \exp\left(-\frac{Bpd}{V_f}\right) \quad 5-10$$

用 5-9 式和 5-10 式, 可得击穿电压的表达式

$$V_f = \frac{B(pd)}{\ln(pd) - \ln\left\{\frac{1}{A} \left[\ln\left(1 + \frac{1}{\gamma}\right)\right]\right\}} \quad 5-11$$

A, B 为常数。从 5-11 式可知击穿电压或 PDP 中的着火电压随二次电子发射的增加而降低。随着着火电压降低, 熄火电压也可能相应降低。

着火电压变化的机理亦可表示为 Abolelfotoh 与 Lorenzen 提出的着火电压与有效二次电子发射系数 (γ) 之间的关系^[134]:

$$V_f = V_e + \frac{1}{\alpha} \ln\left(1 + \frac{1}{\gamma}\right) \quad 5-12$$

α 为 Townsend 原理中第一电离系数, V_e 为与给定的 E/P_0 及气体组成相对应的电压降。

PDP 是一种容性器件, 需要外加交流脉冲驱动信号, 通过介质电容耦合至气体两端使其放电而发光, 图 5-1 显示了表面放电型 AC-PDP 单元未放电时的等效电路图。图中 C_g 表示气体空间电容, C_d 表示显示电极上介质层电容, C_i 表示电极间基板玻璃和介质电容的总和。当任意一对电极间的维持电压低于气体放电的着火电压时, 该像素不发光; 当加上一个电压幅值高于着火电压的写脉冲后, 该像素单元处的气体在强电场作用下被击穿而放电发光, 放电产生的正离子和电子又在电场作用下分别向阴极和阳极迁移, 并积累于介质壁上形成壁电荷。这种壁电荷在等效回路产生一个壁电压, 其极性与外加电压脉冲的极性相反。此时两者叠加后, 像素中气体两端的净电压即会低于着火电压, 使

放电发光停止。但当下一个脉冲反向时，前次放电产生的壁电压和此时的脉冲电压极性相同而叠加，使气体两端电压又超过着火电压，导致气体再次放电而发光。同时又产生一个反向的壁电压而使该次放电停止。这种脉冲式发光随外加电压的极性变化重复。这就是 AC-PDP 固有的记忆功能。由等效电路可知，当外加电压为 V_a 时，由于介质层电容的分压，使得加在气体空间的电压(用 V_g 表示)为

$$V_g = \frac{1}{2C_g/C_d + 1} V_a \quad 5-13$$

当气体着火后，维持电压，壁电荷之间的关系可表示为

$$V_g = \left(\frac{1}{2C_g/C_d + 1} \right) V_s + V_w \quad 5-14$$

5-14 式中 V_s 表示维持电压， V_w 表示壁电荷形成的壁电压。

从 5-14 式可知：为了降低维持电压(或熄火电压)，壁电荷越大越好。介质保护薄膜表面收集壁电荷的能力也是影响 PDP 的维持电压和记忆余度的重要因素之一。

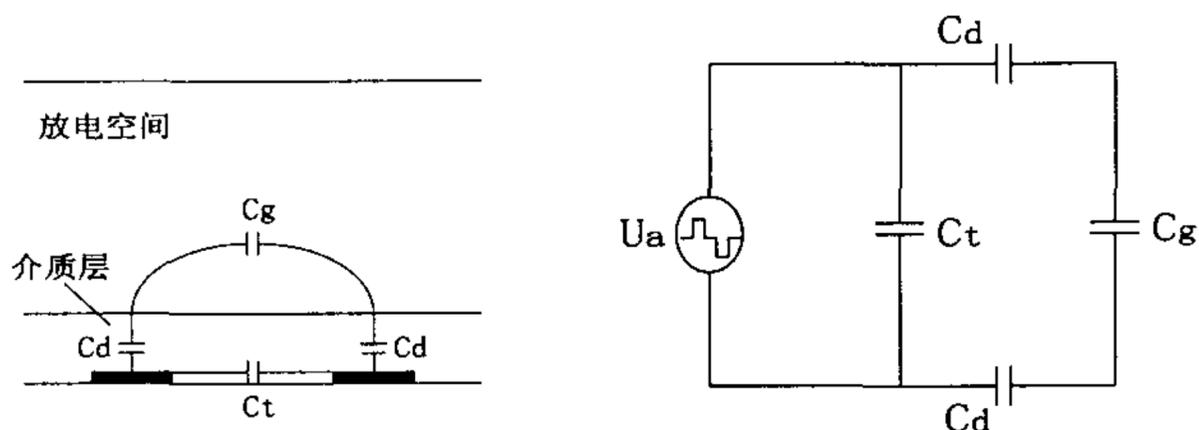


图 5-1 典型表面放电型 AC-PDP 未放电时单元的等效电路图

§ 5.2 MgO 薄膜的二次电子发射

二次电子发射系数不仅与入射粒子的状态有关，还与被轰击物体表面的状况有关^[123]，在讨论 MgO 薄膜的二次电子发射前，我们有必要首先介绍一下固体表面二次电子发射的机理。

§ 5.2.1 二次电子发射机理

当具有一定能量或速度的离子轰击金属、半导体、绝缘体等物质时，就会引起电子从这些物体发射出来，这种电子发射现象称为离子激发的二次电子发射。二次电子发射有两种机理^[123, 124]：势能发射和动能发射。在势能发射中，出射电子是入射离子在轰击表面时势能传输的唯一结果。只有当入射离子的势能高于功函数的两倍（金属靶）或电子亲和势与能带间隙的和（ $\chi + E_g$ ）的两倍（半导体靶和绝缘体靶）时电子发射才会发生。而动能发射是动能从轰击离子到靶电子的传输结果，一部分靶电子获得足够的能量从靶内逃逸出来。对给定的粒子-靶系统，存在一个能量阈值，轰击离子能量低于这个阈值时，动能发射不会发生。

我们把由于离子轰击固体而发射出的电子数目与入射离子数目的比值称为离子激发的二次电子发射系数，用 γ 表示： $\gamma = N_e/N_i$ ， N_e 是发射的电子数目， N_i 是同一时间打到固体上的离子数。离子入射固体表面所产生的二次电子发射，可能是动能发射，也可能是势能发射，发射系数分别用 γ_k 与 γ_p 表示，也可能二者都有，总的发射系数仍用 γ 来表示， $\gamma = \gamma_k + \gamma_p$ 。由于两种发射的机理和表现各有不同，现分别叙述。

1. 势能发射

当研究入射离子能量 (E_p) 和 γ 的关系时发现，对某些离子和固体来说， $\gamma(E_p)$ 在 E_p 很小时，不趋于零而是趋于某一给定的值；并且 γ 与 E_p 的关系不十分紧密，这表明二次电子的发射与轰击离子的动能无关。实验证明只要满足条件： $E_i > 2\phi$ ，（其中 E_i 为入射离子的电离能， ϕ 是被轰击固体的逸出功）就能实现势能电子发射。这可以用离子直接俄歇中和来解释。当低能入射离子接近固体表面时，在表面形成离子场，使表面位垒降低并变窄，图 5-2 所示绝缘体表面二次电子发射过程。由于没有自由电子，只能是满带（价带）电子参加势能激发，满带（价带）电子穿隧而出被离子所俘获，使离子被中和。离子被中和时释放的电离能使满带（价带）中的另一个电子得到足够的能量和适当的方向从固体表面发射出来成为二次电子。由图 5-2 可以看出离开固体表面的电子的动能为：

$$E_k = E_i - E' - E'' \quad (5-15)$$

E' 是第一个电子向离子跃迁前的束缚能, E'' 是第二个电子逸出固体表面前具有的束缚能。如果上述两个电子都处于费米能级 E_F 上, 那么 $E' = E'' = \phi$, 则 (5-15 式) 可改写为 $E_k = E_i - 2\phi$, 二次电子动能不应为零, 由上式可以看出势能发射必须满足 $E_i > 2\phi$ 的条件才能产生。由上面的解释可知, 在这种条件下二次电子从固体表面发射的过程是由离子中和的势能实现的, 因此称为势能电子发射。由于惰性气体离子的电离电位是随着原子序数增加而减少的, 因此 γ_p 随放电气体的原子序数增加而减少。

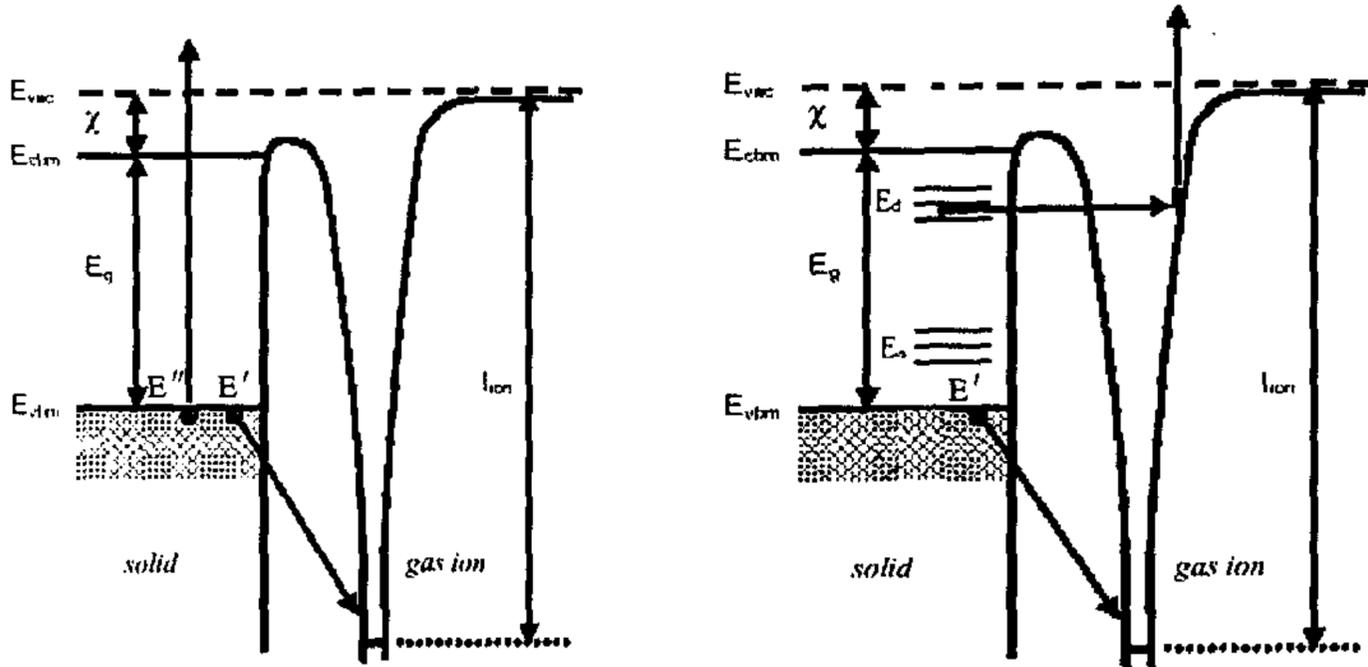


图 5-2 绝缘体的一阶段位能发射过程

图 5-3 绝缘体的二阶段位能发射过程

除上述直接俄歇中和过程外, 还有一种两阶段俄歇中和过程, 如图 5-3 所示。假如入射离子具有一亚稳能级, 其能量相应于金属能带中的 ϵ 或半导体和绝缘体中的缺陷能级 (E_d), 当这一离子接近固体表面时, 固体中能级为 ϵ 或 E_d 的电子就可能穿隧进入离子的亚稳能级, 使离子中和, 这样这一离子就变成了一个处于激发态的原子。这个激发态原子要恢复原来的稳定状态, 不是通过在亚稳能级的电子向基态能级跃迁, 而是固体中的另一个电子直接进入激发原子的基态能级。此时, 释放出的多余能量便会使处于亚稳能级上的电子逸出固体表面, 这个过程称为二阶段俄歇中和, 图 5-3 显示了存在缺陷能级的绝缘体两阶段俄歇中和过程。逸出的电子所具有的动能是 $E_i - E_d - E'$, 其最大动能为 $E_i - E_d - \phi$, 它应大于零, 因此只有满足条件 $E_i > E_d + \phi$ 才能发生二阶段俄歇中和势能发射。绝缘体中含有缺陷能级的话, 如施主杂质能级 (E_d) 或受主杂质能级 (E_s), 两阶段俄歇中和过程成为可能。

在势能发射中, 二次电子产额取决于离子的电离能及材料的表面性质。

2. 动能发射

动能发射过程常发生于入射离子动能较大的情况(一般大于 1KeV)。当入射离子轰击固体表面时,与晶格原子发生非弹性碰撞,使原子受激,产生脱离原子核束缚的受激电子。这种电子在向表面的运动过程中,经历了一系列碰撞最后到达表面,如果其动能仍大于固体表面的逸出功,则可自表面逸出成为二次电子。

对动能发射的研究发现,动能发射存在着能量阈值。在 E_p 较小时主要是势能激发二次电子发射, γ 主要是 γ_p , 且与 E_p 无关。当 E_p 较大时, γ 随 E_p 线性增加。这就意味着,存在一个离子能量阈值,能量低于此阈值时, $\gamma_k=0$, 能量高于此阈值时, γ_k 随 E_p 线性增长, 这个情况可用下式来描述:

$$\gamma_k = \alpha [E_p - (E_p)_{th}] \quad (5-16)$$

其中 α 是一常数, $(E_p)_{th}$ 是离子能量阈值。当入射离子的能量进一步增加时, γ_k 增长变慢, 并且达到最大值后, 随着 E_p 的增加而下降。

§ 5.2.2 MgO 薄膜的二次电子发射机制

AC-PDP 中使用的放电气体为 He+Xe、Ne+Xe、He+Xe+Ne 或 Ne+Xe+Kr (Ar) 等按一定比例混合的惰性气体,在一定电压下,通过潘宁效应产生低压辉光放电,进而产生 He⁺、Ne⁺、Ar⁺ 或 Xe⁺ 等惰性气体离子。正离子向阴极运动,轰击阴极表面。正离子的能量很小,Shin 等人通过数字模拟显示 PDP 中轰击 MgO 薄膜的离子能量大多数不超过 50eV^[125]; 在 20°C、1atm、Ne 气体,单元电压 150V、放电间隙 150 μ m 的条件下,离子在均匀电场中的最大动能大约为 0.13eV,即使在阴极位降区(大约 10 μ m),最大值也只可能为 2eV。因为离子动能平均值低于 2eV,即使考虑动能分布,可考虑的具有高动能的离子也只有很少几个,因而由动能引起的二次电子发射可以忽略。二次电子发射基本上是由于离子的势能引起的,为势能发射^[126-128]。He⁺、Ne⁺、Ar⁺ 和 Xe⁺ 的电离能分别为 24.58eV、21.5eV、15.7eV 和 12.127eV。

通过测量保护膜的光电导和光吸收谱可以确定其禁带宽度和杂质能级的位置,从而得到氧化物保护膜的能带模型。MgO 的禁带宽度 E_g 为 6-7.8eV,电子亲和势为 0.85eV。因为只有当入射离子的电离能满足条件: $E_i \geq 2(x + E_g)$ 时,亦即大约大于 18eV 时才能产生直接俄歇势能发射,因此,在纯净的 MgO 薄膜表面 Ar⁺ 和 Xe⁺ 都不能产生这种势能发射,而 He⁺ 和 Ne⁺ 则可以产生这种发射过程。

虽然 Ar⁺ 和 Xe⁺ 由于其电离能低于产生直接俄歇发射的条件,在纯净氧化

镁表面不能通过直接俄歇过程发射二次电子。但当氧化镁中含有杂质（缺陷，填隙原子、色心等）缺陷能级时， Ar^+ 和 Xe^+ 通过二阶段俄歇中和发射二次电子的可能性增强，许多文献都已报道低能 Ar^+ 或 Xe^+ 的二次电子发射系数都不为零^[129-136]。因此，AC-PDP 中二次电子发射过程主要是一般的俄歇中和过程，另外若保护膜中存在缺陷（杂质能级），则还可能存在部分二阶段势能发射过程。

Ar^+ 和 Xe^+ 的产生几率对放电参数 E/P_0 有强烈的依赖作用，在 E/P_0 为较低值（ P_0d 为高值）时， Ar^+ 或 Xe^+ 的产生几率远高于 Ne^+ 和 He^+ 的产生几率。尽管 Ar^+ 和 Xe^+ 通过二阶段俄歇中和发射二次电子的能力远小于 Ne^+ 和 He^+ ，但由于 AC-PDP 中工作气压较高（40KPa），极大地提高了打在瞬时阴极上的 Ar^+ 或 Xe^+ 的通量，即使在较低的 γ_{Ar^+} 或 γ_{Xe^+} 值下也能给出可感知的二次电子发射，对 PDP 工作电压产生显著的影响^[142]。

§ 5.2.3 MgO 薄膜的二次电子发射系数

对于 PDP 这种气体放电器件来说，阴极材料（主要是 MgO 薄膜）的二次电子发射系数对 PDP 的工作特性有重要的影响。关于 MgO 薄膜的二次电子发射

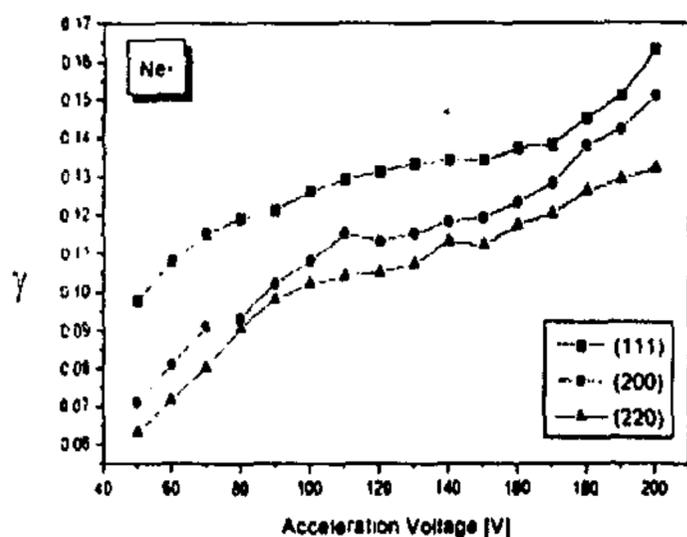


图 5-4 Ne^+ 产生的 MgO 薄膜的二次电子发射系数

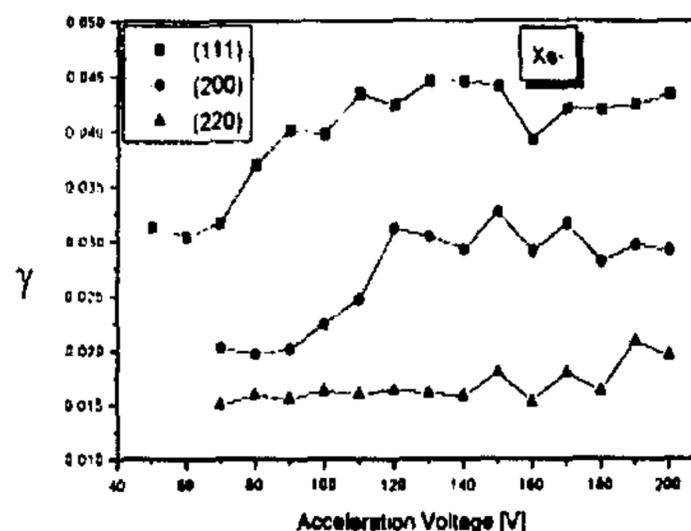


图 5-5 Xe^+ 产生的 MgO 薄膜的二次电子发射系数

系数已引起了人们的广泛研究^[122, 126-141]。除了轰击离子的种类和能量影响 MgO 薄膜的二次电子发射系数外，MgO 薄膜的结构也对其二次电子发射系数的影响很大。结晶取向的不同引起二次电子发射系数的不同^[139-141]。Lim 等人通过测量不同结晶取向的单晶 MgO 块料和 MgO 薄膜的二次电子发射系数时发现：离子种类为 Ne^+ (Xe^+)，离子能量在 50eV-200eV 间变化时，(111)晶面的

MgO 薄膜的 γ 在 0.09(0.03)-0.16(0.04) 间变化, (200) 晶面的 MgO 薄膜的 γ 在 0.07(0.02)-0.15(0.03) 间变化, (220) 晶面的 MgO 薄膜的 γ 在 0.06(0.01)-0.13(0.02) 间变化, 不同结晶取向的 MgO 薄膜的二次电子发射系数排列顺序为: $\gamma_{(111)} > \gamma_{(200)} > \gamma_{(220)}$ 。图 5-4 和图 5-5 分别显示了 Ne^+ 和 Xe^+ 产生的不同结晶取向的 MgO 薄膜的二次电子发射系数。

对于 Ne 和 Xe 混合气体, γ 可被写为:

$$\gamma = \frac{F_{\text{Ne}^+} \times \gamma(\text{Ne}^+) + F_{\text{Xe}^+} \times \gamma(\text{Xe}^+)}{F_{\text{Ne}^+} + F_{\text{Xe}^+}} \quad 5-17$$

F_{Ne^+} 和 F_{Xe^+} 分别为单位时间轰击在阴极表面上的 Ne^+ 和 Xe^+ 的数目。

MgO 膜的二次电子发射能力还依赖于 MgO 薄膜的表面能带结构。能带间隙中的缺陷能级 E_d 可以表示与氧缺位相关的电子陷阱能级; 其余一系列高于价带的能级 E_a , 可以认为是浅的受主能级, 与氧过量相关。能级 E_d 与 E_a 的密度是对 MgO 表面的成分比极为敏感的参数。从能带结构图中可以看出 He^+ 和 Ne^+ 俄歇中和可以使 MgO 的价带电子产生二次电子发射。大量 E_a 能级密度的存在使得来自于价带顶部附近的发射电子成比例增长, 因此使得从 MgO 表面发射出的电子的平均动能增大。二次电子平均动能的增大导致了有效二次电子发射系数 γ 的减少, 使得 V_f 的增加^[144]。 E_d 能级的存在使得 Ar^+ 和 Xe^+ 具有二阶段俄歇中和发射电子的能力, Ar^+ 和 Xe^+ 的有效二次电子发射系数为非零值, 使得 V_f 降低^[133]。

§ 5.3 MgO 薄膜的光电子发射

MgO 薄膜除了由于势能引起的二次电子发射外, 还可能因为其它因素引起的电子发射, 比如光电子发射。PDP 通常选用惰性气体 He、Ne、Ar、Kr、Xe 作为放电气体, 它们的谐振辐射波长分别为 58.3 nm, 73.6 nm, 106.7 nm, 123.6 nm, 147.0nm。现在 PDP 通常使用的荧光粉对波长在 $140\text{nm} < \lambda < 250\text{nm}$ 范围内的紫外光谱具有较高的量子转化效率^[143], 因此应选用 Xe 作为产生 VUV 的气体。这不仅是因为 Xe 原子可产生 147nm 的谐振辐射, 而且 Xe 的二聚激发态粒子 Xe_2^* 还可产生 150nm 和 173nm 的辐射。对于波长为 147nm, 150nm 和 173nm 的光子, 其能量分别为 8.43eV, 8.26eV 和 7.16eV。光子能量由 5-18 式计算:

$$E_r = h\nu = \frac{hc}{\lambda} \quad 5-18$$

E_r 为光子能量, h 为普朗克常数, c 为光速, ν 为光子的频率, λ 为光子的波长。

由于 MgO 的禁带宽度为 6-7.8eV, 电子亲和势为 0.85eV, 逸出功为 6.85eV-8.65eV, 存在缺陷的 MgO 薄膜的逸出功可能更小, 因此 PDP 中 MgO 薄膜的电子发射除了主要的由势能发射引起的二次电子发射外, 还可能存在光电子发射。由于光电子发射是在 PDP 着火以后产生的, 光电子发射对 PDP 的着火电压的影响很小, 对熄火电压和放电电流的影响很大。

§ 5.4 MgO 薄膜对 PDP 放电特性的影响

MgO 薄膜因为制备方法和制备工艺的不同而结构不同, 不同结构的介质保护膜对等离子体显示器的工作特性如: 工作电压、记忆余度、放电电流等, 产生不同的影响。由于着火电压、熄火电压、记忆余度、放电电流是 PDP 的基本的放电参数, 所以本章主要研究了电子束蒸发和离子束辅助蒸发制备的不同结构的 MgO 介质保护薄膜对 PDP 的这些放电特性的影响。

§ 5.4.1 试验板的制作

等离子显示屏的制作工艺流程如图 5-6。在我们的试验中, PDP 上下玻璃基板为浮法玻璃, 试验板上下基板的尺寸分别为 100mm×100mm, 120mm×70mm, 厚度为 3mm。为了制作方便, 下基板没有电极和荧光粉, 而上基板的结构和表面放电型 PDP 的上基板结构一致, 为表面放电结构, 放电电极间距(g)为 80 μ m, 电极对间的距离(g')为 660 μ m, 电极宽度为 170 μ m, 介质层厚度为 30 μ m, MgO 薄膜的厚度为 500nm 左右, 上基板的结构如图 5-7 所示。用镍铬丝或玻璃丝替代障壁, 上下基板间的距离为 250 μ m。

维持电极常采用 ITO 或 SnO₂ 具有导电性的透明氧化物。用溅射法或蒸着法将透明氧化物镀在玻璃基板上, 利用光刻的方法形成所需要的电极形状。

公共电极的形成是厚膜工艺, 即使用丝网印刷法制得。

透明电介质层也是采用丝网法制备而成, 为了保证放电介质的绝缘性, 通常是多层印刷形成。

MgO 保护层由电子束蒸发法和离子束辅助蒸发法来获得, 真空镀膜机为 PDP-1000 型专用镀膜机。为了防止蒸镀过程中真空室内返油, 镀膜机配置的高真空泵为低温泵(冷凝泵)。

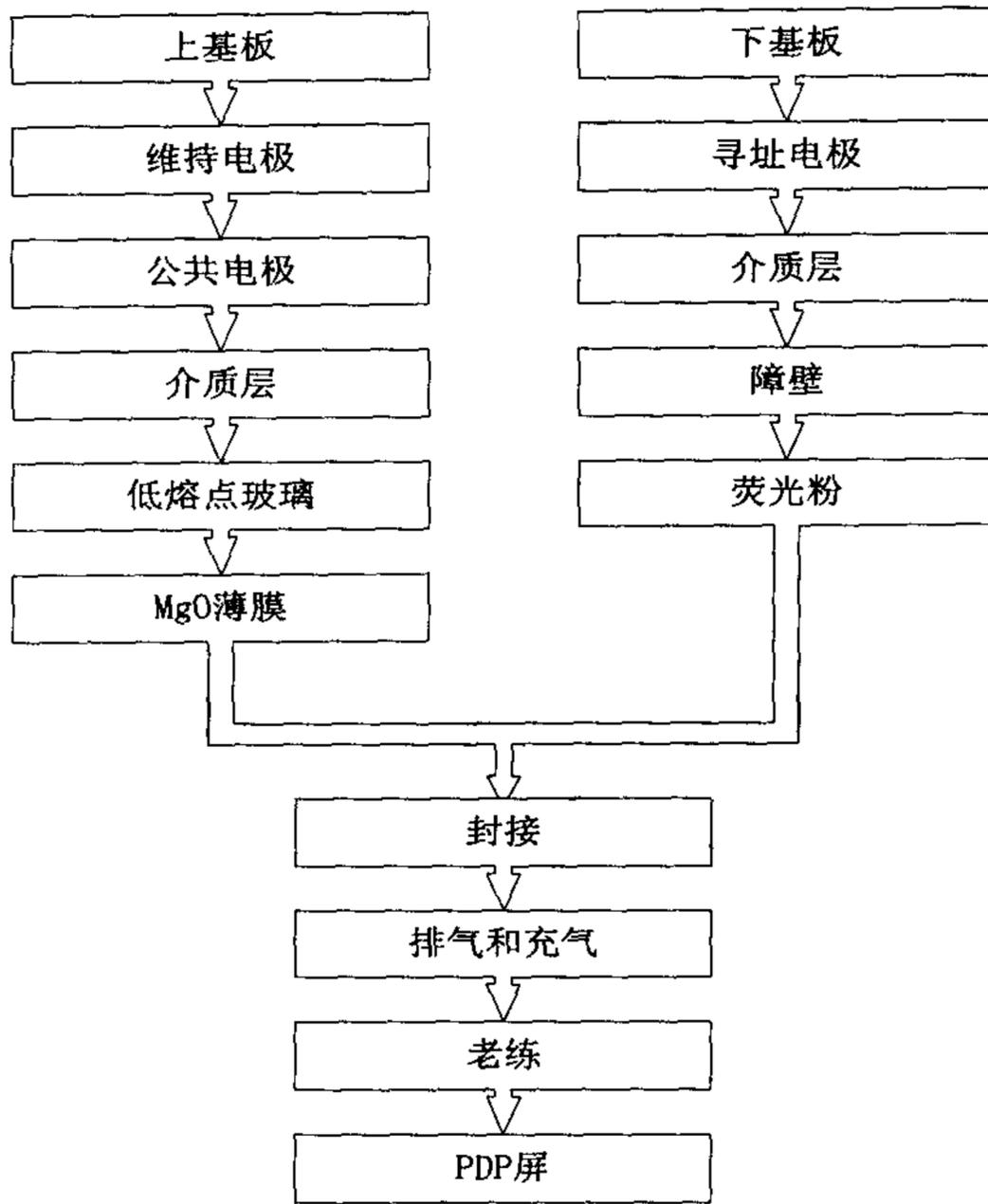


图 5-6 PDP 试验板制作流程图

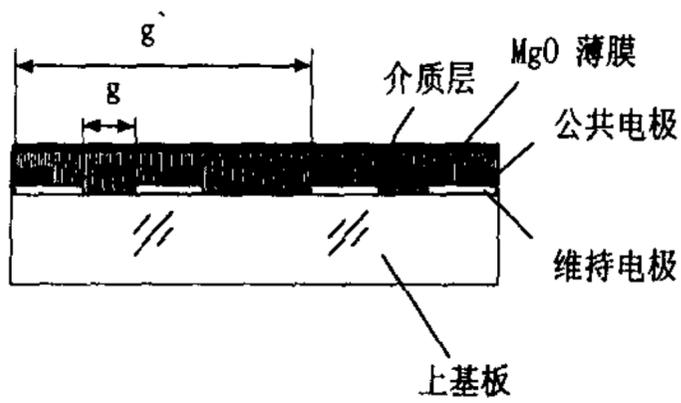


图 5-7 上基板结构

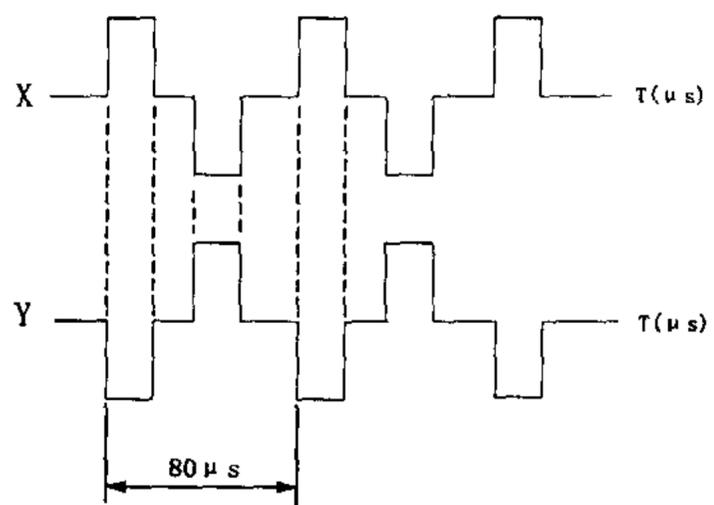


图 5-8 维持电压波形

低玻粉利用手工在超净室涂制。

试验板的排气和充气采用 PDP 专用排气台完成。气体组分为 Ne + 0.1%Xe 的二元混合气，充气压强为 40kpa。

老练设备为 PDP 的专用老练台。维持电压波形如图 5-8 所示，维持电压的脉冲周期为 $80\mu\text{s}$ ，即频率为 12.5kHz。

§ 5.4.2 电子束蒸发制备的 MgO 薄膜对 PDP 放电特性的影响

在几十千帕的气压下，表面放电出现在 MgO 薄膜的表面，在我们的研究中，放电的着火电压 (V_f) 和维持电压 (V_s) 按照以下方式测量。开始时，试验板的所有放电单元处于熄火状态，然后按一定的速度增加加给试验板的所有放电单元的电压，直到有一个放电单元点亮为止，此时的电压为屏的着火电压；继续增加电压，直到屏的所有放电单元被点亮；当整个屏被点亮以后，按一定速度降低电压，直到有一个放电单元熄灭为止，此时的电压为屏的熄火电压，着火电压 (V_f) 和熄火电压 (V_s) 的差值为试验板的静态记忆余量。通过数量一定的电极对在同样电压下放电电流的比较，可以定性比较不同工艺制备的 MgO 薄膜对屏的放电电流的影响。

§ 5.4.2.1 不通氧制备的 MgO 薄膜对 PDP 放电特性的影响

电子束蒸发制备 MgO 薄膜在不通氧气的情况下，影响薄膜结构特性的主要工艺参数是基底温度和沉积速率。在第三章我们已经讨论过低温低速生成的 MgO 薄膜的结构是 (111) 结晶面择优取向；当升高基底温度或增加沉积速率时，薄膜的 X 射线衍射图中也出现了 (200) 结晶面衍射峰；基底温度或沉积速率越高，薄膜的 (200) 结晶面衍射峰的强度越强，高温高速生成的薄膜的结构是 (111) 和 (200) 结晶取向，但仍然是 (111) 结晶面择优。以下主要讨论极限条件即低温低速和高温高速生成的 MgO 薄膜对等离子体显示器放电特性的影响。

图 5-9 显示了上述两种试验条件制备的 MgO 薄膜在老练的过程中对 PDP 着火电压的影响。可以看到低温低速制备的薄膜的着火电压在一小时内急剧下降，随后着火电压尽管有所波动，但波动的中心是稳定的，随着老练时间的增加，着火电压的起伏趋于平缓，着火电压基本稳定在 210V 附近；而高温高速生长的薄膜的着火电压刚开始急剧下降，在两小时后稳定一段时间，此时的着火电压为 202V，但在五小时后着火电压急剧上升，又回到了刚开始老练时的水平，从此以后，着火电压缓慢下降，在二十五小时后，着火电压从 240V 降到 230V。从两者的比较来看，以高温高速生长的 MgO 薄膜作为介质保护膜的

PDP 的着火电压不仅高于低温低速生长的 MgO 薄膜, 而且不及低温低速生长的 MgO 薄膜稳定。

图 5-10 显示了低温低速和高温高速两种条件生成的 MgO 薄膜对等离子体显示器熄火电压特性的影响。低温低速生成的 MgO 薄膜的熄火电压在开始时略有增加, 但在五小时后熄火电压稳定在 175V 附近。高温高速生长的薄膜的

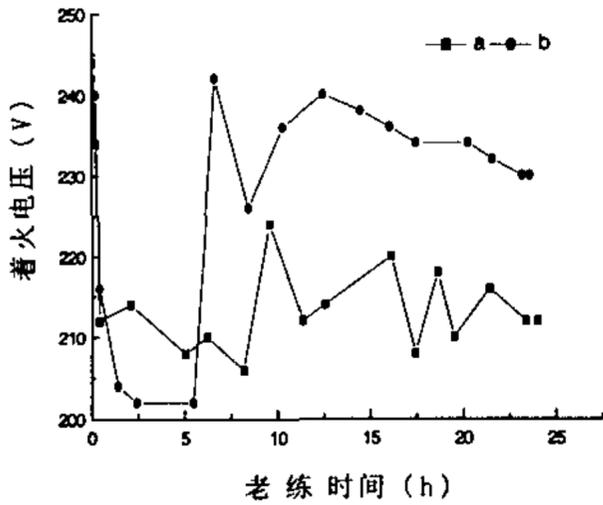


图 5-9 低温低速和高温高速下制备的 MgO 薄膜的着火电压老练曲线 a.低温低速; b.高温高速

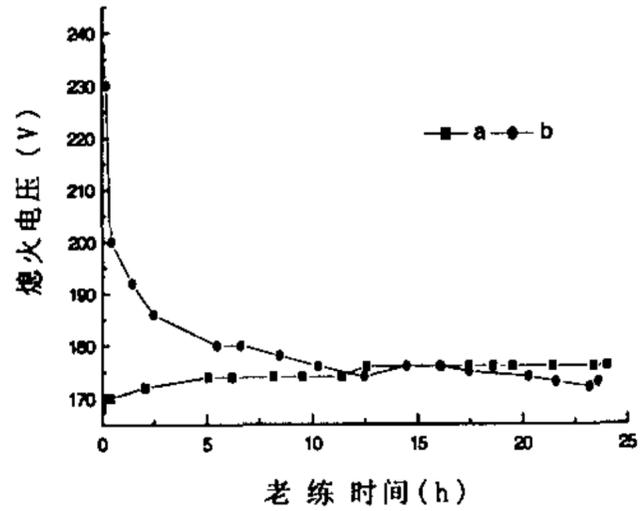


图 5-10 低温低速和高温高速下制备的 MgO 薄膜的熄火电压老练曲线 a.低温低速; b.高温高速

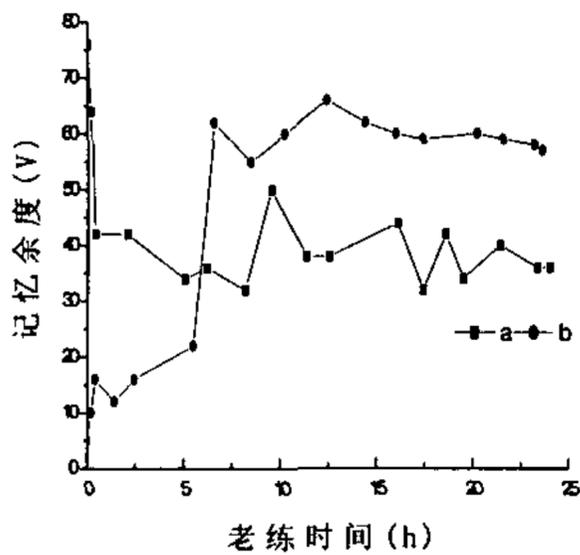


图 5-11 低温低速和高温高速下制备的 MgO 薄膜的记忆余度老练曲线 a.低温低速; b.高温高速

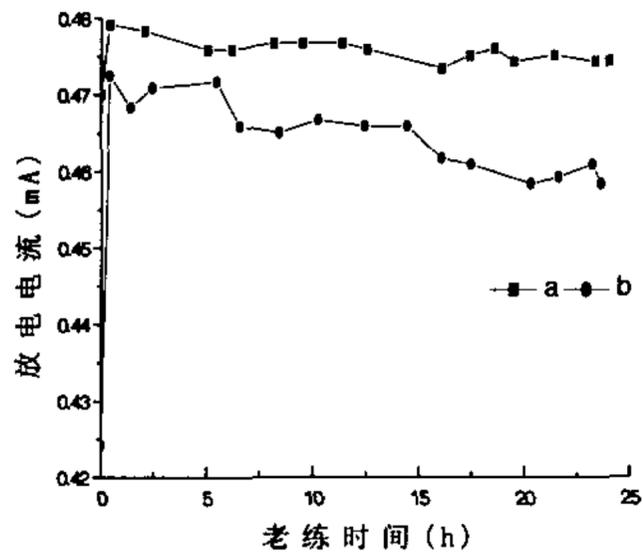


图 5-12 低温低速和高温高速下制备的 MgO 薄膜的放电电流老练曲线 a.低温低速; b.高温高速

熄火电压从开始的 235V 急剧下降到两小时时的 190V; 从两小时以后, 熄火电压缓慢下降, 在二十五小时, 熄火电压为 170V 左右, 熄火电压不稳定。

图 5-11 显示了不通氧气制备的 MgO 薄膜对 PDP 记忆余度的影响, 低温低速制备的薄膜产生的记忆余度刚开始下降, 很快稳定在 35V 和 40V 之间。高温高速制备的薄膜产生的记忆余度随老练时间的增加而增加, 在八小时左右, 达到最大值(65V), 从此以后, 随老练时间的增加而缓慢下降, 在二十五小时, 记忆余度下降到 55V 附近, 记忆余度不稳定。

图 5-12 显示了不通氧气制备的 MgO 薄膜对 PDP 放电电流的影响。图中的电流值是单电极对的放电电流, 单电极对的长度为 60mm, 单电极对的放电电流是对一定数量电极对的放电电流平均而得。低温低速制备的薄膜的初始放电电流为 0.47mA, 老练很短的时间就上升到 0.48mA, 从此之后放电电流缓慢下降, 在五小时后趋于稳定, 稳定的放电电流为 0.475mA 左右; 高温高速制备的薄膜的初始放电电流为 0.415mA, 也是老练很短的时间就上升到 0.472mA 左右, 从此之后放电电流缓慢下降, 一直都不稳定, 在二十五小时后放电电流下降到 0.46mA。因为试验中单电极对的放电面积很小, 小放电区域放电电流的小变化能使得显示屏的放电电流发生很大的变化, 显示屏的尺寸越大, 这种变化越明显。

§ 5.4.2.2 通氧制备的 MgO 薄膜对 PDP 放电特性的影响

在第二章也讨论了在电子束蒸发制备 MgO 薄膜的过程中通氧气的必要性。通氧气制备的 MgO 薄膜有很高的结晶度, MgO 薄膜的结晶性除了和基底温度、沉积速率有关外, 还和通氧气的量有关。以下我们将讨论通氧制备的 MgO 薄膜对 PDP 放电特性的影响。

1. 基底温度对 PDP 放电特性的影响

不同基底温度制备的 MgO 薄膜的结晶度有差别。这有可能使得不同基底温度制备的 MgO 薄膜产生 PDP 不同的放电特性。图 5-13 显示了老练过程中基底温度对 PDP 着火电压的影响。在试验条件允许的情况下, 最高的基底温度为 300℃, 基底温度分为 300℃、250℃、150℃、70℃四种情况考虑。250℃制备的薄膜的着火电压比较稳定, 未老练时的着火电压为 203V, 在经过 3 小时的老练时间后, 着火电压基本稳定在 200V 左右; 150℃制备的薄膜的着火电压在老练 4-5 小时后也基本稳定, 比 250℃制备的薄膜的着火电压略高一点; 高温和低温制备的 MgO 薄膜的着火电压在未老练时都比较高, 达到 240V 以上; 在经过 5-10 小时以后, 着火电压才基本稳定, 高温和低温制备的 MgO 薄膜的着火电压在基本稳定后为 210V 左右, 比 250℃、150℃制备的薄膜的着火电压要高。

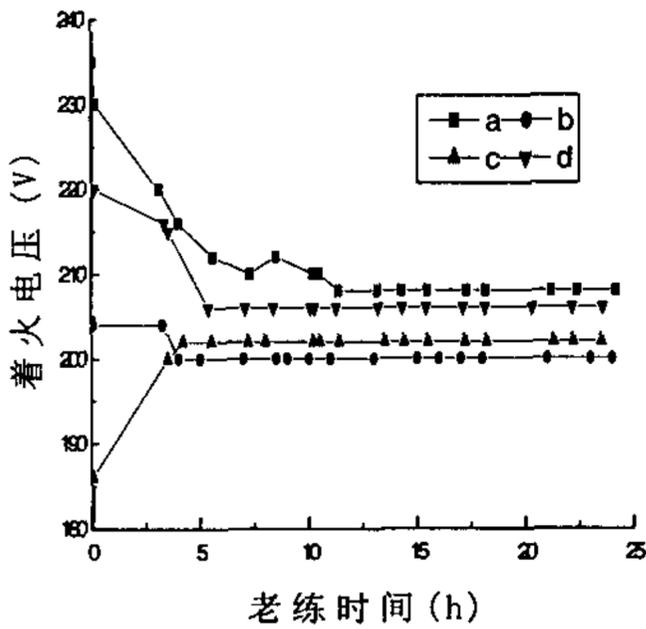


图 5-13 通氧制备 MgO 薄膜的基底温度对 PDP 着火电压老练曲线的影响。
a. 300°C; b. 250°C; c. 150°C; d. 70°C

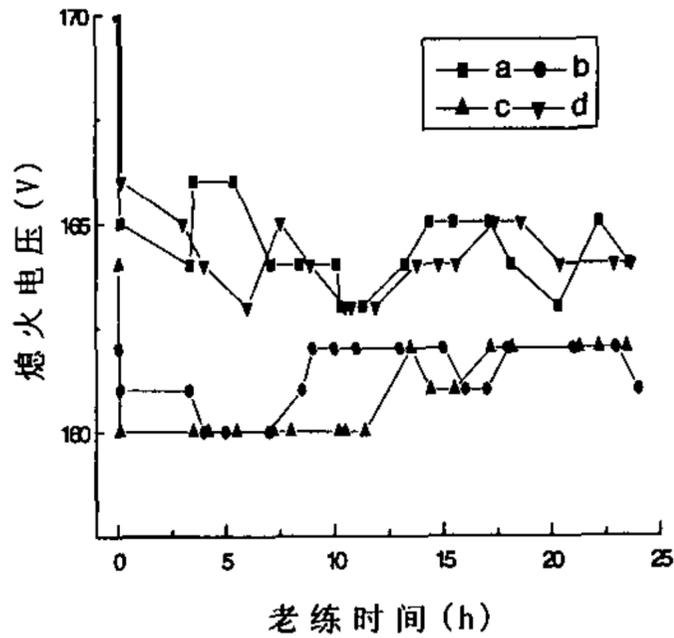


图 5-14 通氧制备 MgO 薄膜的基底温度对 PDP 熄火电压老练曲线的影响。
a. 300°C; b. 250°C; c. 150°C; d. 70°C

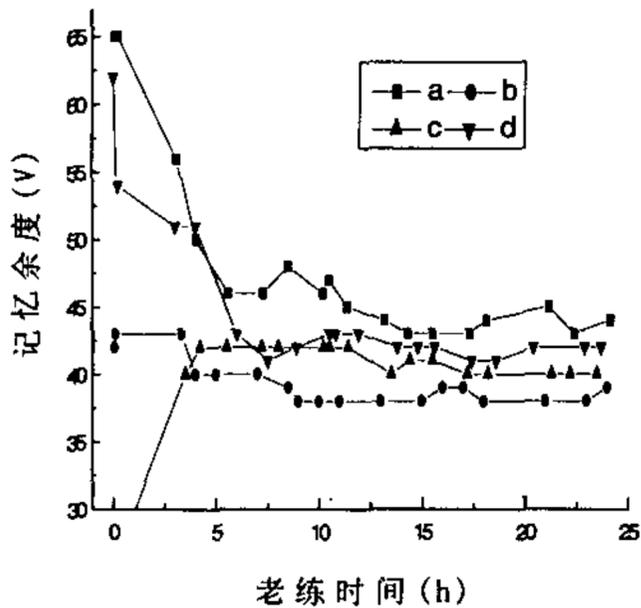


图 5-15 通氧制备 MgO 薄膜的基底温度对 PDP 记忆余度老练曲线的影响。
a. 300°C; b. 250°C; c. 150°C; d. 70°C

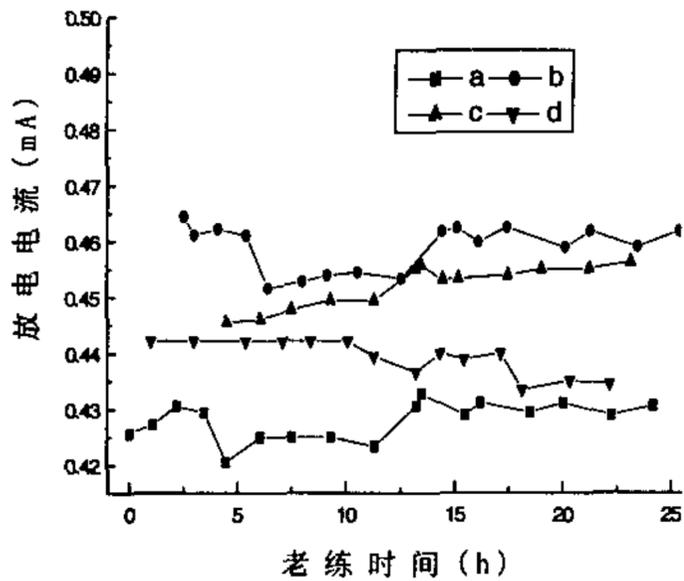


图 5-16 通氧制备 MgO 薄膜的基底温度对 PDP 放电电流老练曲线的影响。
a. 300°C; b. 250°C; c. 150°C; d. 70°C

图 5-14 显示了四种基底温度制备的 MgO 薄膜对 PDP 熄火电压的影响。和对着火电压的影响一样，中等基底温度制备的 MgO 薄膜产生的熄火电压(162V)比高温和低温制备的薄膜产生的熄火电压(165V)要低。从图中可以发现熄火电压稳定所需要的老练时间比着火电压稳定需要的老练时间短。

图 5-15 显示了四种基底温度制备的 MgO 薄膜对 PDP 记忆余度的影响。由于 PDP 的记忆余度是由着火电压和熄火电压的差值所得, 图 5-13 和图 5-14 决定了高温和低温制备的 MgO 薄膜的记忆余度高于中等温度制备的薄膜的记忆余度。

图 5-16 显示了四种基底温度制备的 MgO 薄膜对 PDP 放电电流的影响。基底温度为 250℃制备的 MgO 薄膜获得的放电电流最大, 为 0.46mA, 150℃制备的 MgO 薄膜获得的放电电流略低于前者; 而 70℃和 300℃制备的 MgO 薄膜获得的放电电流都较低, 相对来说, 300℃制备的 MgO 薄膜获得的放电电流最低, 为 0.43mA。

2. 通氧量对 PDP 放电特性的影响

在电子束蒸发制备 MgO 薄膜的过程中, 通氧气的量对 MgO 薄膜的结构性能影响很大, 这必然产生不同的 PDP 放电特性。在我们的试验中, 通氧气的量以蒸发时的氧气分压强来说明的。

图 5-17 显示了不同通氧气的量制备的 MgO 薄膜对 PDP 着火电压老练曲线的影响。图中的曲线 d 是没有通氧气的情况。明显地, 不通氧气制备的 MgO 薄膜产生的 PDP 着火电压高于通氧气制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 着火电压, 而且在老练的过程中前者不及后者稳定; 通氧气制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 着火电压老练曲线中, 曲线 b 和曲线 c 显示的着火电压相差无几, 但曲线 b 稳定需要的老练时间短, 曲线 d 显示的着火电压要高于曲线 b 和曲线 c 显示的着火电压, 而且电压稳定需要的老练时间长。这说明高氧气的量制备的 MgO 薄膜不利于产生低的 PDP 着火电压和短的着火电压稳定所需的老练时间, 中等通氧气的量制备的 MgO 薄膜产生低的 PDP 着火电压和最短的着火电压稳定所需的老练时间。

图 5-18 显示了不同通氧气的量制备的 MgO 薄膜对 PDP 熄火电压的影响。不通氧气制备的 MgO 薄膜产生的 PDP 熄火电压随老练时间增加而逐渐降低。通氧气制备的 MgO 薄膜产生的 PDP 熄火电压稳定, 在通氧气的量为 3.0×10^{-2} pa 时熄火电压为 173V, 在通氧气的量为 2.0×10^{-2} pa 时, 熄火电压为 176V, 两者相差不大。

图 5-19 显示了通氧气制备 MgO 薄膜时的通氧气的量对 PDP 记忆余度的影响。在通氧气的量很小或不通氧气的情况下, 记忆余度最高, 达到 60V 左右。通氧气的量很大时制备的 MgO 薄膜产生的 PDP 的记忆余度高于中等通氧气的量制备的 MgO 薄膜产生的 PDP 的记忆余度, 通氧气的量为 2.0×10^{-2} pa 时, 记忆余度最低, 在 30-35V 之间。

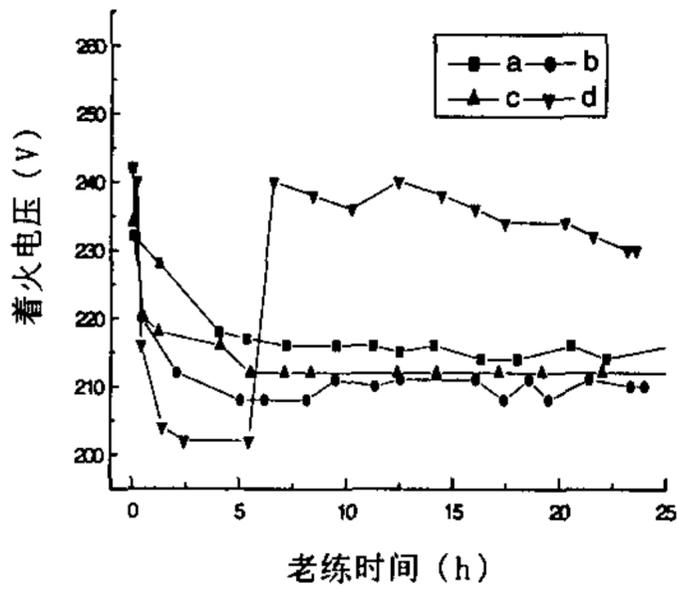


图 5-17 制备 MgO 薄膜的氧流量对 PDP 着火电压老练曲线的影响 a. 3.0×10^{-2} pa; b. 2.0×10^{-2} pa; c. 1.0×10^{-2} pa; d. 1.0×10^{-3} pa

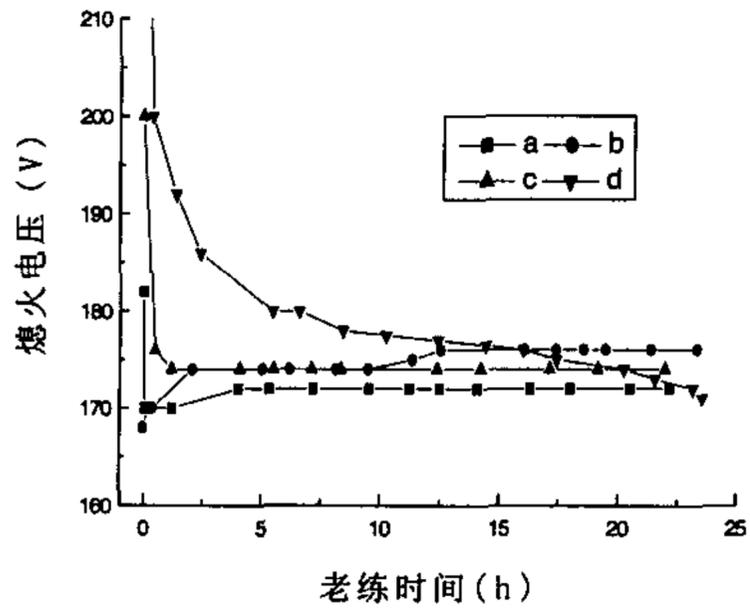


图 5-18 制备 MgO 薄膜的氧流量对 PDP 熄火电压老练曲线的影响 a. 3.0×10^{-2} pa; b. 2.0×10^{-2} pa; c. 1.0×10^{-2} pa; d. 1.0×10^{-3} pa

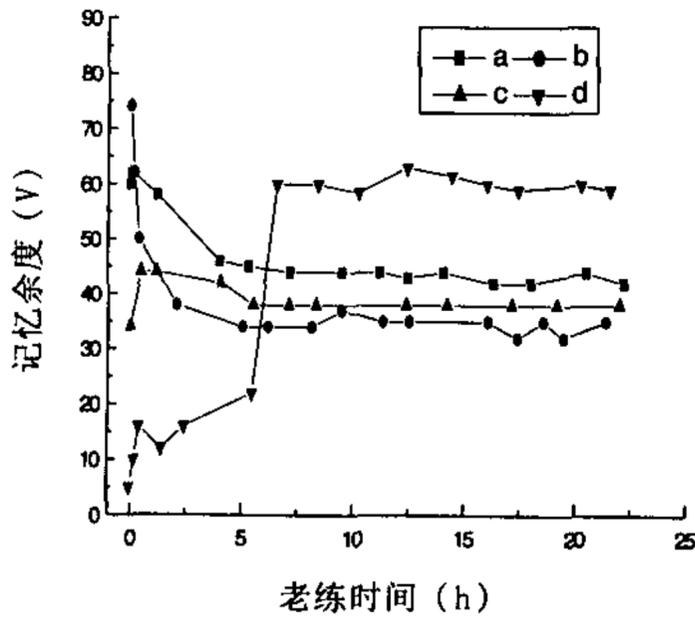


图 5-19 制备 MgO 薄膜的氧流量对 PDP 记忆余度老练曲线的影响 a. 3.0×10^{-2} pa; b. 2.0×10^{-2} pa; c. 1.0×10^{-2} pa; d. 1.0×10^{-3} pa

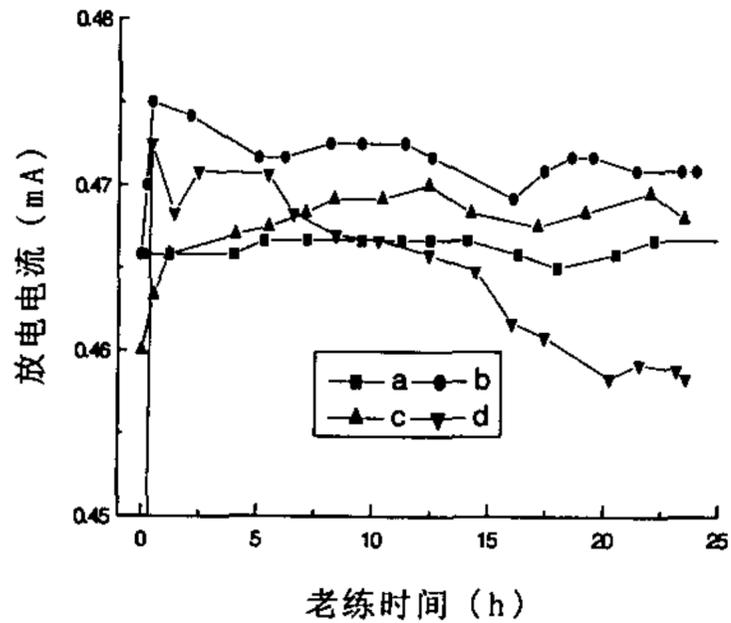


图 5-20 制备 MgO 薄膜的氧流量对 PDP 放电电流老练曲线的影响 a. 3.0×10^{-2} pa; b. 2.0×10^{-2} pa; c. 1.0×10^{-2} pa; d. 1.0×10^{-3} pa

图 5-20 显示了通氧气制备的 MgO 薄膜的通氧量对 PDP 放电电流的影响。很明显，通氧气量有一个阈值，通氧气量高于阈值，放电电流随着通氧气量增加而减小，通氧气量低于阈值，放电电流随着通氧气量增加而增加。在我们的试验中，通氧气量为 2.0×10^{-2} pa 时，放电电流最大，为 0.47mA；通氧量很小或不通氧的情况下，放电电流最小，为 0.46mA，而且还随老练时间的增加而降低。

3. 沉积速率对 PDP 放电特性的影响

沉积速率我们分为高、中、低三个等级考虑。为了比较通氧和不通氧制备的 MgO 薄膜产生的 PDP 的放电特性，本章节也列出了不通氧气低温低速制备的 MgO 薄膜产生的 PDP 的放电特性。

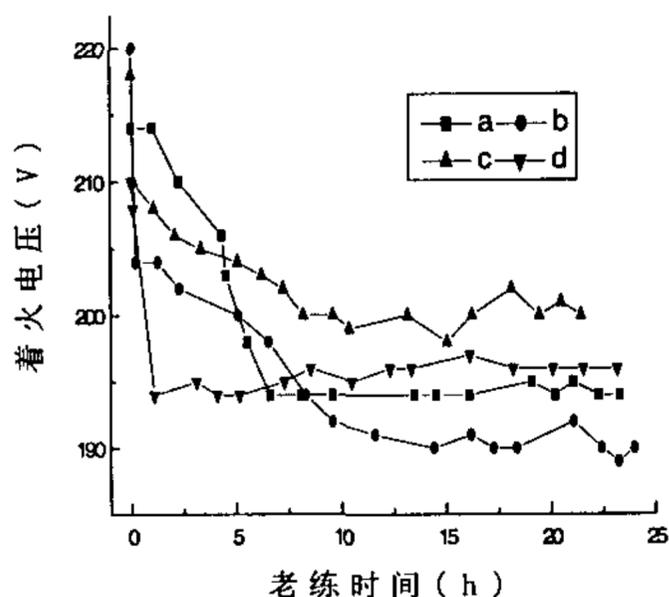


图 5-21 通氧制备 MgO 薄膜的沉积速率对 PDP 着火电压老练曲线的影响 a.60nm/min; b.30nm/min; c.6nm/min; d. 不通氧

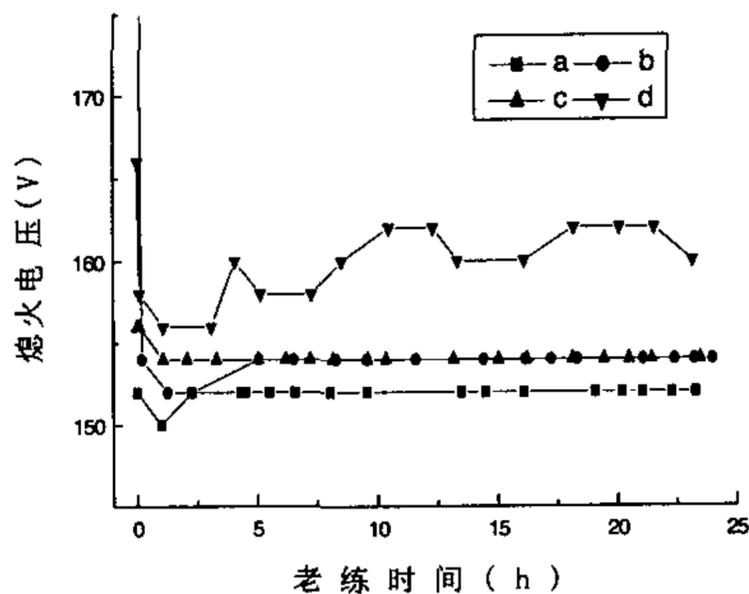


图 5-22 通氧制备 MgO 薄膜的沉积速率对 PDP 熄火电压老练曲线的影响 a.60nm/min; b.30nm/min; c.6nm/min; d. 不通氧

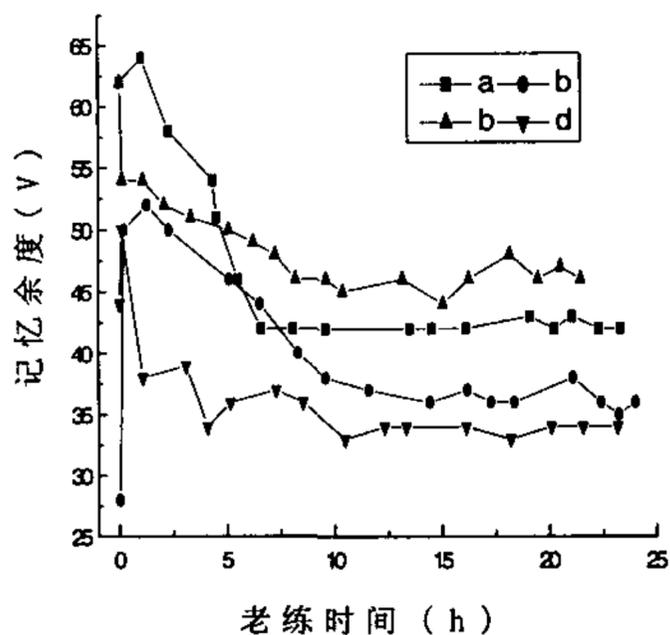


图 5-23 通氧制备 MgO 薄膜的沉积速率对 PDP 记忆余度老练曲线的影响 a.60nm/min; b.30nm/min; c.6nm/min; d. 不通氧

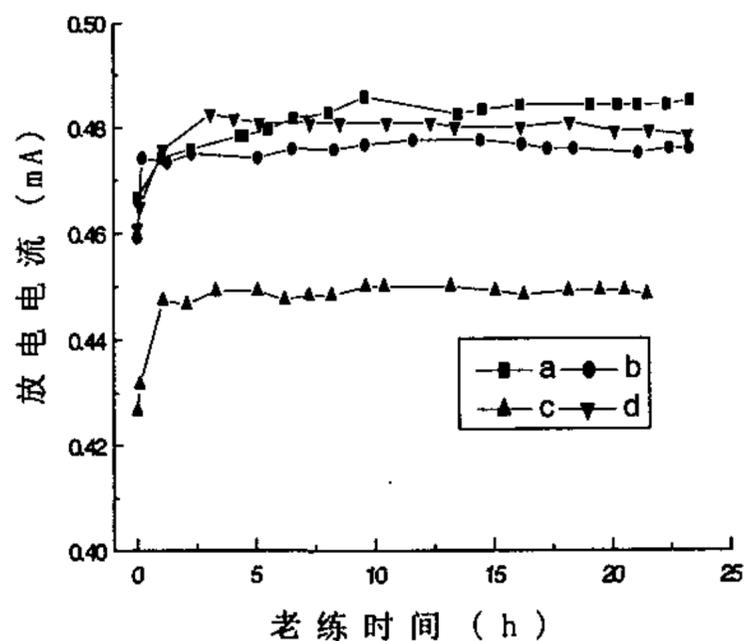


图 5-24 通氧制备 MgO 薄膜的沉积速率对 PDP 放电电流老练曲线的影响 a.60nm/min; b.30nm/min; c.6nm/min; d. 不通氧

图 5-21 显示了通氧气制备 MgO 薄膜的沉积速率对 PDP 着火电压老练曲线的影响, 作为比较, 不通氧气低温低速制备的 MgO 薄膜对 PDP 着火电压老练曲线也显示在图中。可以发现中等沉积速率制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 着火电压最低, 在 190V 左右; 低速制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 着火电压最高, 在 200V 左右; 高速制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 着火电压居中, 为 195V 左右, 而且着火电压稳定需要的老练时间为 10 小时左右; 不通氧气低温低速制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 着火电压低于低速制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 着火电压而高于高速制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 着火电压。

图 5-22 显示了通氧气制备 MgO 薄膜的沉积速率对 PDP 熄火电压老练曲线的影响。很短的老练时间内, 各种沉积速率获得的熄火电压就已经稳定; 高速制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 熄火电压最低, 在 152V 左右; 低速和中等速度制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 熄火电压相等, 在 154V 左右; 作为比较, 不通氧气低温低速制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 熄火电压最高, 为 160V 以上, 而且在老练过程中还不稳定。

图 5-23 显示了通氧气制备 MgO 薄膜的沉积速率对 PDP 记忆余度老练曲线的影响。不同沉积速率制备的 MgO 薄膜产生的 PDP 记忆余度不同: 低沉积速率(45V) > 高沉积速率(42V) > 中等沉积速率(37V); 不通氧气低温低速制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 记忆余度最低, 为 35V 以下。

图 5-24 显示了通氧气制备 MgO 薄膜的沉积速率对 PDP 放电电流老练曲线的影响。各种沉积速率获得的放电电流在很短的时间内就稳定, 不通氧气低温低速获得的放电电流也是如此。通氧制备 MgO 薄膜时的各种沉积速率获得的放电电流不同, 排列顺序为: 高沉积速率(0.483mA) > 中等沉积速率(0.475mA) > 低沉积速率(0.45mA)。不通氧气, 低温低速制备的 MgO 薄膜获得的放电电流为 0.479mA, 仅低于通氧气, 高沉积速率制备的 MgO 薄膜获得的放电电流而高于其它两者。

§ 5.4.3 离子束辅助沉积制备的 MgO 薄膜对 PDP 放电特性的影响

在第四章我们已经系统讨论了离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的特性及各种工艺参数对特性的影响。在下面的章节我们将讨论以离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜为介质保护薄膜的等离子体显示器的放电特性。除了制作 MgO 薄膜的方法不同外, PDP 放电特性的测试方法和 § 5.4.2 介绍的一样。本节不再作重复介绍。

§ 5.4.3.1 氦离子辅助制备的 MgO 薄膜对 PDP 放电特性的影响

为了讨论氩离子辅助蒸发制备的不同结构的 MgO 薄膜对 PDP 放电特性的影响，本章节通过改变制备 MgO 薄膜的工艺参数来改变 MgO 薄膜的结构。考虑的工艺参数为通氧量、氩离子能量和基底温度。

1. 通氧量对 PDP 放电特性的影响

在我们的试验中发现在氩离子辅助蒸发的过程中，真空室内通一定的氧气是很有必要的，如果通氧量过低甚至不通氧，那么生成的 MgO 薄膜的放电特性明显不如通一定量的氧气制备的 MgO 薄膜；在氧气的通量达到一定值之后，继续增加通氧量，PDP 的放电特性变化不大，但有可能使 MgO 薄膜的制备过程不稳定。

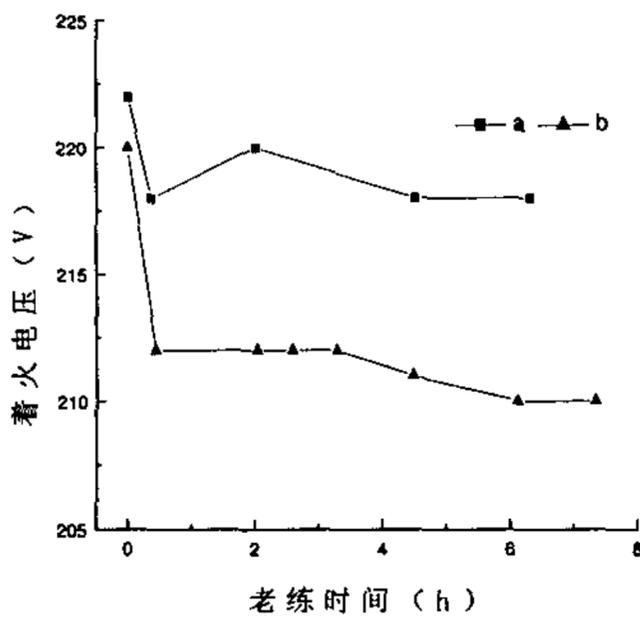


图 5-25 氩离子辅助沉积制备 MgO 薄膜时的通氧量对 PDP 着火电压老练曲线的影响 a.低通氧量；b.高通氧量

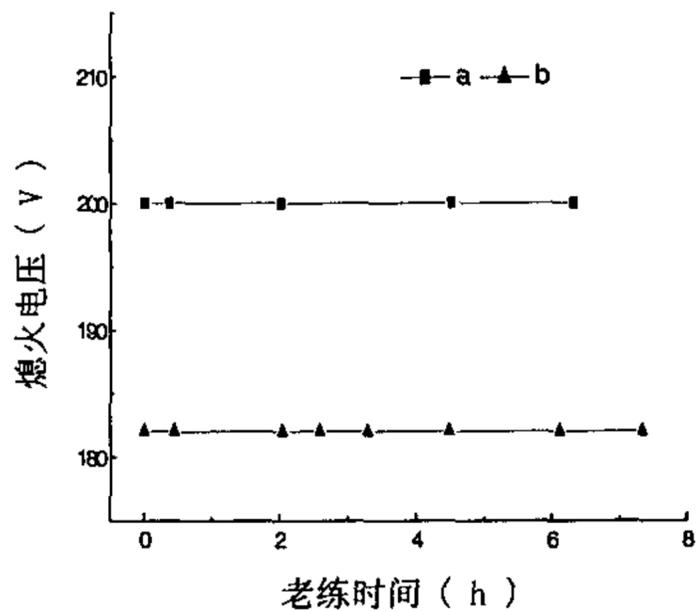


图 5-26 氩离子辅助沉积制备 MgO 薄膜时的通氧量对 PDP 熄火电压老练曲线的影响 a.低通氧量；b.高通氧量

图 5-25 显示了在氩离子辅助蒸发制备 MgO 薄膜过程中的通氧量对 PDP 着火电压老练曲线的影响。图中仅列出高通氧和低通氧量(或不通氧)两种情况。在 1 小时老练时间内，氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的着火电压稳定，着火电压稳定所需要的老练时间要小于电子束蒸发制备的 MgO 薄膜。低通氧量制备的 MgO 薄膜的着火电压为 218V 左右，高通氧量制备的 MgO 薄膜的 211V 左右，这说明氩离子辅助蒸发制备 MgO 薄膜过程中通一定量的氧气时很有必要的，因为一定的通氧量下，氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜使得 PDP 的着火电压降低。

图 5-26 显示了氩离子辅助蒸发制备 MgO 薄膜时的通氧量对 PDP 熄火电压老练曲线的影响。无论通氧气量的多少，氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜使得 PDP 熄火电压从一开始就很稳定，几乎不需要老练过程。从图中可知低通氧量制备的 MgO 薄膜的熄火电压为 200V 左右，高通氧量制备的 MgO 薄膜的 182V 左右，前者比后者要高 18V，如此大的电压差距对于 PDP 工作特性的影响是很大的，熄火电压的比较进一步说明氩离子辅助蒸发制备 MgO 薄膜过程中通一定量的氧气时很有必要的，因为这样可以大大降低 PDP 的熄火电压，使得维持电压降低，功耗降低。

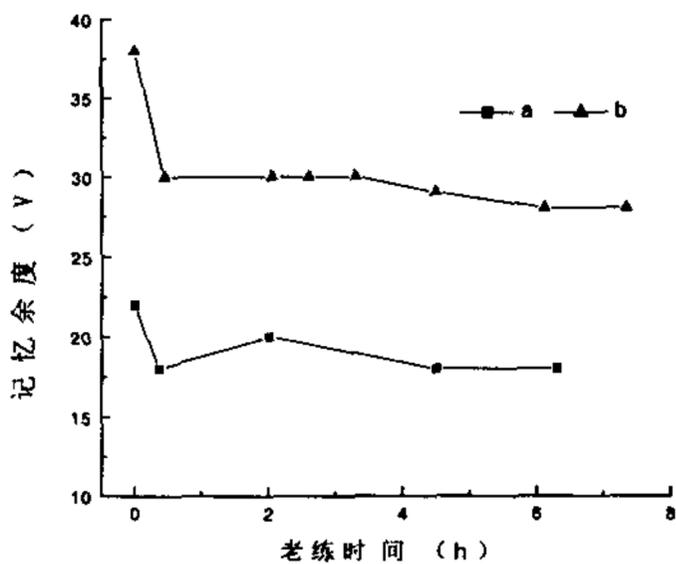


图 5-27 氩离子辅助沉积制备 MgO 薄膜时的通氧量对 PDP 记忆余度老练曲线的影响
a.低通氧量；b.高通氧量

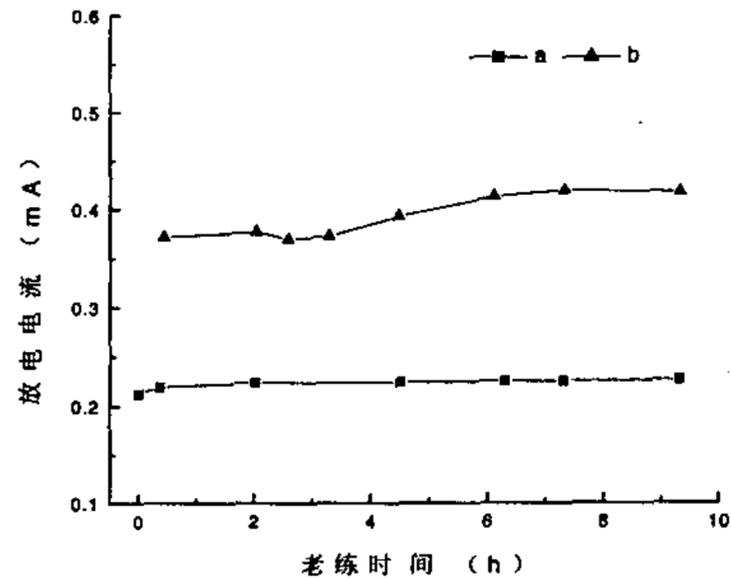


图 5-28 氩离子辅助沉积制备 MgO 薄膜时的通氧量对 PDP 放电电流老练曲线的影响
a.低通氧量；b.高通氧量

图 5-27 显示了氩离子辅助蒸发制备 MgO 薄膜时的通氧量对 PDP 记忆余度老练曲线的影响。高通氧量制备的 MgO 薄膜的记忆余度为 30V 左右，低通氧量制备的 MgO 薄膜的记忆余度为 17V 左右，这说明在一定通量的氧气下，氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜使得 PDP 具有更大的工作电压范围。

图 5-28 显示了氩离子辅助蒸发制备 MgO 薄膜时的通氧量对 PDP 放电电流老练曲线的影响。高通氧量制备的 MgO 薄膜的放电电流为 0.4mA，低通氧量制备的 MgO 薄膜的放电电流为 0.22mA，前者几乎是后者的两倍，这说明氩离子辅助蒸发制备 MgO 薄膜的过程中通氧有利于提高 PDP 的放电电流，亦即发光强度。

2. 氩离子能量对 PDP 放电特性的影响

在前面第四章我们已经看到氩离子辅助蒸发制备 MgO 薄膜的过程中, 氩离子能量极大地影响了 MgO 薄膜的特性, 如结晶取向, 表面形貌, 可见和红外光谱等, 这些特性的变化可能也引起 PDP 放电特性的变化, 如着火和熄火电压, 放电电流等。

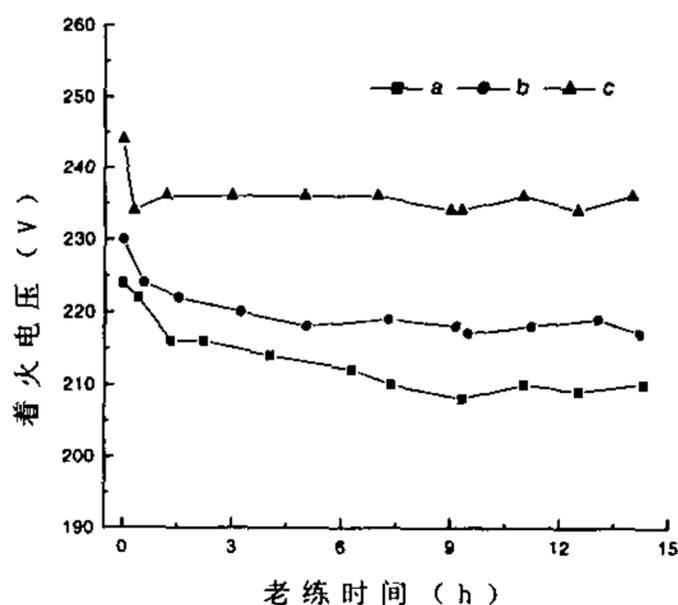


图 5-29 氩离子辅助沉积制备 MgO 薄膜的氩离子能量对 PDP 着火电压老练曲线的影响 a. 200eV; b.400eV;

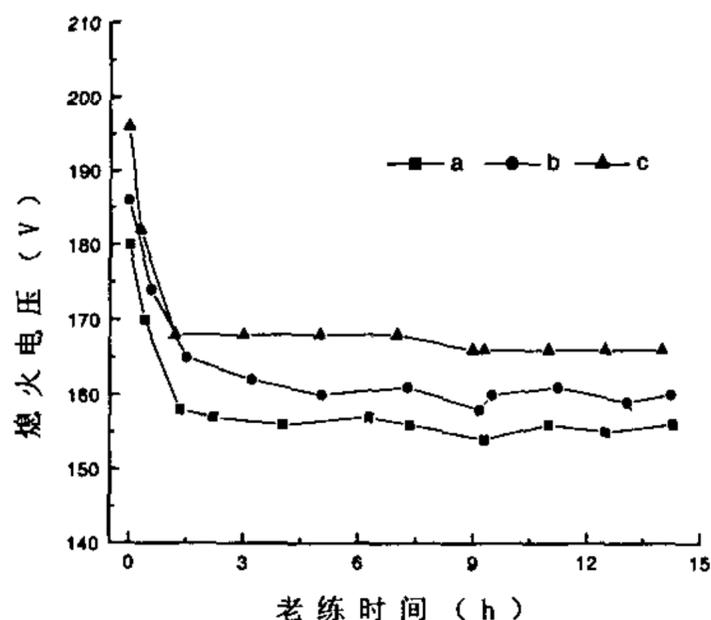


图 5-30 氩离子辅助沉积制备 MgO 薄膜的氩离子能量对 PDP 熄火电压老练曲线的影响 a. 200eV; b.400eV; c.700eV

在氩离子辅助蒸发制备 PDP 介质保护薄膜的过程中, 除了离子能量外, 基底温度, 沉积速率和通氧气体量都不变。对于 PDP 的放电特性我们仅考虑了着火电压, 熄火电压和记忆余度。

图 5-29 显示了氩离子辅助蒸发制备 MgO 薄膜的过程中, 氩离子能量对 PDP 着火电压的影响。随着离子能量的增加, 着火电压增加。能量为 200eV 的氩离子辅助制备的 MgO 薄膜使得 PDP 的着火电压为 210V, 而能量为 700eV 的氩离子辅助制备的 MgO 薄膜使得 PDP 的着火电压为 235V, 更高能量的氩离子使得 PDP 的着火电压更高, 甚至可能 PDP 还不能着火, 不过这时我们已经发现高能

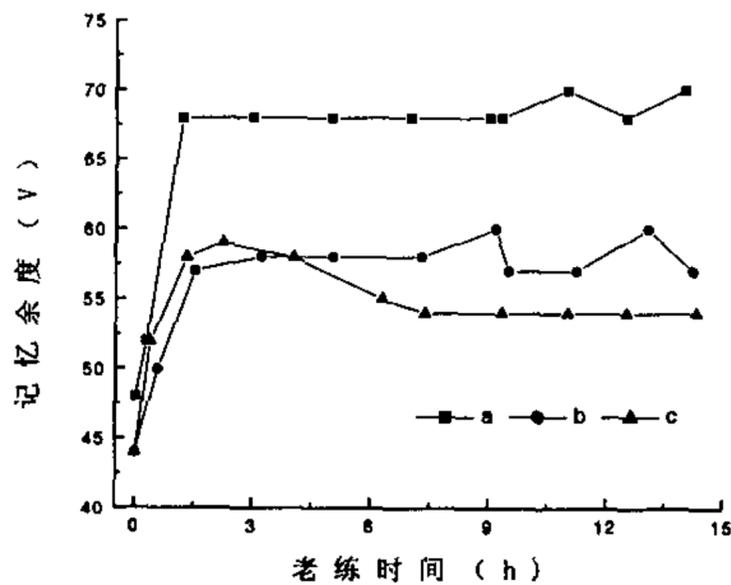


图 5-31 氩离子辅助沉积制备 MgO 薄膜的氩离子能量对 PDP 记忆余度老练曲线的影响 a. 200eV; b.400eV; c.700eV

氩离子制备的 MgO 薄膜在经过后工序的处理后已经大部分脱落或破裂，这可能是 PDP 不能放电的直接原因。

图 5-30 显示了氩离子辅助蒸发制备 MgO 薄膜的过程中，氩离子能量对 PDP 熄火电压的影响。随着离子能量的增加，熄火电压增加。能量为 200eV 的氩离子辅助制备的 MgO 薄膜使得 PDP 的熄火电压为 156V，而能量为 700eV 的氩离子辅助制备的 MgO 薄膜使得 PDP 的熄火电压为 168V。

图 5-31 显示了氩离子辅助蒸发制备 MgO 薄膜的过程中，氩离子能量对 PDP 记忆余度的影响。由于着火电压和熄火电压随氩离子能量的变化幅度不一样，PDP 的记忆余度也随氩离子能量的变化而变化，图中显示能量为 200eV 的氩离子辅助制备的 MgO 薄膜使得 PDP 的记忆余度近 70V，而能量为 700eV 的氩离子辅助制备的 MgO 薄膜使得 PDP 的记忆余度不到 55V。

从图 5-29 到图 5-31 可以发现低能氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜不仅可降低 PDP 的着火电压，熄火电压，而且可以提高 PDP 记忆余度。

3. 基底温度对 PDP 放电特性的影响

氩离子辅助蒸发制备 MgO 薄膜的过程中基底温度的变化也可能引起 PDP 放电特性的变化。首先我们发现在高能氩离子辅助蒸发的过程中，高基底温度产生的 MgO 薄膜容易产生裂纹，特别是在 PDP 高温封接和排气之后。这样的 MgO 薄膜一定会引起 PDP 的放电电压升高。

图 5-32 显示了基底温度对 PDP 着火电压老练曲线的影响。100℃以上的基底温度制备的 MgO 薄膜使得 PDP 的着火电压在老练过程中稳定，随老练时间的增加，着火电压保持在 236V 左右；低温生长的 MgO 薄膜使得 PDP 的着火电压在老练开始时下降，从 260V 降到 205V 左右，然后在 205V 左右保持一段老练时间，在 12 小时老练时间以后，着火电压快速上升，和 100℃以上的基底温度获得的着火电压老练曲线基本一致，在 236V 左右处保持不变。

图 5-33 显示了基底温度对 PDP 熄火电压老练曲线的影响。200℃的基底温度制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 的熄火电压稳定在 166V 左右，而较低的基底温度制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 的熄火电压稳定在 169V 左右。

图 5-34 显示了基底温度对 PDP 记忆余度老练曲线的影响。在老练过程中，100℃以上的基底温度制备的 MgO 薄膜获得的记忆余度一直稳定在 68V 左右；而低温制备的 MgO 薄膜获得的记忆余度在刚开始是下降的，从 82V 降到 32V；记忆余度在 32V 左右稳定一段时间。在 12 小时以后，记忆余度开始上升，上升到 68V 左右就稳定下来，12 小时以后的老练曲线和 100℃以上的基底温度制备的 MgO 薄膜获得的记忆余度老练曲线一样。

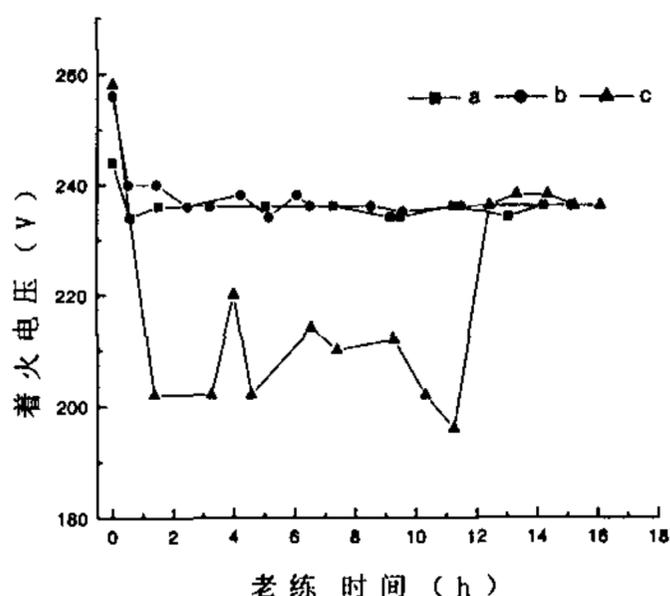


图 5-32 氩离子辅助沉积制备 MgO 薄膜的基底温度对 PDP 着火电压老练曲线的影响 a. 200°C; b. 150°C; c. 70°C

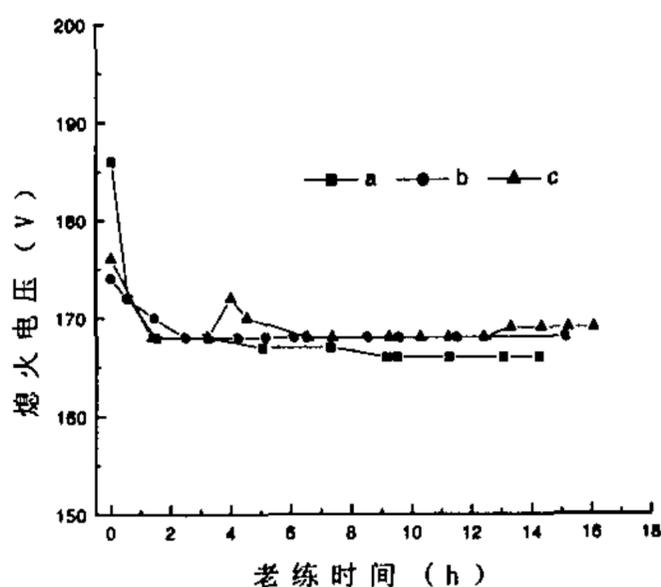


图 5-33 氩离子辅助沉积制备 MgO 薄膜的基底温度对 PDP 熄火电压老练曲线的影响 a. 200°C; b. 150°C; c. 70°C

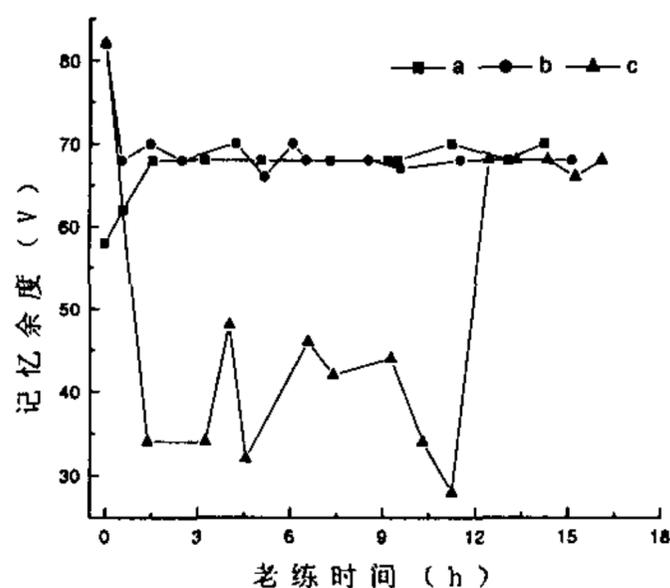


图 5-34 氩离子辅助沉积制备 MgO 薄膜的基底温度对 PDP 记忆余度老练曲线的影响 a. 200°C; b. 150°C; c. 70°C

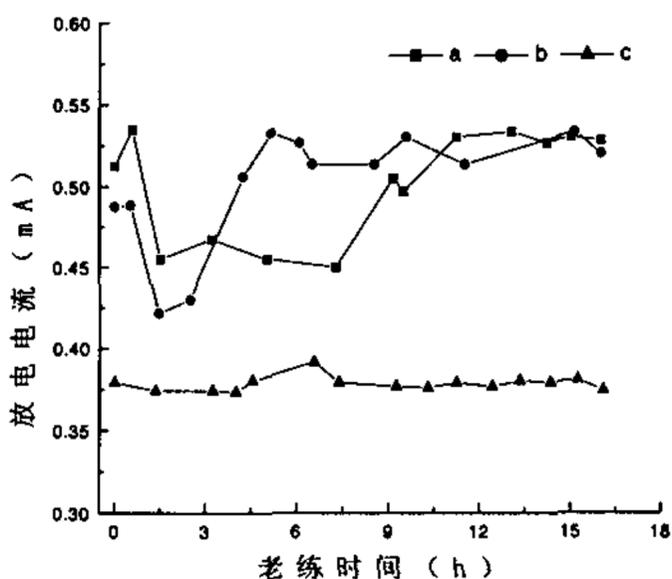


图 5-35 氩离子辅助沉积制备 MgO 薄膜的基底温度对 PDP 放电电流老练曲线的影响 a. 200°C; b. 150°C; c. 70°C

图 5-35 显示了基底温度对 PDP 放电电流老练曲线的影响。在老练过程中，200°C 的基底温度制备的 MgO 薄膜获得的放电电流刚开始是下降的，下降到 0.46mA 左右以后，放电电流开始稳定，在 7 小时以后，放电电流上升，上升到 0.53mA 以后，放电电流又稳定下来；150°C 的基底温度制备的 MgO 薄膜获得的放电电流刚开始也是下降的，下降到 0.43mA 左右以后，放电电流开始

稳定, 不过稳定的时间没有前者长, 在 3 小时以后, 放电电流上升, 上升到 0.53mA 以后稳定下来。70℃的基底温度获得的放电电流虽然在老练过程中一直稳定, 但它比 100℃以上的基底温度获得的放电电流要小的多, 前者获得的放电电流为 0.36mA, 而后者获得的放电电流为 0.53mA。

§ 5.4.3.2 氧离子辅助制备的 MgO 薄膜对 PDP 放电特性的影响

在本节我们将讨论氧离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜对 PDP 放电特性的影响, 考虑的工艺参数主要是离子能量和通氧量。所用的离子源和生成氩离子束的离子源一样。

1. 氧离子能量对 PDP 放电特性的影响

在我们的试验中, 当氧离子能量过高时, 也会引起 MgO 薄膜的皱裂, 甚至脱落。脱落的 MgO 薄膜不仅不能起保护作用, 而且使 PDP 的工作电压升高。在以下的实验结果中, 氧离子能量都低于引起 MgO 薄膜皱裂的最小氧离子能量。

图 5-36 显示了不同能量的氧离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜对 PDP 着火电压老练曲线的影响。在整个老练过程中, 不同能量的氧离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜产生的 PDP 的着火电压变化不大, 而且在着火电压稳定后, 不同能量的氧离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜产生的 PDP 的着火电压都相等。稳定的着火电压约为 196V。

图 5-37 显示了不同能量的氧离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜对 PDP 熄火电压老练曲线的影响。各条熄火电压老练曲线基本重合, 稳定在 146V 左右。

图 5-36 和图 5-37 说明氧离子束辅助蒸发制备 MgO 薄膜的过程中, 氧离子能量的变化产生的 MgO 薄膜对 PDP 着火和熄火电压老练曲线的影响不大。

图 5-38 显示了不同能量的氧离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜对 PDP 记忆余度老练曲线的影响, 由于着火和熄火电压的老练曲线随氧离子能量的变化不大, 记忆余度老练曲线随氧离子能量的变化也不大, 不同氧离子能量获得的稳定的记忆余度基本一致, 为 50V 左右。

图 5-39 显示了不同能量的氧离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜对 PDP 放电电流老练曲线的影响。可以看出不同的氧离子能量获得的放电电流老练曲线是不同的, 虽然不同氧离子能量产生的放电电流随老练时间的增加基本不变, 但是各放电电流是不相等的, 400eV 能量的氧离子获得的放电电流最大, 单电极对的放电电流为 0.9mA; 700eV 能量的氧离子获得的放电电流最小, 单电

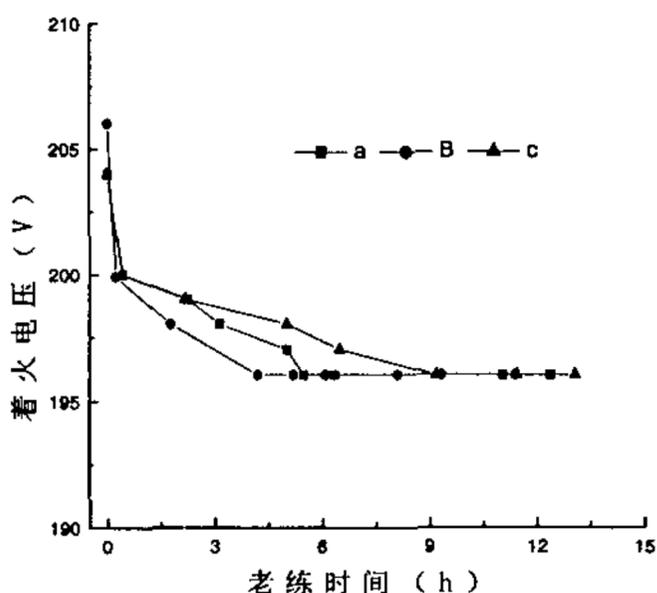


图 5-36 氧离子辅助沉积制备 MgO 薄膜的氧离子能量对 PDP 着火电压老练曲线的影响 a. 200eV; b.400eV; c.700eV

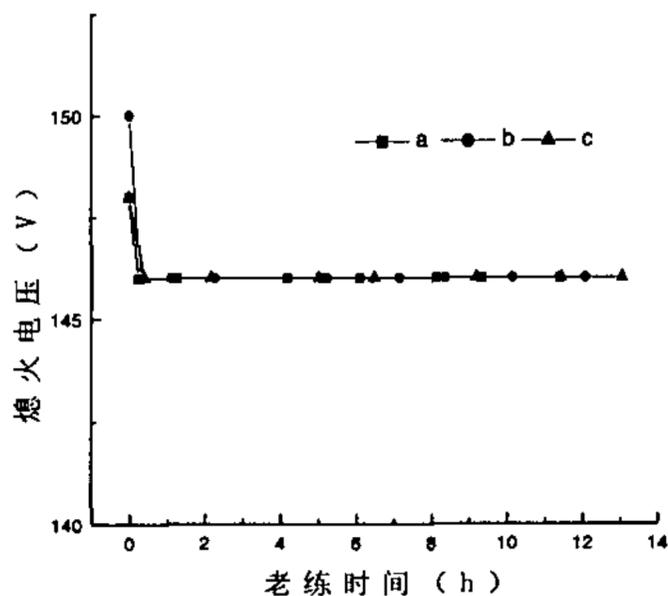


图 5-37 氧离子辅助沉积制备 MgO 薄膜的氧离子能量对 PDP 熄火电压老练曲线的影响 a. 200eV; b.400eV; c.700eV

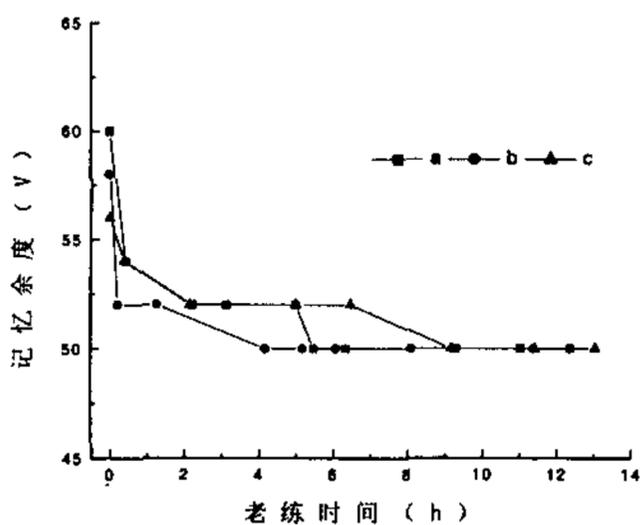


图 5-38 氧离子辅助沉积制备 MgO 薄膜的氧离子能量对 PDP 记忆余度老练曲线的影响 a. 200eV; b.400eV; c.700eV

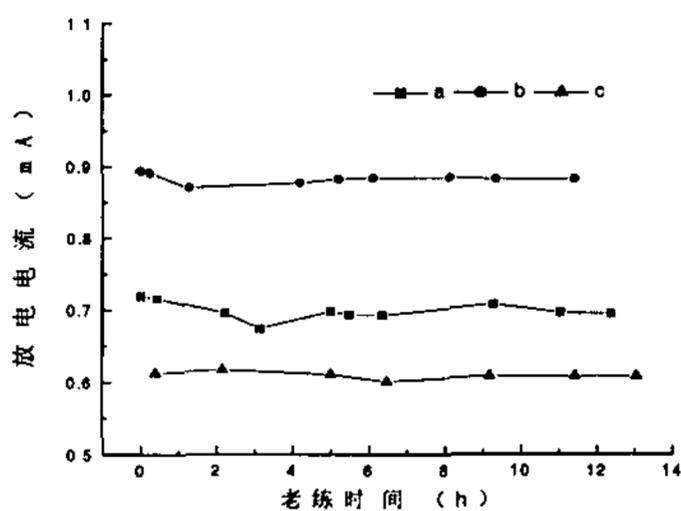


图 5-39 氧离子辅助沉积制备 MgO 薄膜的氧离子能量对 PDP 放电电流老练曲线的影响 a. 200eV; b.400eV; c.700eV

极对的放电电流为 0.6mA; 200eV 能量的氧离子获得的放电电流居中, 单电极对的放电电流为 0.7mA。氧离子束辅助蒸发制备 MgO 薄膜过程中, 选择氧离子能量对于获取高放电电流的 PDP 是很重要的。

2. 氧离子通量对 PDP 放电特性的影响

不仅氧离子能量影响 PDP 的放电特性，而且氧离子的流量也对 PDP 的放电特性产生影响。在我们的试验中，除了氧气通量变化外，其它工艺条件如：离子能量、基底温度等都不变。

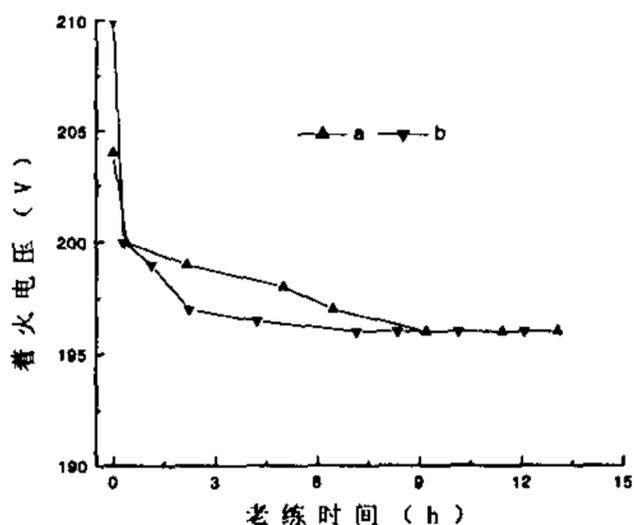


图 5-40 氧离子辅助沉积制备 MgO 薄膜的氧通量对 PDP 着火电压老练曲线的影响 a. 3×10^{-3} pa; b. 9×10^{-3} pa

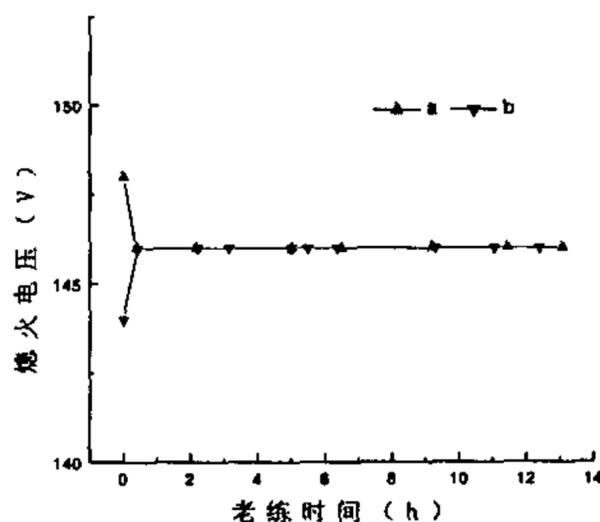


图 5-41 氧离子辅助沉积制备 MgO 薄膜的氧通量对 PDP 熄火电压老练曲线的影响 a. 3×10^{-3} pa; b. 9×10^{-3} pa

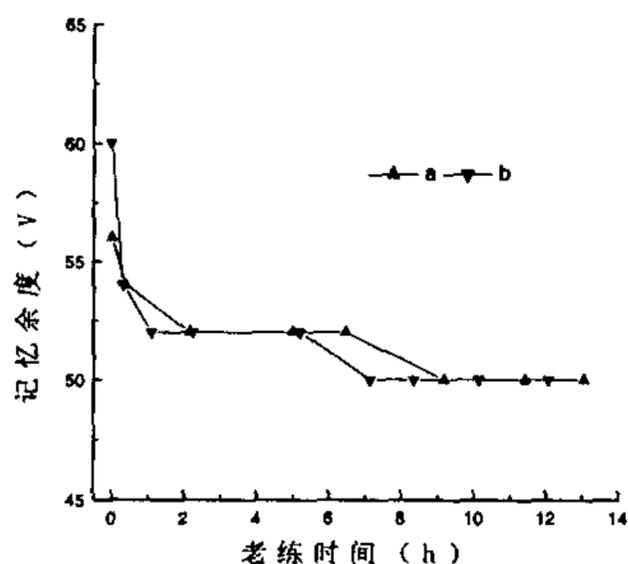


图 5-42 氧离子辅助沉积制备 MgO 薄膜的氧通量对 PDP 记忆余度老练曲线的影响 a. 3×10^{-3} pa; b. 9×10^{-3} pa

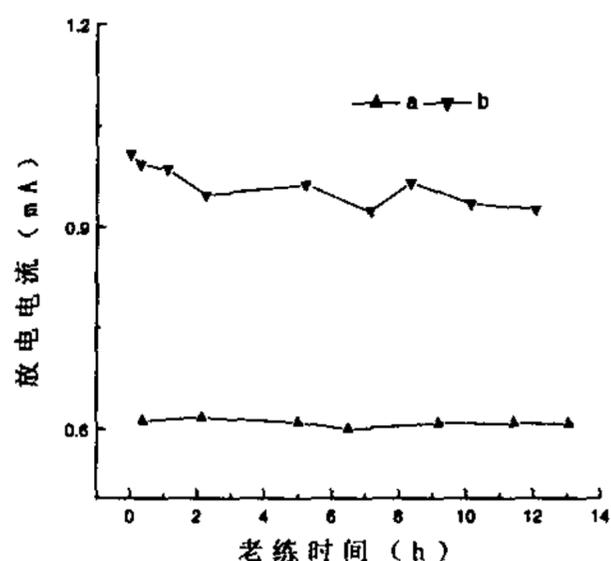


图 5-43 氧离子辅助沉积制备 MgO 薄膜的氧通量对 PDP 放电电流老练曲线的影响 a. 3×10^{-3} pa; b. 9×10^{-3} pa

图 5-40 显示了不同流量的氧离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜对 PDP 着火电压老练曲线的影响。在半小时内，大流量的氧离子流的着火电压从 210V 下降到 200V，小流量的氧离子流的着火电压从 205V 下降到 200V，在随后的老练过程中，随着老练时间的增加，不同能量的氧离子束辅助蒸发制备的

MgO 薄膜产生的 PDP 的着火电压继续下降, 但下降幅度很小, 在 9 小时以后, 着火电压保持不变。而且在 9 小时后, 不同能量的氧离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜产生的 PDP 的着火电压老练曲线重合, 稳定的着火电压约为 196V, 这说明氧离子流量对 PDP 的着火电压影响不大。图 5-40 也说明氧离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 着火电压在老练过程中除了开始的半小时外, 其余时间基本稳定。

图 5-41 显示了不同流量的氧离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜对 PDP 熄火电压老练曲线的影响。不同氧离子流量制备的 MgO 薄膜产生的 PDP 熄火电压老练曲线除了最开始外, 其余老练时间基本重合, 而且重合的熄火电压在老练过程中基本不变, 稳定在 146V 左右, 这说明氧离子流量对 PDP 的熄火电压影响不大, 氧离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 着火电压在老练过程中基本稳定。

图 5-42 显示了不同流量的氧离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜对 PDP 记忆余度老练曲线的影响。氧离子流量对 PDP 记忆余度老练曲线的影响归结于它对 PDP 着火和熄火电压老练曲线的影响。从图中可以看出氧离子流量对 PDP 记忆余度老练曲线的影响不大, 氧离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 记忆余度在老练过程中基本稳定。

图 5-43 显示了不同流量的氧离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜对 PDP 放电电流老练曲线的影响。大、小流量的氧离子束制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 放电电流在老练过程中基本稳定, 但大流量氧离子束的放电电流为每单电极的 0.95mA, 小流量氧离子束的放电电流为每单电极的 0.6mA, 前者比后者大的多, 这说明氧离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 放电电流在老练过程中是稳定的, 但氧离子流量对 PDP 放电电流的影响很大,

§ 5.4.3.3 氩氧混合离子辅助制备的 MgO 薄膜对 PDP 放电特性的影响

本章节我们将讨论混合离子束辅助蒸发的 MgO 薄膜对 PDP 放电特性的影响。使用的离子源不变。混合离子束由氩气和氧气以一定比例混合后导入离子源产生。我们假设从离子源引出的各组分离子流量和导入离子源的组分气体流量成正比。通过不同的阀门控制组分气体的流量, 从而控制混合气体的总通量及组分间的比例, 亦即控制混合离子的总流量及组分离子间的比例。在我们的实验中, 仅讨论了混合气体中组分的比例对 PDP 放电特性的影响, 其它工艺条件如离子能量, 混合气体总流量, 基底温度等不变。氩和氧的比例 (Ar/O_2) 分为小、中、大三种情况考虑。为了和电子束蒸发制备的 MgO 薄膜比

较，以下各图中也显示了通氧情况下，电子束蒸发制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 的放电特性。

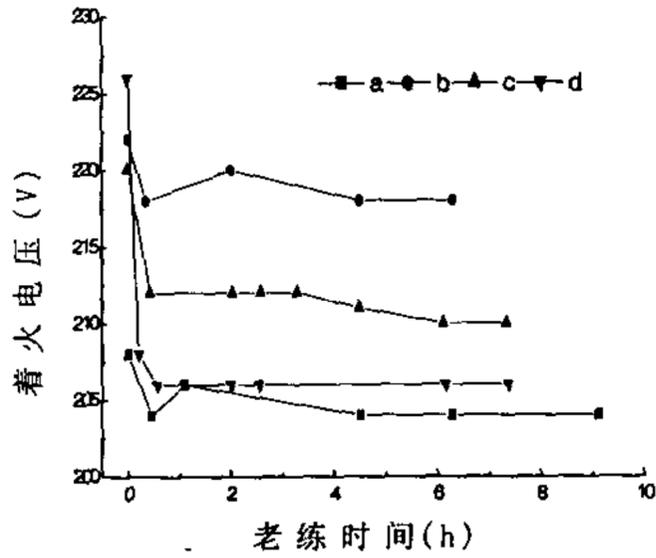


图 5-44 混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜对 PDP 着火电压老练曲线的影响 a. 电子束蒸发; b. Ar/O₂ 大; c. Ar/O₂ 小; d. Ar/O₂ 中

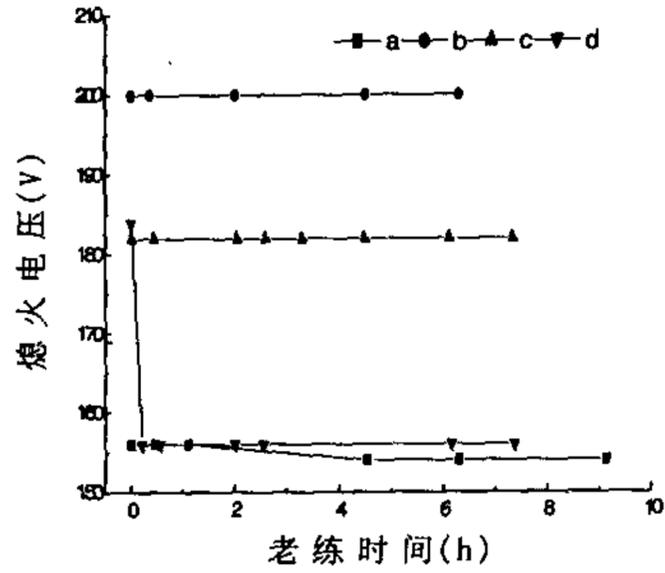


图 5-45 混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜对 PDP 熄火电压老练曲线的影响 a. 电子束蒸发; b. Ar/O₂ 大; c. Ar/O₂ 小; d. Ar/O₂ 中

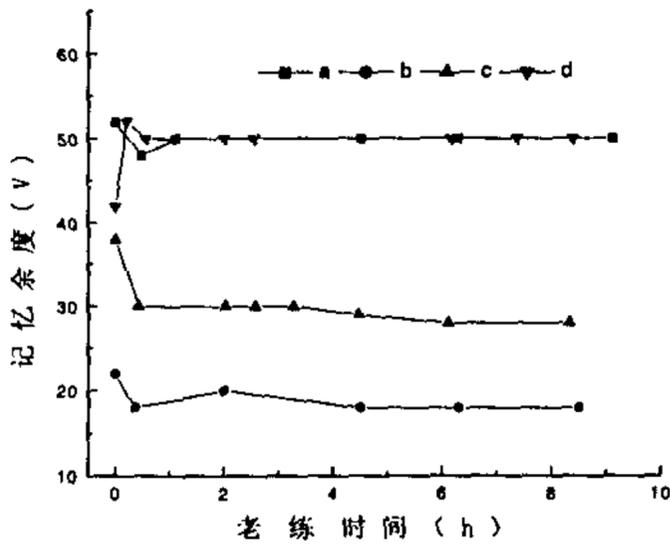


图 5-46 混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜对 PDP 记忆余度老练曲线的影响 a. 电子束蒸发; b. Ar/O₂ 大; c. Ar/O₂ 小; d. Ar/O₂ 中

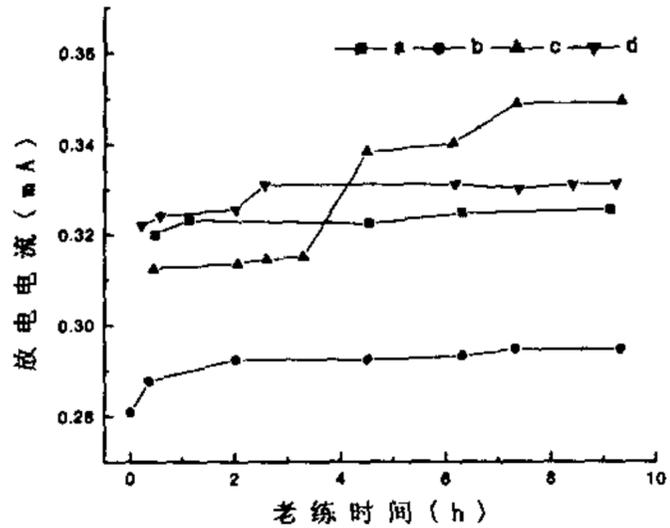


图 5-47 混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜对 PDP 放电电流老练曲线的影响 a. 电子束蒸发; b. Ar/O₂ 大; c. Ar/O₂ 小; d. Ar/O₂ 中

图 5-44 显示了不同比例的氩氧混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜对 PDP 着火电压老练曲线的影响。在半小时内，氩氧混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 着火电压下降。半小时后，随着老练时间的增加，着

火电压都基本保持稳定,但不同比例的混合离子束得到的着火电压不同,着火电压的排列顺序为:Ar/O₂大 > Ar/O₂小 > Ar/O₂中,电压分别为 218V, 212V, 206V。电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的着火电压为 204V。通过比较发现:仅有中等比例的氩氧混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的着火电压接近电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的着火电压。

图 5-45 显示了不同比例的氩氧混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜对 PDP 熄火电压老练曲线的影响。Ar/O₂大或小时,氩氧混合离子的熄火电压在老练的过程中保持不变;Ar/O₂中等时,氩氧混合离子的熄火电压在极短老练时间内下降,随后着火电压保持稳定不变。和着火电压一样,不同比例的混合离子束得到的熄火电压也不同,熄火电压的排列顺序为:Ar/O₂大 > Ar/O₂小 > Ar/O₂中,熄火电压分别为 200V, 182V, 156V。电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的熄火电压为 154V。通过比较发现:也是中等比例的氩氧混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的熄火电压接近电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的熄火电压。

图 5-46 显示了不同比例的氩氧混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜对 PDP 记忆余度老练曲线的影响。各种比例混合离子束辅助蒸发的 MgO 薄膜的记忆余度在老练过程中都比较稳定。中等比例离子束辅助蒸发的 MgO 薄膜的记忆余度和电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的记忆余度相等,达到 50V 左右。虽然大或小比例的离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的记忆余度在老练过程中比较稳定,但它们比前两者都小的多,小比例的离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的记忆余度最低,为 18V 左右;大比例的离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的记忆余度其次,为 30V 左右。

图 5-47 显示了不同比例的氩氧混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜对 PDP 放电电流老练曲线的影响。在老练开始的一段时间内,各种比例混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的放电电流是上升的,在到达某一时间点或电流值后,放电电流开始稳定。各放电电流稳定需要的老练时间不一样,小比例的混合离子束需要最长的老练时间才能使放电电流稳定下来,而且其放电电流在老练过程中的上升幅度也最大。稳定后的放电电流排列顺序是:Ar/O₂小 > Ar/O₂中 > Ar/O₂大,放电电流分别为 0.345mA, 0.33mA, 0.29mA,这说明增加混合离子束中氧离子的比例有利于提高 PDP 的放电电流。作为比较的电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的放电电流为 0.32mA,低于 Ar/O₂小和 Ar/O₂中获得的放电电流,这说明适当比例的氩氧混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的放电电流高于电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的放电电流,有利于提高 PDP 发光强度。

§ 5.5 结果和讨论

从前面的分析中知道, 在 PDP 的放电环境中, 轰击在阴极表面的低能正离子大多数通过俄歇中和机制导致电子发射。MgO 薄膜对 PDP 放电特性的影响基本起源于 MgO 薄膜的俄歇二次电子发射过程, 同时也不排除 MgO 薄膜的光电子发射以及壁电荷收集能力。

在第四节, 我们分析了电子束蒸发和离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜对 AC-PDP 放电特性的影响。制备 MgO 薄膜的工艺参数如基底温度、通氧气量、沉积速率、离子能量等对 PDP 的着火电压、熄火电压、放电电流等影响很大。对获得的实验结果, 可以通过制备参数对 MgO 薄膜内部结构的影响和放电过程中产生的粒子的轰击引起的 MgO 膜表面特性的改变来解释。

在 MgO 薄膜的老练过程中, 由于 Ne^+ 和 Xe^+ 离子的轰击作用, 薄膜表面产生大量的氧离子空位, E_d 能级的密度增加, $\gamma(\text{Xe}^+)$ 增加, 使得 PDP 的着火电压在老练初期, 都有一个下降趋势; 由于电子束蒸发制备的 MgO 薄膜中都含有过剩的氧, 在 PDP 老练过程中, 在空位附近的氧填充原子向薄膜表面扩散, 和氧离子空位复合; 在老练一段时间后, 氧离子空位或 E_d 能级的密度达到动态平衡, PDP 的着火电压稳定。着火电压老练曲线的变化主要取决于氧离子空位或 E_d 能级的密度的变化, 至于不同工艺制备的 MgO 薄膜的着火电压在稳定后的不同可能和薄膜的结晶取向有很大关系, 当然, 也不排除 E_d 能级或 E_s 能级的密度的影响。

不通氧气电子束蒸发制备的 MgO 薄膜中, 低温低速制备的 MgO 薄膜的着火电压低于高温高速生长的 MgO 薄膜的着火电压, 而且前者比后者稳定; 在第三章已经说明低温低速制备的 MgO 薄膜存在(111)晶面择优取向, 结晶性好于高温高速生长的 MgO 薄膜, 尽管后者也是(111)晶面择优取向, 但(200)晶面的衍射峰的强度很强, 而(111)晶面的衍射峰的强度比低温低速制备的 MgO 薄膜的(111)晶面的衍射峰的强度低。(111)晶面择优取向的 MgO 薄膜有最大的 γ , 低温低速制备的 MgO 薄膜有低的着火电压; 另外, 由于高温高速生长的 MgO 薄膜的结晶性不好, 晶界较多, 填充的氧原子更易扩散, 使得在老练一段时间后, 薄膜表面的氧离子空位减少, 大量的氧聚集在薄膜的表面, E_s 能级的增加, 着火电压在稳定一段时间后又增加, 不过由于 MgO 薄膜在不停地被溅射, 薄膜表面的氧离子空位又有增加的趋势, 使得着火电压有下降趋势。由于薄膜表面 E_d 和 E_s 能级的密度随老练时间的变化, 高温高速生长的 MgO 薄膜的着火电压起伏变化。

低温低速生成的 MgO 薄膜的熄火电压、记忆余度和放电电流在老练一段时间后稳定。高温高速生长的 MgO 薄膜的熄火电压从开始急剧下降, 随后熄火电压缓慢下降, 随着老练时间的进一步的增加, 高温高速生长的薄膜的熄火电压可能低于低温低速生成的 MgO 薄膜的熄火电压; 记忆余度随老练时间的增加而增加, 到一定时间后随老练时间的增加而缓慢下降; 放电电流老练很短的时间就上升到一定值, 从此之后放电电流缓慢下降。熄火电压和放电电流的稳定性可能和 MgO 薄膜的择优取向性有关, MgO 薄膜择优取向越明显, PDP 的熄火电压和放电电流越稳定。高温高速生长的 MgO 薄膜的熄火电压随老练时间的变化也可能反映了薄膜表面收集壁电荷能力的变化。

考虑到 PDP 的生产效率, 希望在室温下, 高速生长介质保护薄膜, 但室温薄膜可能存在薄膜牢固度不高以及高速薄膜存在结晶性不好的问题。鉴于不通氧电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的缺点, 我们决定在电子束蒸发制备 MgO 薄膜的过程中通一定量的氧气以求得 MgO 薄膜能满足 PDP 的生产要求。

通氧制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 的放电特性在老练一段时间后都很稳定。通氧制备的 MgO 薄膜中, 一定基底温度制备的 MgO 薄膜的着火或熄火电压最低, 而放电电流最大, 总的说来, 中等基底温度制备 MgO 薄膜的着火或熄火电压低, 放电电流大; 而高温和低温制备的 MgO 薄膜的着火或熄火电压高, 放电电流低; 高温和低温制备的 MgO 薄膜的记忆余度高于中等温度制备的薄膜的记忆余度。联系到不同基底温度制备的 MgO 薄膜的结晶取向, 我们可以发现 PDP 的放电特性受 MgO 薄膜的结晶性的影响很大。氧气环境中制备的 MgO 薄膜存在显著的(111)晶面择优取向, 一定基底温度制备的 MgO 薄膜具有最高的结晶度; 结晶度越高, γ 越高, 使得 PDP 的放电特性越稳定, PDP 的工作电压和熄火电压越低, 放电电流越大。

通氧量的变化使得 MgO 薄膜的结构不同, 导致 PDP 的工作电压变化。不通氧气制备的 MgO 薄膜产生的 PDP 的着火电压高于通氧气制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 的着火电压, 而且着火电压、熄火电压及放电电流随老练时间增加而逐渐降低。通氧气制备的 MgO 薄膜中, 高氧气量制备的 MgO 薄膜产生最高的着火电压和最长的着火电压稳定所需的老练时间, 中等通氧量制备的 MgO 薄膜产生最低的 PDP 的着火电压、最大的放电电流和最短的着火电压稳定所需的老练时间, 但记忆余度最低; 不过通氧量的变化似乎对 PDP 的熄火电压的影响不大。通氧量的变化使得 MgO 薄膜结晶性的变化, 以此实现对 PDP 放电特性的影响, 不过缺陷能级的存在对 PDP 放电特性的影响也不能排除, 因为高氧气量制备的 MgO 薄膜中的氧含量必定高, 老练过程中大量的氧聚集在薄膜的表面, E_s 能级的增加, 产生了最高的 PDP 着火电压和长的老练时间。

不同沉积速率制备的 MgO 薄膜产生的 PDP 的着火电压不同：低沉积速率 > 高沉积速率 > 中等沉积速率；熄火电压：低沉积速率 = 中等沉积速率 > 高沉积速率，都低于不通氧气、低温低速制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 的熄火电压；记忆余度：低沉积速率 > 高沉积速率 > 中等沉积速率，不通氧气低温低速制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 记忆余度最低。放电电流：高沉积速率 > 中等沉积速率 > 低沉积速率，不通氧气，低温低速制备的 MgO 薄膜获得的放电电流低于通氧气、高沉积速率制备的 MgO 薄膜获得的放电电流而高于另外两者。沉积速率对 PDP 的工作电压的影响也可归结于沉积速率的不同引起的 MgO 薄膜结构的变化，进而使得二次电子发射系数变化；不过从放电电流、着火电压及熄火电压三者的关系来看，尽管高速制备的 MgO 薄膜的着火电压不是最低，但其放电电流最大，熄火电压最低。按照前面的分析，由于高速制备的 MgO 薄膜的着火电压不是最低的，其放电电流也不应该最大，熄火电压不应该最低。引起不一致的原因可能是高速制备的 MgO 薄膜在着火后除了二次电子发射外，由于 Xe 激发态的退激发产生的 147nm 的紫外线产生了额外的光电子发射。只有这样，才能使放电电流最大，熄火电压最低。

电子束蒸发制备的 MgO 薄膜中，一定的通氧量下，适当的基底温度和沉积速率制备的 MgO 薄膜由于存在高结晶度的(111)晶面择优取向，使得 PDP 的工作电压最低，放电电流最大。

对于离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜，由于离子能量、离子种类、基底温度等试验条件的变化，MgO 薄膜的结构特性发生变化；MgO 薄膜结构的变化使得 PDP 的放电特性变化。

一定的通氧量下，氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜使得 PDP 的着火电压、熄火电压降低、记忆余度和放电电流增大。通氧量很低时，氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜使得 PDP 的着火电压、熄火电压增大、记忆余度和放电电流降低，这说明氩离子辅助蒸发制备 MgO 薄膜过程中通一定量的氧气是很有必要的。

氩离子辅助蒸发制备 MgO 薄膜的过程中，氩离子能量的增加，PDP 的着火电压、熄火电压增加，记忆余度降低。

氩离子辅助蒸发制备 MgO 薄膜的过程中基底温度的变化也可能引起 PDP 放电特性的变化。高温制备的 MgO 薄膜使得 PDP 的着火电压在老练过程中稳定，低温生长的 MgO 薄膜使得 PDP 的着火电压在老练过程中不稳定，不过，在一段老练时间后，高、低温生长的 MgO 薄膜的着火电压相同；高温生长的 MgO 薄膜的熄火电压略低于低温生长的 MgO 薄膜的熄火电压；高温生长的 MgO

薄膜的放电电流在老练初期虽然不及低温生长的 MgO 薄膜的放电电流稳定，但稳定后的放电电流比低温生长的 MgO 薄膜的放电电流大得多。

从第四章分析得知氩离子辅助蒸发制备 MgO 薄膜的工艺中有下列情况易生成(200)晶面择优取向的 MgO 薄膜：1. 氧通量低；2. 氩离子能量高；3. 基底温度高。易生成(111)晶面择优取向的 MgO 薄膜的工艺为：1. 氧通量高；2. 氩离子能量低；从本章的试验结果可以发现：相对于(200)晶面择优取向的 MgO 薄膜，(111)晶面择优取向的 MgO 薄膜确实更能降低 PDP 的着火电压、熄火电压，提高记忆余度和放电电流，有力地证明了(111)晶面择优取向的 MgO 薄膜具有最大的二次电子发射系数的观点。相对于低温制备的 MgO 薄膜，高温制备的 MgO 薄膜的结晶性好，高温 MgO 薄膜获得的 PDP 着火电压的稳定性要优于低温 MgO 薄膜；一段老练时间后，高低温 MgO 薄膜的着火电压一致又说明基底温度对 MgO 薄膜的结晶性影响不太大。高温制备的 MgO 薄膜的熄火电压低，而放电电流高，可能说明了含有缺陷但又致密的 MgO 薄膜更利于光电子发射的产生。

不象电子束蒸发制备的 MgO 薄膜由于结晶度的不同产生不同的着火电压和熄火电压，氧离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜不因为结晶度的不同而产生不同的着火电压和熄火电压。尽管不同能量和流量的氧离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的结晶度不一样，但它们对 PDP 的着火电压、熄火电压及记忆余度的影响不大，只是放电电流的老练曲线不同，稳定的放电电流排列顺序为：能量中>能量小>能量大，流量大>流量中>流量小。着火电压、熄火电压的稳定可能是因为高结晶度的 MgO 薄膜不及低结晶度的 MgO 薄膜致密，致密的 MgO 薄膜的缺陷浓度大， E_d 能级密度的增加弥补了由于结晶度低，二次电子发射能力的不足。至于发射电流的变化似乎和薄膜中的氧含量有关，因为大流量的氧离子辅助蒸发制备高氧含量的 MgO 薄膜。

不同比例的混合离子束制备的 MgO 薄膜获得的着火电压和熄火电压不同，着火电压和熄火电压的排列顺序为： Ar/O_2 大 > Ar/O_2 小 > Ar/O_2 中。中等比例的氩氧混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的着火电压和熄火电压接近电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的着火电压和熄火电压；中等比例离子束辅助蒸发的 MgO 薄膜的记忆余度最大，和电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的记忆余度相等；稳定后的放电电流排列顺序是： Ar/O_2 小 > Ar/O_2 中 > Ar/O_2 大，这说明增加混合离子束中氧离子的比例有利于提高 PDP 的放电电流。作为比较的电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的放电电流低于 Ar/O_2 小 和 Ar/O_2 中获得的放电电流，这说明适当比例的氩氧混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的放电电流高于电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的放电电流，有利于提高 PDP 发光强度。

从第四章分析中我们知道 Ar/O₂ 越小时, MgO 薄膜(111)晶面的结晶度越高, 但本章的试验结果是 Ar/O₂ 小的 MgO 薄膜获得了非最低的工作电压, 这也说明结晶度并不是决定 PDP 放电特性的唯一因素。Ar/O₂ 中制备的 MgO 薄膜的结晶度虽然不是最高, 但工作电压最低。相对 Ar/O₂ 小制备的 MgO 薄膜来说, Ar/O₂ 中制备的 MgO 薄膜的氧含量或 E_s 能级的密度小一些, 这些可能提高了薄膜的二次电子发射能力。

对于离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜, (111)晶面择优取向的 MgO 薄膜比(200)晶面择优取向的 MgO 薄膜更能降低 PDP 的工作电压, 增加放电电流。只有具有(111)晶面择优取向, 结晶度高同时氧含量适当的 MgO 薄膜, 比如 Ar/O₂ 中、离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜, 才能使 PDP 的工作电压、记忆余度以及放电电流达到甚至优于电子束蒸发制备的 MgO 薄膜获得的水平。

显示屏的发光强度、发光效率和放电电流有直接的关系。因为发光强度也和屏的结构, 可见光透射率以及荧光粉对紫外光的量子转化效率等有关, 给出明确的数学模型是很困难的, 但是单一的参数, 如放电电流, 对发光强度的影响是很明确的。可以肯定在其它参数不变, 而只考虑 MgO 薄膜的影响的情况下, 放电电流增加的话, 发光强度是增加的; 因为放电电流增加, 各种粒子间的碰撞几率增加, 紫外光的发射强度增加, 发光强度增强。

放电电流对发光效率的影响可以用 5-19 式表示^[145]。在发光面积, 维持电压相同的前提下, 发光效率随放电电流的增加而减小, 随发光强度的增加而增加。由于放电电流增加必然引起发光强度的增加, 故 5-19 式还不能完全说明放电电流的变化对发光效率的影响趋势。

$$\eta = \frac{\pi SB}{V(I - I_0)} \quad 5-19$$

- η 发光效率
- S 发光面积
- B 发光强度
- I 测量区域所有像素都点亮时的放电电流
- I_0 测量区域所有像素都熄灭时的位移电流

不过, 有人认为低放电电流是获得高发光效率的最有效因素, 结晶性好的 MgO 薄膜有低的放电电流^[98], 可能是测量放电电流的方法不一样, 我们试验结果表明结晶性好的 MgO 薄膜有高的放电电流。

第六章 后工序对 MgO 薄膜特性的影响

MgO 薄膜在等离子体显示器的制备过程中要经过封接, 充气, 排气, 老练等一系列的后工序, 研究在经过这些后工序后 MgO 薄膜特性的变化对于深入了解 MgO 薄膜对 PDP 放电特性的影响是很重要的。在后工序中对 MgO 薄膜特性影响最大的是退火和老练。在封接, 充气, 排气过程中的退火能引起薄膜的结晶取向, 形貌, 光谱等特性发生变化; 老练主要是老练过程中的离子轰击使得 MgO 薄膜的特性发生变化, PDP 的放电特性由此可能发生变化。

§ 6.1 高温退火对 MgO 薄膜特性的影响

§ 6.1.1 MgO 薄膜的结晶取向

图 6-1 是在干燥空气中两种不同退火温度下电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的 X 射线衍射图及未退火的 MgO 薄膜的 X 射线衍射图。随退火温度的增加, 择优取向的晶面不变, MgO 薄膜的 (111) 晶面的衍射峰逐渐增强, 峰值半高宽减小, 晶粒变大; 薄膜结晶性变好。

氦离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜在干燥空气中退火 40 分钟, 退火温度为 450℃。图 6-2 显示了在退火前后 MgO 薄膜的 X 射线衍射图。在薄膜退火以后, (200) 结晶面衍射峰强度大大增强, 从 600cps 增加到 1300cps; 峰值半高宽变窄, 从 0.554 降低到 0.35。这说明氦离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜经过干燥空气中退火以后, 晶粒长大, 结晶进一步完善, 结晶性变好。

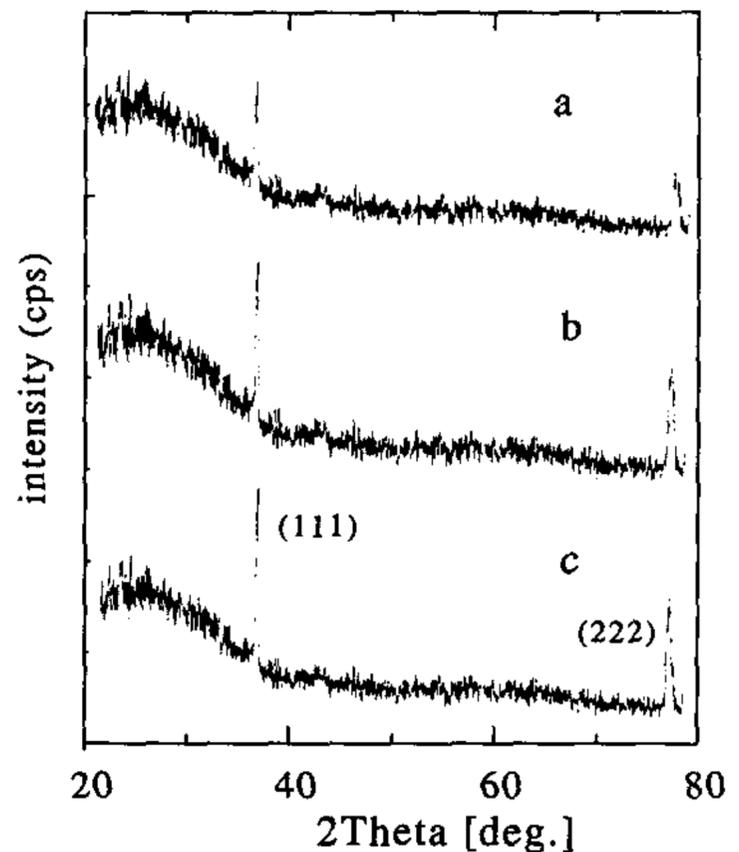


图 6-1 不同退火温度下 MgO 膜的 X 射线衍射图 a. 未退火; b. 450℃; c. 550℃

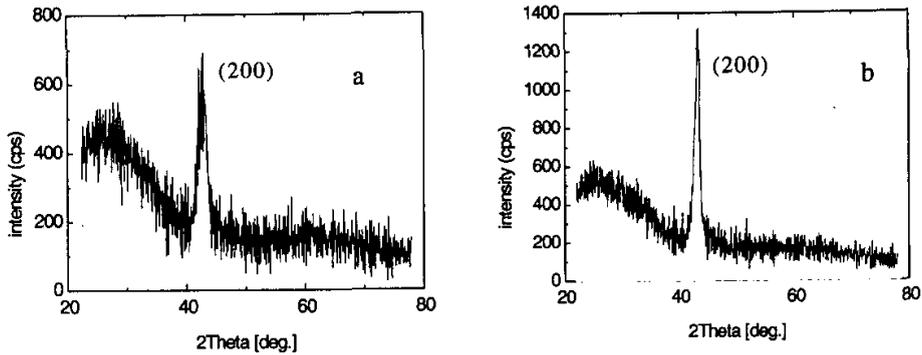


图 6-2 在退火前后 MgO 薄膜的 X 射线衍射图 a.退火前; b.退火后

不管是 (111) 还是 (200) 结晶面择优取向的 MgO 薄膜进行退火处理都有利于薄膜中氢氧化物 ($\text{Mg}(\text{OH})_2$) 的分解, 水蒸气的排除; 退火的时间越长或退火温度越高, 氢氧化物分解越彻底, 越有利于薄膜中晶体的形成和生长。退火处理不仅可以排除膜中的水蒸气, 而且有利于薄膜中未结晶成分的结晶。

§ 6.1.2 MgO 薄膜的可见和红外光谱

高温退火对 MgO 薄膜的可见和红外光谱的影响很大, 不同工艺条件制备的 MgO 薄膜在高温退火前后光谱的变化不一致。

不同基底温度在退火前的可见光透射率基本一样(见第三章的图 3-24), 但在退火后的光谱是有变化的。随着基底温度降低, MgO 薄膜的透射率降低, 在基底温度为 250°C 制备的 MgO 薄膜的平均透射率没有变化, 只是透射率的极值所处着的波长位置发生了变化; 而在低温甚至室温下制备的 MgO 薄膜退火后透射率的极大和极小值下降, 平均透射率下降(如图 6-3)。

不同的通氧量对 MgO 薄膜可见光谱的影响也主要表现在薄膜退火之后。如果不退火的话, 不管制备的过程中是否通氧气, 薄膜在可见光区域的平均透射率都在 90% 左右, 几乎没有变化。但是在空气中 450°C 下将样品退火后, 低通氧量制备的 MgO 薄膜的透射率下降明显, 特别是不通氧气制备的 MgO 薄膜的平均透射率下降到 80% 左右, 而高通氧量制备的 MgO 薄膜的平均透射率基本不变, 图 6-4 显示了退火对通氧与不通氧两种情况制备的 MgO 薄膜可见光谱的影响。为了便于比较, 图 6-4 也显示了不通氧制备的 MgO 薄膜在退火

前的可见光谱。通过比较退火前后光谱的变化发现：变化的透射率曲线是未退火的光谱曲线的下移，而极值的位置即极大透射率或极小透射率对应的波数位

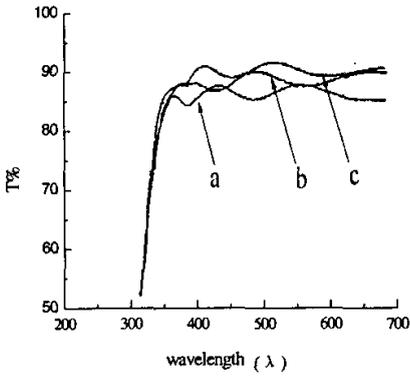


图 6-3 不同基底温度制备的 MgO 薄膜在退火后的透射光谱, a. 70°C; b. 150°C; c. 250°C

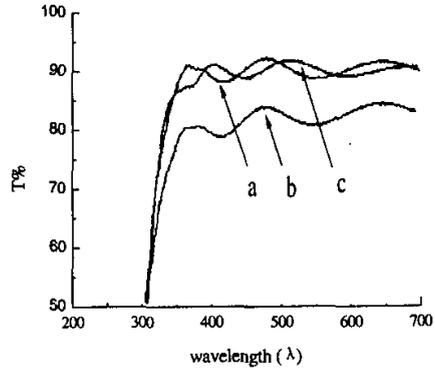


图 6-4 通氧与不通氧制备的 MgO 膜退火后的透射光谱, a. 不通氧, 不退火; b. 不通氧, 退火; c. 通氧, 退火

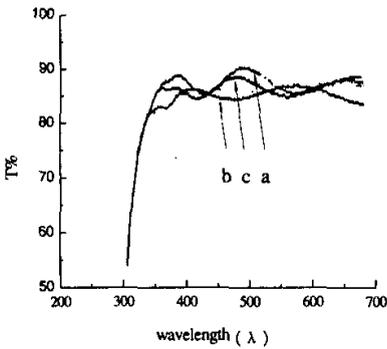


图 6-5 不同 Ar⁺ 能量制备的 MgO 薄膜退火后的透过光谱 a. 200eV; b. 400eV; c. 700eV

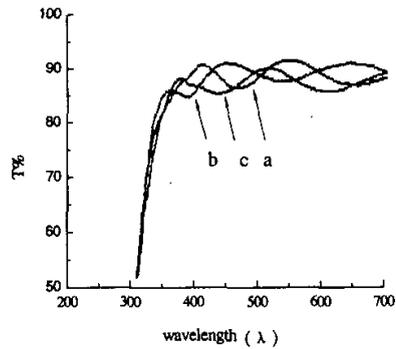


图 6-6 不同 O⁺ 能量制备的 MgO 薄膜退火后的透过光谱 a. 200eV; b. 400eV; c. 800eV

置基本不变, 这说明经过退火后, 不通氧气制备的 MgO 薄膜的结构可能发生

了很大的变化, 结构的变化可能使得 MgO 薄膜的吸收率增大。很显然, 可见光吸收率大的 MgO 薄膜大大降低了等离子体显示器的发光强度或发光效率。

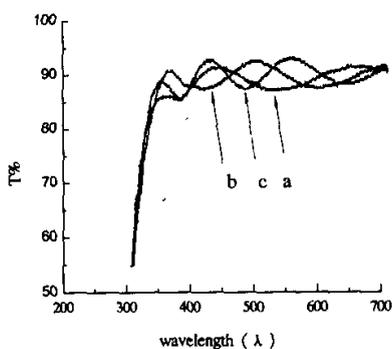


图 6-7 退火对不同离子种类制备的 MgO 薄膜透射率的影响 a. 电子束蒸发, 无离子辅助; b. 氧离子辅助; c. 氧离子和氩离子同时辅助

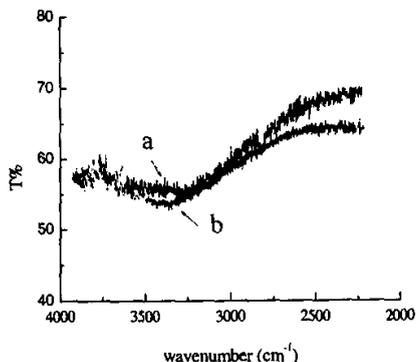


图 6-8 退火对不同温度制备的薄膜红外光谱的影响. a. 70°C; b. 250°C

对于离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜, 高温退火的结果发现中等能量氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的透射率相对于退火前下降, 而其它 MgO 薄膜的透射率基本不变 (如图 6-5), 只是透射率曲线的极值峰位向短波方向移动。图 6-6 显示了氧离子辅助制备的 MgO 薄膜在退火后的可见光透射率。低能氧离子获得的 MgO 薄膜的平均通过率在退火前后基本不变, 高能氧离子获得的 MgO 薄膜的平均通过率在退火后有所提高, 但仍然低于低能氧离子获得的平均通过率。

第四章的图 4-21 已经显示离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜退火前的透射率都小于电子束蒸发制备的 MgO 薄膜退火前的透射率, 在离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜中, 氧离子辅助生成的 MgO 薄膜的透射率最高, 其次是混合离子辅助生成的 MgO 薄膜的透射率。但是在高温退火后, 离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜可见光透射率发生了变化。图 6-7 显示了电子束蒸发和氧离子束及氩氧混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜在退火后的可见光透射率曲线。氧离子及氩氧混合离子辅助沉积制备的 MgO 薄膜的透射率升高, 都略高于电子束蒸发制备的 MgO 薄膜退火后的透射率, 电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的透射率基本不变。

高温退火对于 MgO 薄膜红外光谱的影响是很大的，不管是什么工艺制备的 MgO 薄膜，在干燥空气中高温退火后，水分等杂质引起的各种红外吸收峰的强度都大大减弱。图 6-8 显示了退火后不同基底温度制备的 MgO 薄膜的红外光谱，相对于第三章的图 3-25 可以看出：氧环境中，基底温度分别为 70℃ 和 250℃，电子束蒸发制备的 MgO 薄膜在高温退火后，代表水分等杂质的吸收峰(波数为 3450cm^{-1} 的位置)的强度大大减弱，但不能完全消失，这说明 MgO 薄膜在干燥的空气中高温退火后水分等杂质的含量大大减少，但是水分等杂质不能完全消失。

§ 6.1.3 MgO 薄膜的表面和断面形貌

本节我们将讨论退火后不同工艺条件制备的 MgO 薄膜表面和断面形貌，从形貌的变化中我们可以定性地说明不同工艺条件制备的 MgO 薄膜的牢固度。因为 MgO 薄膜牢固度的不同，薄膜表面产生裂纹的几率不一样，薄膜牢固度越低，薄膜表面产生裂纹的可能性越大。MgO 薄膜表面裂纹的有无和裂纹的多少对于 PDP 的放电特性的影响很大。

我们制备 MgO 薄膜的方法是电子束蒸发和离子束辅助蒸发两种方法，在电子束蒸发的过程中，变化的工艺参数为基底温度，沉积速率及通氧气量；在离子束辅助蒸发制备 MgO 薄膜的过程中，变化的工艺参数为基底温度，离子能量，通气量及离子束种类。不同制备方法和各种制备方法中不同的工艺条件都可能产生不同牢固度的薄膜，在经过高温退火后，薄膜的牢固度又可能发生变化。我们通过观测经过热处理等工艺后的 MgO 薄膜表面状况的变化或者断面形貌来定性研究 MgO 薄膜牢固度的变化。为了和等离子体显示屏的制作工艺一致，我们在干燥的空气中 450℃ 下将 MgO 薄膜进行退火处理，退火时间为 30 分钟左右。

首先考虑电子束蒸发制备的 MgO 薄膜。结果发现不管在制备过程中是否通氧气，不同工艺制备的 MgO 薄膜在高温退火后表面都没有裂纹产生，更没有薄膜脱落，MgO 薄膜表面变光滑，孔洞变少，似乎薄层更致密。图 6-9 显

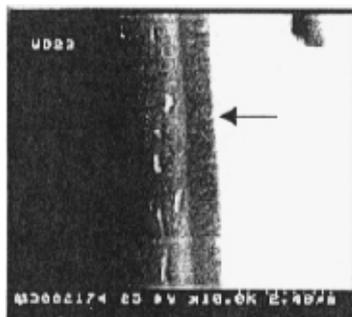


图 6-9 电子束蒸发制备的 MgO 薄膜高温退火后的断面形貌

示的电子束蒸发制备的 MgO 薄膜在高温退火后的断面形貌说明了电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的牢固度好。

离子束辅助制备薄膜的优点之一就是增加薄膜和基底材料的结合能力，防止薄膜在后工序或使用中脱落或出现裂纹。本文重点研究了离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜在经过高温退火后的表面或断面形貌。

离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜中，不同离子种类以及其它不同工艺条件制备的 MgO 薄膜在高温退火后的形貌不一样。

为了比较不同离子能量辅助蒸发制备的 MgO 薄膜在 450℃退火后牢固度的区别，本文对离子能量分别为 200eV, 400eV, 700eV, 1keV 的氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜进行高温退火实验，结果发现在不同能量的氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜中，能量在 700eV 以上的氩离子生成的 MgO 薄膜在 450℃退火后脱膜，低能生长的 MgO 薄膜和基底的结合力好。如果进一步提高退火温度，可以发现不同能量的离子辅助沉积获得的薄膜的表面形貌不一样。

能量在 700eV 以上的氩离子生成的 MgO 薄膜大部分掉膜并伴随裂纹的产生，特别是沿电极方向薄膜的损坏特别厉害。图 6-10 显示了高能氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的表面形貌，图中的黑色斑点表示 MgO 薄膜已脱落。100 倍的表面形貌显示在 MgO 薄膜表面有几条平行的黑直线，直线的宽度和直线间的距离正好和试验屏中电极的宽度和电极间的间距一致，这说明 MgO 薄膜的脱落主要集中在电极的周围。1000 倍的表面形貌 1 显示了电极周围 MgO 薄膜表面更详细的特征。电极周围 MgO 薄膜表面除了大小不一，各种形状的黑斑点外还有一些灰色的斑点，黑色的细条纹以及大量的发亮区域，灰色的斑点表示 MgO 薄膜脱落不完全，黑色的细条纹表示 MgO 薄膜表面细微的裂纹，大量的发亮区域可能是 MgO 薄膜表面的突起，只不过还没有脱落，这说明 MgO 薄膜可能是因为压应力的作用而脱膜。如果观测区域为电极间的 MgO 薄膜表面区域，图中的 500 倍表面形貌和 1000 倍表面形貌 2 显示了该区域的详细特征。500 倍的表面形貌显示 MgO 表面也有一些黑色斑点和灰色斑点及少量的裂纹，灰色斑点的密度大于黑色斑点的密度，不过这些斑点的密度远小于电极周围的 MgO 表面的斑点密度，这说明 MgO 薄膜大部分没有彻底脱落。1000 倍表面形貌 2 显示电极间的 MgO 薄膜表面的裂纹特征。裂纹宽而长，裂纹中心的 MgO 薄膜还存在，而边沿的薄膜向上翘起，这进一步说明 MgO 薄膜可能是因为压应力的作用而脱膜；在裂纹周围，灰色斑点很多，这说明 MgO 薄膜的脱落主要是部分脱落。图 6-10 显示出高温退火后 MgO 薄膜的牢固度在不同区域不同，在电极周围，主要是沿电极方向，MgO 薄膜的牢固度最低，薄膜表面最易产生裂纹。

在 400eV, 200eV 及更低能量的氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜中, 表面脱膜现象少, 但也有大量的裂纹产生。图 6-11 显示了 200eV 的氩离子辅助生成的 MgO 薄膜的表面形貌。和图 6-10 中显示的高能氩离子辅助生成的

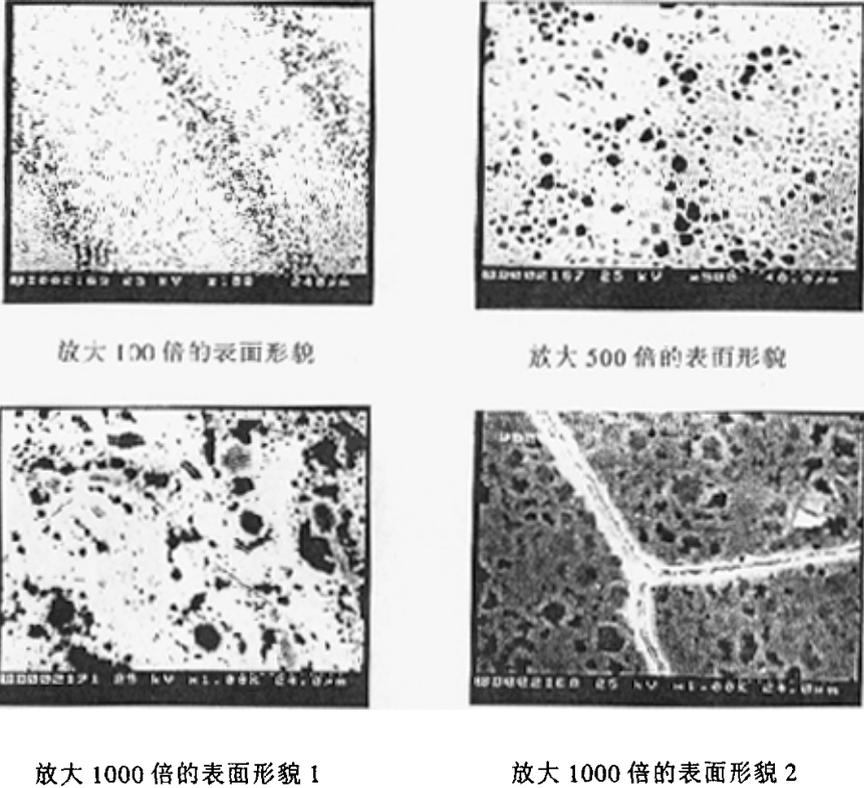


图 6-10 高能氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的表面形貌

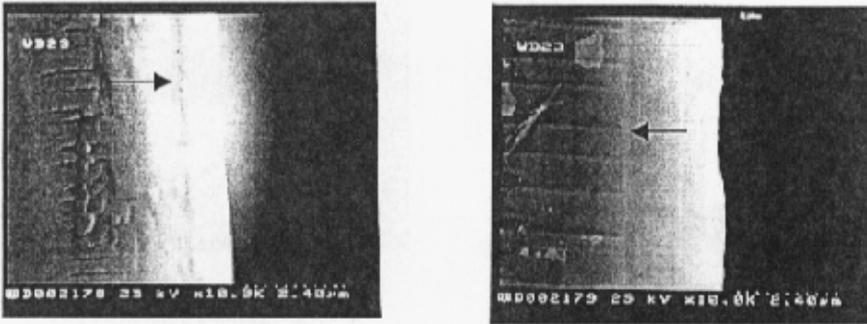
MgO 薄膜的裂纹相比, 低能氩离子辅助生成的 MgO 薄膜的裂纹宽而且深。从不同能量生成的薄膜产生的裂纹深度来看, 可能低能氩离子辅助蒸发生成的 MgO 薄膜的牢固度要比高能氩离子辅助蒸发生成的 MgO 薄膜的牢固度要强。另外, 我们可以从薄膜脱落的面积或黑斑的密度来看, 高能氩离子辅助生成的 MgO 薄膜脱落的面积或黑斑的密度比低能氩离子辅助生成的 MgO 薄膜脱落的

面积或黑斑的密度要大，这说明氩离子辅助制备 MgO 薄膜的过程中，氩离子的能量过高，不利于提高 MgO 薄膜和基底材料的结合力。

除了氩离子能量对 MgO 薄膜的牢固度产生影响外，基底温度也对牢固度产生影响。图 6-12 显示了氩离子辅助作用下，高、低基底温度制备的 MgO 薄膜的断面形貌。可以发现高温制备的 MgO 薄膜和基底间的某些区域有明显的缝隙，而低温制备的 MgO 薄膜和基底间的分界面虽然很清晰，但薄膜和基底间的结合很好。这说明氩离子辅助作用下，低温制备的 MgO 薄膜的牢固度高于高温制备的 MgO 薄膜的牢固度。



图 6-11 低能氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的表面形貌



高温 MgO 薄膜的断面形貌

低温 MgO 薄膜的断面形貌

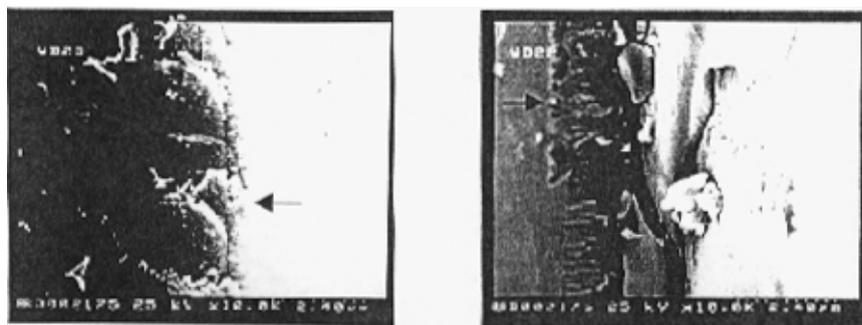
图 6-12 氩离子辅助作用下，高、低基底温度制备的 MgO 薄膜的断面形貌

氩离子能量和基底温度一定，而通氧量不同时， MgO 薄膜在 $450^{\circ}C$ 退火后的形貌也不一样，适当的通氧量制备的 MgO 薄膜和基底结合力强，在干燥空气中 $450^{\circ}C$ 退火后， MgO 薄膜表面完好无损，断面也显示 MgO 薄膜和基底材料结合的很好。

我们还可以发现不同氧离子能量辅助蒸发制备的 MgO 薄膜在高温退火后断面形貌的不同，由此可推断牢固度的变化。

如果直接将氧气通入离子源，不同能量的氧离子生成的薄膜的牢固度和前面几种情况不一样，即使低基底温度和中等离子能量生成的 MgO 薄膜也易掉膜，特别是在 450℃ 退火后，但是如果将薄膜的厚度减少，脱膜现象消失。

图 6-13 显示了不同能量的氧离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜在高温退火后的断面形貌。可以发现氧离子能量为 600eV 时，MgO 薄膜已经和基底材料分开了，随时都可脱落；而氧离子能量为 200eV 时，MgO 薄膜和基底材料结合的很好。这说明低能氧离子产生的 MgO 薄膜和基底材料间的结合力要强于高能氧离子产生的 MgO 薄膜和基底材料间的结合力。



氧离子能量为 200eV 时的断面形貌

氧离子能量为 600eV 时的断面形貌

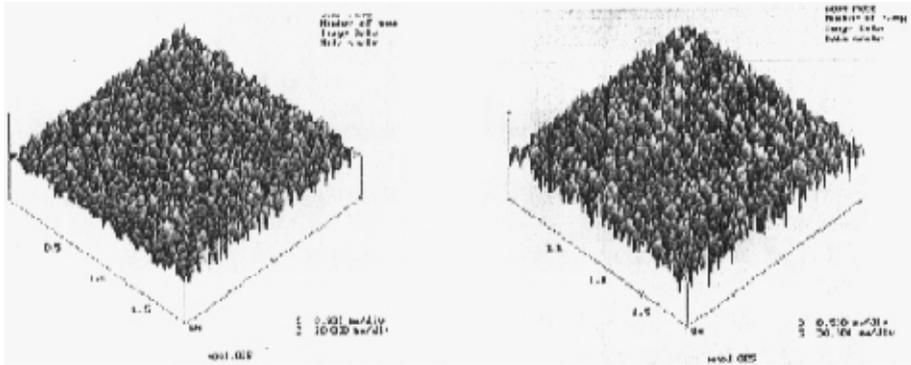
图 6-13 不同能量的氧离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜高温退火后的断面形貌

§ 6.1.4 结果与讨论

干燥的空气中高温退火能引起 MgO 薄膜的结晶性发生明显的变化，X 射线衍射峰的强度显著增加，半高宽降低，说明 MgO 薄膜的结晶度增加，晶粒尺寸变大，晶界变少。由于高的退火温度和吸收干燥的空气中的氧气，MgO 薄膜在退火过程中可能发生再结晶现象，另外，高温作用下，薄膜产生内部和表面扩散，消除了“冻结”的薄膜缺陷，薄膜内部各种结构的变化都有利于晶粒增大，晶界减少，应力降低。

MgO 薄膜在高温退火后可见光透射率要发生变化, 主要原因是 MgO 薄膜对光吸收引起的。理论上 MgO 薄膜在可见光区域是透明的, 但由于薄膜中的各种缺陷的存在, 使得 MgO 薄膜产生吸收的可能性增加。尽管都是(111)结晶面择优取向, 但在薄膜厚度大体一致的情况下, 高温生长的 MgO 薄膜的 X 射线衍射峰的强度要大得多, 这说明高温生长的 MgO 薄膜的结晶性要好于低温生长的薄膜; 从场发射扫描电镜观测到的表面形貌可以明显看到低温生长的 MgO 薄膜的晶粒细小, 缺陷增多^[146]。在高温退火的情况下, 由于离子的热运动, 薄膜中的缺陷是减少的, 但“孔洞”缺陷的减少只会增加薄膜的吸收率。也就是说, 低温生长的 MgO 薄膜尽管缺陷多, 但孔洞也多, 退火前的透射率可能和缺陷少同时孔洞也少的高温生长的 MgO 薄膜的透射率一样。退火后, 由于低温生长的 MgO 薄膜变致密, 孔洞变少, 对可见光的吸收增强, 使得透射率下降。

不同通氧气流制备的 MgO 薄膜和离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜可见光谱的变化可能反映了透射率和 MgO 薄膜的晶面取向有关。(111)择优取向的 MgO 薄膜的可见光透射率稳定, 在退火后不易发生变化, 要有变化只可能因



Ra=2.383nm

Rq=3.074nm

Ra=3.484nm

Rq=4.438nm

低温生长的 MgO 薄膜的表面形貌

高温生长的 MgO 薄膜的表面形貌

图 6-14 原子力显微镜观测到的不同温度制备的 MgO 薄膜退火后的表面形貌

为结晶性变好而使得透射率增加(如图 6-6 中的曲线 c), 而没有择优取向或择优取向不明显的 MgO 薄膜的可见光透射率不稳定, 在退火后易发生变化。可

能是没有择优取向或择优取向不明显的 MgO 薄膜在高温退火后虽然总体上缺陷减少了,但可能又产生了一些新的缺陷,这些新的缺陷又增加了 MgO 薄膜对可见光的吸收。

图 6-14 显示了原子力显微镜观测到的不同基底温度制备的 MgO 薄膜在高温退火后的表面形貌和测量的表面光洁度(Ra 或 Rq)。基底温度越高,薄膜表面越光滑。尽管表面粗糙度有变化,但对于薄膜的光学特性的影响似乎不大,因为表面粗糙度的降低有助于减少薄膜散射,增加的薄膜反射率或透射率,但在试验中发现低温生长的薄膜在退火后的透射率反而降低了,而高温生长的薄膜在退火后的透射率基本不变,这进一步说明 MgO 薄膜透射率的降低还是因为薄膜内部结构的变化造成了可见光吸收的增加。

在 350℃ 以上温度烘烤的情况下, $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 分解,生成 MgO 和 H_2O , 水挥发析出。450℃ 下退火后的 MgO 薄膜的红外吸收峰的强度尽管大大减弱,但依然有水吸收峰存在,这说明 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 的分解,水挥发析出有一个过程,这对于制作等离子显示屏是不利的,因为 MgO 薄膜中的水分可能降低 MgO 薄膜的二次电子发射系数,所以在等离子体显示屏的制作过程中,为了尽可能的排除氧化镁薄膜中的水杂质,显示屏在封接后的 350℃ 保温时间都在三个小时以上。鉴于上述情况,有些公司正在开发在真空中 MgO 薄膜镀制,低玻璃涂制,显示屏封接一次性完成的装置。

高温退火后 MgO 薄膜的表面或断面形貌要发生很大的变化,特别是离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜,在退火后极易脱膜,牢固度下降。本来离子束辅助蒸发制备薄膜的优点之一是提高薄膜的牢固度,但离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的牢固度不及电子束蒸发制备的 MgO 薄膜,这可能是前者内应力过大的缘故。

薄膜应力通常分为张应力和压应力,在张应力的作用下,薄膜本身有收缩趋势,如果膜层的张应力超过了薄膜的弹性限度,薄膜就会破裂,破裂时离开基片而翘起。压应力作用下,薄膜有向表面扩张的趋势,在极限情况下,压应力是薄膜向基片内侧卷曲。薄膜应力由表面张力、热应力及本征应力组成。热应力主要由于膜层与基片之间的热膨胀系数不同而引起;本征应力又称内应力,内应力主要取决于薄膜的微观结构和缺陷等因素。

沉积在玻璃基底上的 MgO 薄膜存在压应力^[147],其主要成分是内应力,MgO 薄膜的内应力在沉积速率为 1nm/s 时约为 $5 \times 10^4 \text{N/cm}^2$ 。如果在电子束蒸发镀制 MgO 薄膜的同时,采用离子束轰击正在生长的膜层,由于轰击离子的注入或能量的传递,可能又进一步增加了薄膜的压应力,注入的离子以挤压状态存在于薄膜中,能量的传递使得薄膜中的原子结合更紧凑,薄膜中的原子

处于挤压状态；轰击离子能量，离子种类，基底温度的不同，产生不同的压应力。在高温退火后，由于高温加速了薄膜原子的运动能量，而使得薄膜更致密，与此同时，MgO 薄膜在干燥空气中高温退火还可能吸收空气中大量的氧气和薄膜中孤立的镁原子结合，使得薄膜中的原子进一步处于挤压状态，即薄膜的压应力更大，如果超过薄膜的弹性极限，薄膜就会脱膜；由于电极附近是应力集中的区域，在电极附近的 MgO 薄膜更易脱膜，就象图 6-10 显示的 MgO 薄膜表面形貌一样。

§ 6.2 老练对 MgO 薄膜特性的影响

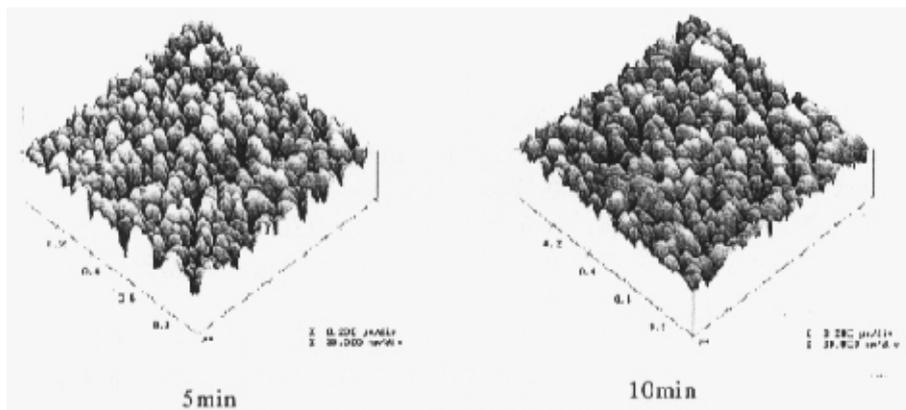
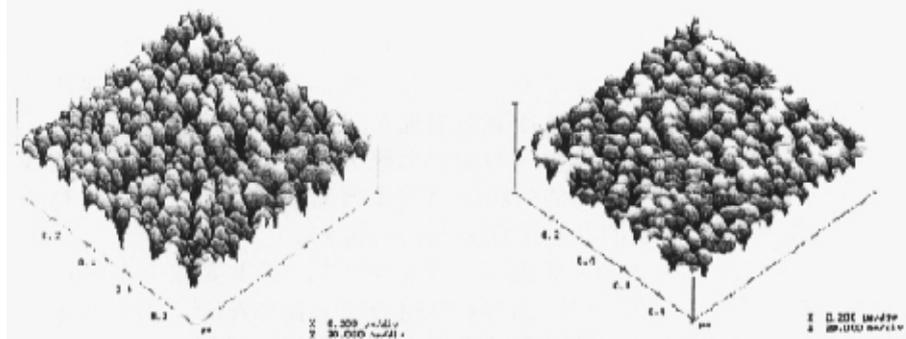


图 6-15 电子束蒸发制备的 MgO 薄膜在老练过程中表面形貌的变化



电子束蒸发

离子束辅助蒸发

图 6-16 老练对不同制备方法制备的 MgO 薄膜表面形貌的影响

在老练过程中, MgO 薄膜要不断地受到各种离子, 光子, 声子的作用, 其中来自于各种惰性气体离子的轰击对于 MgO 薄膜的影响最大。研究老练过程中, MgO 薄膜特性的变化对于研究 PDP 放电特性的变化很有意义。

§ 6.2.1 MgO 薄膜的表面形貌

老练过程中, MgO 薄膜特性变化最大的是薄膜表面形貌, 由于粒子辐射引起 MgO 薄膜的溅射, 使得 MgO 薄膜的表面形貌变化较大。

图 6-15 显示了电子束蒸发制备的 MgO 薄膜在老练过程中表面形貌的变化。在相距 5 分钟的老练时间内, MgO 薄膜的形貌就已经有变化。薄膜的粗糙度随老练时间的增加而降低, 老练过程对 MgO 薄膜的表面有光滑作用。另外, 提高老练电压也使得薄膜的表面变光滑。

图 6-16 显示了在一定的老练时间和老练电压, 老练对不同制备方法制备的 MgO 薄膜表面形貌的影响。可以看出电子束蒸发制备的 MgO 薄膜表面不及离子束辅助蒸发制备的薄膜表面光滑。这可能是离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜致密, 不易被溅射的缘故。

图 6-17 显示了 AC-PDP 在工作 1000 小时后 MgO 薄膜的表面形貌, 可以发现 MgO 薄膜的腐蚀确实存在, 而且从图像的对比度比较可以看出 MgO 薄膜的腐蚀是不均匀的, 在 ITO 电极的边缘 MgO 薄膜腐蚀的最厉害。MgO 薄膜表面腐蚀的不均匀性可以通过表面性貌仪测量薄膜的表面轮廓更清楚地显示。图 6-18 显示了 PDP 老练 9 小时和 1000 小时以后, MgO 薄

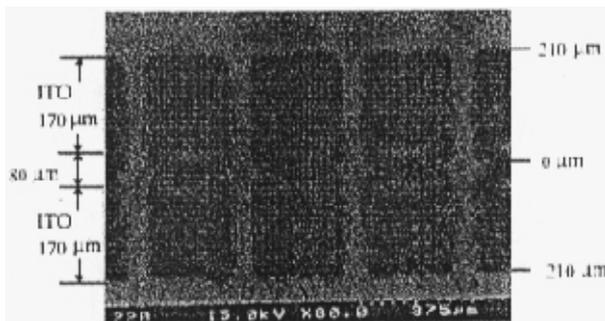


图 6-17 PDP 老练 1000 小时后 MgO 薄膜表面形貌

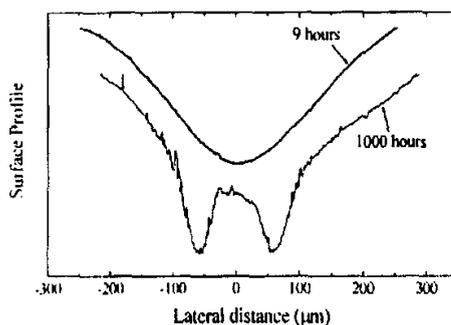


图 6-18 PDP 老练 9 小时和 1000 小时 MgO 薄膜表面轮廓的比较

膜的表面轮廓。和图 6-17 显示的一样，长时间的老练或工作使得在 ITO 边缘附近的 MgO 薄膜腐蚀最严重。MgO 薄膜腐蚀的不均匀性和电场分布有关，强腐蚀区域是因为在该区域的电场强度最强^[148]，另外，该区域的牢固度最差也是最易被腐蚀的原因之一。

§ 6.2.2 MgO 薄膜的抗溅射能力

因为 MgO 薄膜直接和等离子体接触，在显示器老练或工作过程中，MgO 薄膜表面要不断受到不同离子的轰击或溅射。一旦 MgO 薄膜完全被溅射掉，显示器的工作性能将大大降低，也就是说显示器的寿命结束。MgO 薄膜的抗溅射能力直接关系到等离子体显示器的使用寿命，各种制备方法及其不同制备工艺获得的 MgO 薄膜的抗溅射能力不一样。

MgO 薄膜的溅射率除了和屏的结构，气体组分，维持电压的大小有关外，还和本身的结构有关。为了研究不同条件制备的 MgO 薄膜的抗溅射能力，我们在现有的条件下，设计了一套测量装置，如图 6-19。

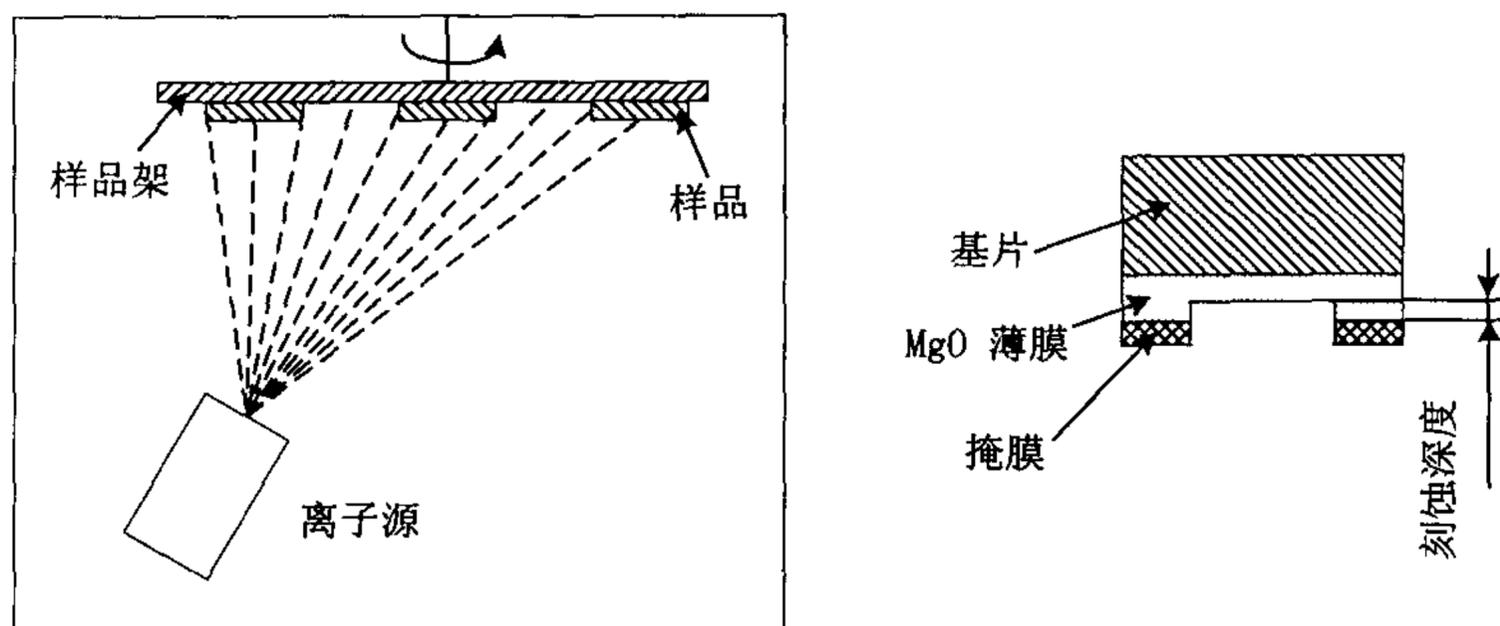


图 6-19 MgO 薄膜溅射装置示意图

通过一定能量的离子束刻蚀产生测量台阶，在同一时间内比较各样品的刻蚀深度或通过刻蚀深度计算出刻蚀率，可以定性比较不同工艺制备的 MgO 薄膜的抗溅射能力。

溅射参数如下：离子束的入射角固定在 30 度左右，这里的角度是离子束中心线和样品法线间的夹角，入射离子为 Ar^+ ，离子能量为 100eV-1000eV，

PDP 中的离子能量为 200eV 左右，本来想以能量为 200eV 的氩离子来刻蚀 MgO 薄膜，但由于在利用 200eV 甚至 300eV 的氩离子轰击样品一小时后，薄膜表面几乎没有任何痕迹，所以继续提高氩离子能量来刻蚀 MgO 薄膜。

将 Ar^+ 能量固定在 400eV，离子束流为 10mA，连续刻蚀半小时，利用轮廓仪测量刻蚀深度，结果发现：不通氧气时电子束蒸发制备的 MgO 薄膜没有明显的刻蚀痕迹，可以认为没有刻蚀；通氧气的情况下电子束蒸发制备的薄膜有明显的刻蚀痕迹，并且沉积速率越高，刻蚀深度越大，即抗溅射能力越差。

为了定性的比较抗溅射能力，继续提高刻蚀离子的能量和溅射时间。将离子能量增加到 800eV，溅射时间位 50 分钟。

图 6-20 显示了不同沉积速率下，MgO 薄膜的抗溅射能力。低沉积速率下制备的 MgO 薄膜的溅射率为 55nm，而高沉积速率制备的 MgO 薄膜的溅射率为 81nm，抗溅射能力明显降低。

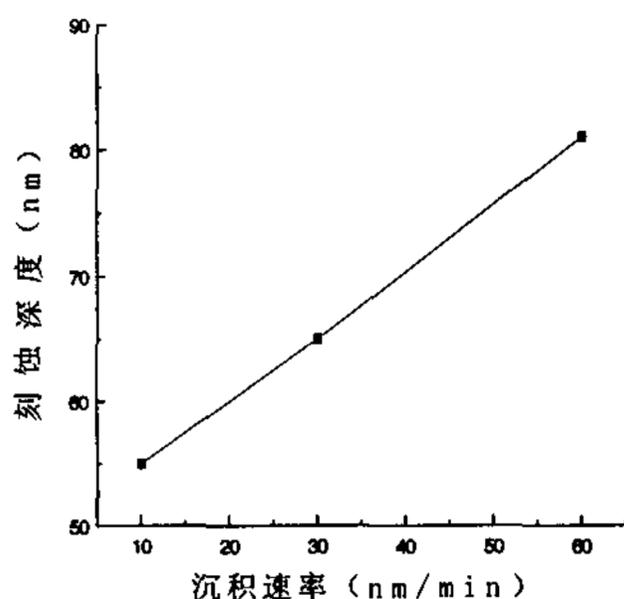


图 6-20 沉积速率对 MgO 薄膜的溅射率的影响

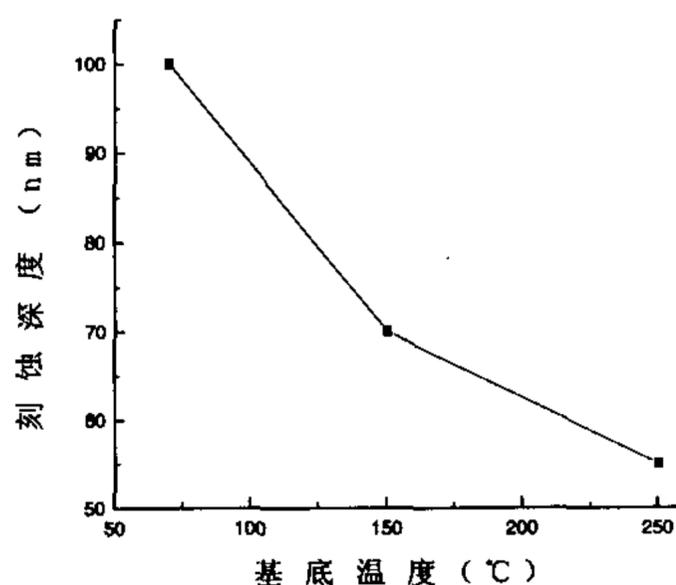


图 6-21 基底温度对 MgO 薄膜的溅射率的影响

图 6-21 显示了不同基底温度对 MgO 薄膜的抗溅射能力的影响。基底温度越低，MgO 薄膜的溅射率越高，70℃ 以下制备的 MgO 薄膜的溅射率为 100nm；几乎是高温制备的 MgO 薄膜的溅射率的两倍；250℃ 以上制备的 MgO 薄膜的溅射率为 55nm 左右。在我们采用的各种镀膜方法和不同工艺条

件中，制备过程中通氧气、电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的溅射率都比较大，其中，在低温度下生长的 MgO 薄膜的溅射率最大，即抗溅射能力最差。

和 400eV Ar⁺轰击的实验结果一样，800v Ar⁺轰击试验中，不通氧气制备的 MgO 薄膜的溅射率小于通氧气制备的 MgO 薄膜的溅射率，图 6-22 显示了不同通氧气量对薄膜溅射率的影响。可以看出随通氧气量增加，薄膜的溅射率增加，最低的溅射率为 40nm。

对于离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的溅射率又怎么办呢？为了便于比较，所有样品测溅射率的试验参数都一致。

在通氧气的情况下，Ar⁺辅助蒸发制备 MgO 薄膜，不同 Ar⁺能量制备的 MgO 薄膜的溅射率如图 6-23，随着 Ar⁺能量的增加，制备的 MgO 薄膜的溅射率略有降低，相对于其它工艺参数而言，离子辅助蒸发时的氩离子能量对 MgO 薄膜的抗溅射能力的影响不大。

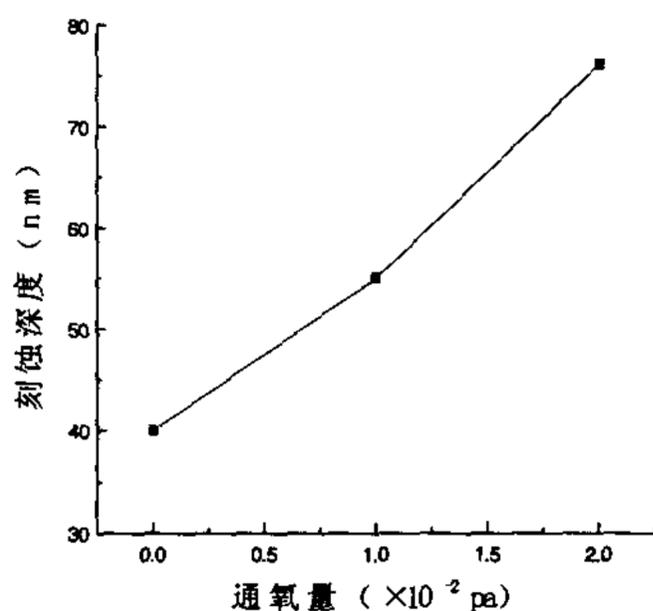


图 6-22 通氧量对 MgO 薄膜的溅射率的影响

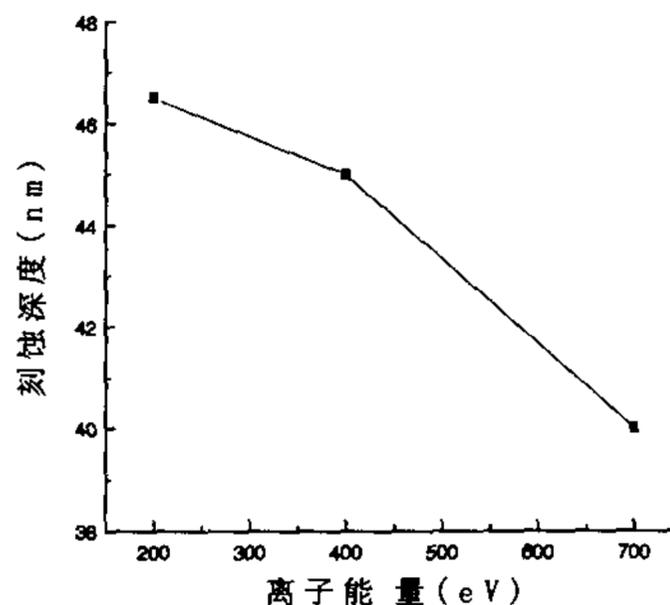


图 6-23 氩离子能量对 MgO 薄膜的溅射率的影响

如果固定离子束能量而离子种类变化，所制备的 MgO 薄膜的溅射率又如何呢？表 6-1 显示了离子束种类对 MgO 薄膜的溅射率影响。为了便于比较，表中也显示了不用离子源，电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的溅射率。表 6-1 显示离子束为氧离子时，MgO 薄膜的溅射率最大，为 72nm；离子束为氧和氩的混合离子时，MgO 薄膜的溅射率其次，为 63nm；离子束为氩离子时，MgO

薄膜的溅射率最低，为 50nm。不过这三种情况生成的 MgO 薄膜的溅射率都比用电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的溅射率要低。

表 6-1 离子束种类对 MgO 薄膜的溅射率影响

离子束种类	氩离子	氩氧混合离子	氧离子	电子束蒸发
刻蚀深度	50nm	60nm	72nm	76nm

§ 6.2.3 MgO 薄膜的其它特性

老练过程对 MgO 薄膜的其它特性如结晶取向，可见和红外光谱等的影响不大，除非 MgO 薄膜被溅射得很厉害，X 射线衍射图中(111)结晶面和(200)结晶面的衍射峰的强度才有下降趋势，但择优取向不变。

§ 6.2.4 结果与讨论

老练过程中，由于离子轰击的作用，PDP 中的 MgO 薄膜被溅射。老练时间的不同和 MgO 薄膜结构的不同产生了不同的表面形貌。溅射产生的刻蚀深度定性反应了不同结构的 MgO 薄膜的抗溅射能力。MgO 薄膜的抗溅射能力是决定 PDP 寿命的最重要因素之一。表面形貌的变化和抗溅射能力的不同可以用溅射产额(或溅射阈值)来说明。溅射产额可以从下列两个方面来说明：

一是从入射离子考虑 溅射产额和入射离子的能量、入射角、入射离子质量和靶原子质量之比、入射离子种类有关。当入射离子传递给靶材粒子的能量低于被轰击的材料的溅射阈值(即材料被溅射的最低离子能量)时，材料的溅射率极低，溅射产额小；反之，材料的溅射率增加，溅射产额增大。

二是从靶考虑 溅射产额和靶原子的原子序数，即相对原子质量和在周期表中所处的位置、靶表面原子的结合能状态、结晶取向以及靶材(如是否为纯金属、合金和化合物)等有关。每一种材料都有一定的溅射阈值；即使是同一种材料，内部结构的不同也产生不同的溅射阈值。溅射阈值受材料表面结构的影响很大^[149, 150]。普遍认为溅射阈值和材料的升华热有关，通常为升华热的四倍左右^[87]。靶材的特性决定了溅射阈值，进而决定了溅射产额。溅射阈值越大，溅射产额越低，材料抗溅射的能力越强。

由于 MgO 薄膜表面层的结构不同于深层的结构, 其溅射阈值低, 溅射产额大, 在溅射的初期, MgO 薄膜很容易被溅射掉^[151]; 当疏松的原子层被溅射掉后, 深层 MgO 薄膜的溅射阈值高, 溅射产额小, MgO 薄膜被溅射的缓慢。随着老练时间的增加, MgO 薄膜变光滑。制备 MgO 薄膜的方法不同可能产生了不同的溅射产额或溅射率。由于 MgO 薄膜致密, 或(200)结晶面的抗溅射能力强于(111)结晶面^[152], 当表面层的疏松原子被溅射掉后, 相对于电子束蒸发制备的 MgO 薄膜, 离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜在老练过程中被溅射的几率小而容易变得光滑。光滑的 MgO 薄膜表面可能和 PDP 放电特性的稳定性有关。以离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜为介质保护膜的 PDP 的老练时间短, 其原因之一可能和 MgO 薄膜光滑有关。

MgO 薄膜腐蚀的不均匀性和电场分布有关, 强腐蚀区域是因为在该区域的电场强度高。在 PDP 的放电空间, 电场强度的分布是不均匀的, 电极内侧的电场强度最强。由于电场强度影响了离子能量, 即电场强度越大, 离子能量越大, 所以轰击电极内侧附近的 MgO 薄膜的离子能量最大, 该区域的 MgO 薄膜被腐蚀得最厉害。另外, 该区域的牢固度最差也可能是最易被腐蚀的原因之一。

高基底温度或低通氧量制备的 MgO 薄膜的溅射率低于低基底温度或高通氧量制备的 MgO 薄膜的溅射率、离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的溅射率低于电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的溅射率以及离子束辅助蒸发制备 MgO 薄膜的过程中离子种类或离子能量的变化引起的 MgO 薄膜溅射率的变化都说明了制备的方法和工艺的不同引起 MgO 薄膜致密性的变化或结晶取向的变化。

影响 PDP 寿命的因素主要有两方面: 一是由于离子轰击引起的 MgO 薄膜的溅射; 二是由于 UV 的辐射、正离子的轰击以及 MgO 薄膜的再沉积(re-deposition)引起的荧光粉光输出的衰减^[153]。不同的 PDP 设计和制作过程都影响 MgO 薄膜和荧光粉的衰减, 比如: MgO 薄膜的特性或制备过程、气体组分、放电单元结构等。我们采用离子束辅助蒸发的方法, 并通过改变离子束辅助蒸发制备 MgO 薄膜的工艺参数, 如离子能量、离子种类等, 获得了既能降低 PDP 的工作电压, 又能提高 PDP 寿命的 MgO 薄膜。

第七章 MgO 薄膜二次电子发射系数测量装置的设计

介质保护薄膜的二次电子发射系数的大小直接影响着 PDP 的着火电压和熄火电压等放电特性, 保护薄膜的二次电子发射系数 γ 是判别保护薄膜性能的最重要参数之一, 很有必要设计出能准确测量二次电子发射系数的装置。本章将着重讨论这一问题。二次电子发射机理在第五章已叙述, 本章不再讨论。

§ 7.1 MgO 薄膜二次电子发射系数测量机理

MgO 是一种电介质材料, 低场强下, MgO 薄膜二次电子发射的机理主要是势能发射, 也不排除少量的动能发射, 场致发射及光电子发射。关于二次电子发射机理在前面几章已讨论过, 本章节不再叙述。为了测量 MgO 薄膜的二次电子发射系数, 必须将 MgO 薄膜沉积在导体上, 一般用不锈钢作为 MgO 薄膜的基底材料。MgO 薄膜二次电子发射的模型如图 7-1 所示:

当一定能量的脉冲离子束以一定束流密度(电流为 I_i) 轰击 MgO 薄膜表面时, MgO 薄膜表面产生二次电子。二次电子的数量和能量分布和 MgO 薄膜的结构有关。通过收集二次电子, 测量出二次电子的电流 I_c ; 同时, 在不锈钢制作的基底材料上, 还将测量到靶电流 I_b 。各电流之间的关系为:

$$I_i = I_c + I_b \quad 7-1$$

MgO 薄膜的二次电子发射系数可以表示为:

$$\gamma = I_c / (I_c + I_b) \quad 7-2$$

为了更好地避免二次电子收集的遗漏, 提高测量的精度, 通常在收集极和地之间加电压 V_c 。

通过对 MgO 薄膜二次电子发射模型的分析, 我们发现由于 MgO 薄膜的电介常数很大, 测得的二次电子的电流是非常低的, 大约在 nA 的数量级, 因此必要的电流放大以及很好的电磁屏蔽在设计方案中是必不可少的。另外, 由

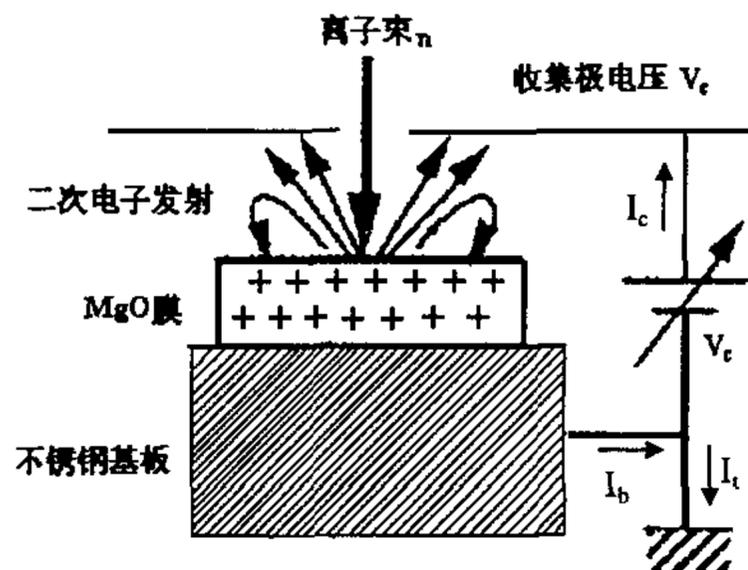


图 7-1 MgO 膜的二次电子发射模型

于离子束流很小，因此对真空度也提出了较高的要求。通过以上分析，我们确定了二次电子发射系数测量的基本方案。

§ 7.2 二次电子发射系数测量装置的要求

由于收集到的二次电子的电流非常低（nA 量级），测量非常困难，因此二次电子发射系数测量装置有一些特殊的要求：

1. 提高 S/N 比

众所周知，随着入射离子能量降低，从保护膜材料（绝缘体）放出的二次电子数量也逐渐减少。为了高精度的测定 γ 值，必须抑制从试样表面放出的除二次电子以外的其它电子。为此，在装置的设计中应考虑以下几点：1. 收集极远离真空计的灯丝等电子发射源。2. 离子束的行径应十分准直，良好聚焦，不与减速系统、二次电子测量系统的屏蔽电极等相碰。3. 在限制束径的膜孔上产生的电子应由电场完全抑制。4. 测定系统的真空度应在 10^{-5} Pa 以上。

2. 防止试样上的电荷积累

在测量 MgO 等绝缘材料二次电子发射系数时，由于正离子束照射，样品表面产生电荷积累，因而样品表面电位发生变化，导致 γ 值的测定不准确。一般采用加热样品的方法，使其导电率提高，从而减少其表面积累的电荷。

3. 提高二次电子收集效率

从样品表面发射出的二次电子被处于正电位的收集极捕获。除离子束入射口外，收集极将试样完全包围，以防止二次电子漏出。为了抑制从离子束入射口漏出二次电子，需采取以下措施：1. 减少离子束入射口的口径。2. 提高收集极的偏压。但是，离子束入射口径太小的话，会造成入射束与电极相碰，产生二次电子便造成测量误差；另外，如果收集极偏压提高，离子束会受到减速，导致束发散，同样是造成测量误差。为了减少测量误差，电极形状及偏压都应优化选择。

4. 保持样品表面清洁

样品表面的污染状态对样品的二次电子发射有很大影响。为了清洁样品表面，可对样品加热；另外还可以在测量前，用高能离子束（500eV~1keV）轰击清洗样品表面，后者特别实用于不能加热的样品。

§ 7.3 MgO 薄膜表面电荷的积累及解决办法

上一节关于二次电子发射系数测量装置的特殊要求中第 2 条最重要也是最难考虑的一条，这也就是 MgO 薄膜表面电荷积累的排除能大大地提高二次电

子发射系数测量的稳定性和准确性，因而解决二次电子发射系数测量过程中 MgO 薄膜表面电荷积累问题很重要。

MgO 是一种介电系数大于 9，具有较高二次电子发射系数的材料，在电子倍增器中常被用作电子发射极。MgO 薄膜是一种绝缘薄膜，在二次电子发射系数测量过程中，当正离子束打在绝缘薄膜样品上时，由于正离子和样品中电子的中和及样品的二次电子发射使得样品表面积累电荷，逐渐地在样品的表面形成了充电层。它主要会导致以下两个后果：

(1). 当正电荷积累到一定程度的时候，绝缘体的表面电场会达到能产生场致发射电子的范围，从而可能导致场致发射。

(2). 在靶表面和收集器之间，表面正电荷形成了一个正电场，阻止电子到达收集器。

假如在收集器上加上一个适当的电压，以使收集器的电位对于靶而言变得更高，电子仍然是能到达收集器上的。但是这样一来，收集器电流将不再只是二次电子流，而是包括二次电子和场致发射的电子。收集器的 I—V 特性曲线在正电压方向上存在移动。同时 γ 有一个增大的值。从而导致测得的该绝缘膜的二次电子发射系数产生误差。

在以前对绝缘体的研究中，由于表面电荷的影响而引起的 γ 值的不规则变化，是大家研究的重点和难点。现在通用的做法是通过对绝缘膜进行加热，来释放表面电荷。这种做法有很大的弊病。因为在放电室中被用来作为发射极板的大多数绝缘膜在真空加热状态中不稳定。例如：当在真空中加热时，MgO 膜放气不一致；当我们将绝缘膜样品加热到超过 UHV 系统的烘烤温度时，将不可避免的造成真空条件恶化，因而会增加样品受污染的几率。为了解决这一问题，我们采用脉冲电荷中和技术对二次电子发射系数的测量方法进行了深入的研究。

所谓脉冲电荷中和法是当一个脉冲离子束轰击样品完毕以后，再用一脉冲电子束轰击绝缘样品。电子束轰击样品的主要目的就是中和样品上积累的正电荷。电子束的能量应该调整到低于靶的电子激发二次电子的阈值，以避免在中和表面正电荷的同时，激发出新的二次电子。当表面正电荷全部被中和以后，新的一个脉冲离子束又轰击到样品上。如此周而复始，可以得到一个完整的 I—V 曲线。而且由于妥善的解决了表面积累的正电荷，测量得到的 γ 值是有较高精度的。

§ 7.4 装置的整体设计

由于低能离子枪制作困难，我们使用的离子枪的离子束能量较大；如果离子束直接轰击样品表面的话，可能引起所镀的 MgO 薄膜脱落，因此需要对离子束减速。为了对离子束进行减速，我们在收集器的前端，即离子束入口处加上一个减速栅极网，以使离子速度或离子能量达到试验的要求。同理，在电子枪入口处的收集器前端也加有同样的减速栅极网。

二次电子的收集器是本装置设计的核心部分，它的灵敏度直接关系到整个装置的测量精度，设计高效率的收集器非常必要的。在本设计中，收集器的

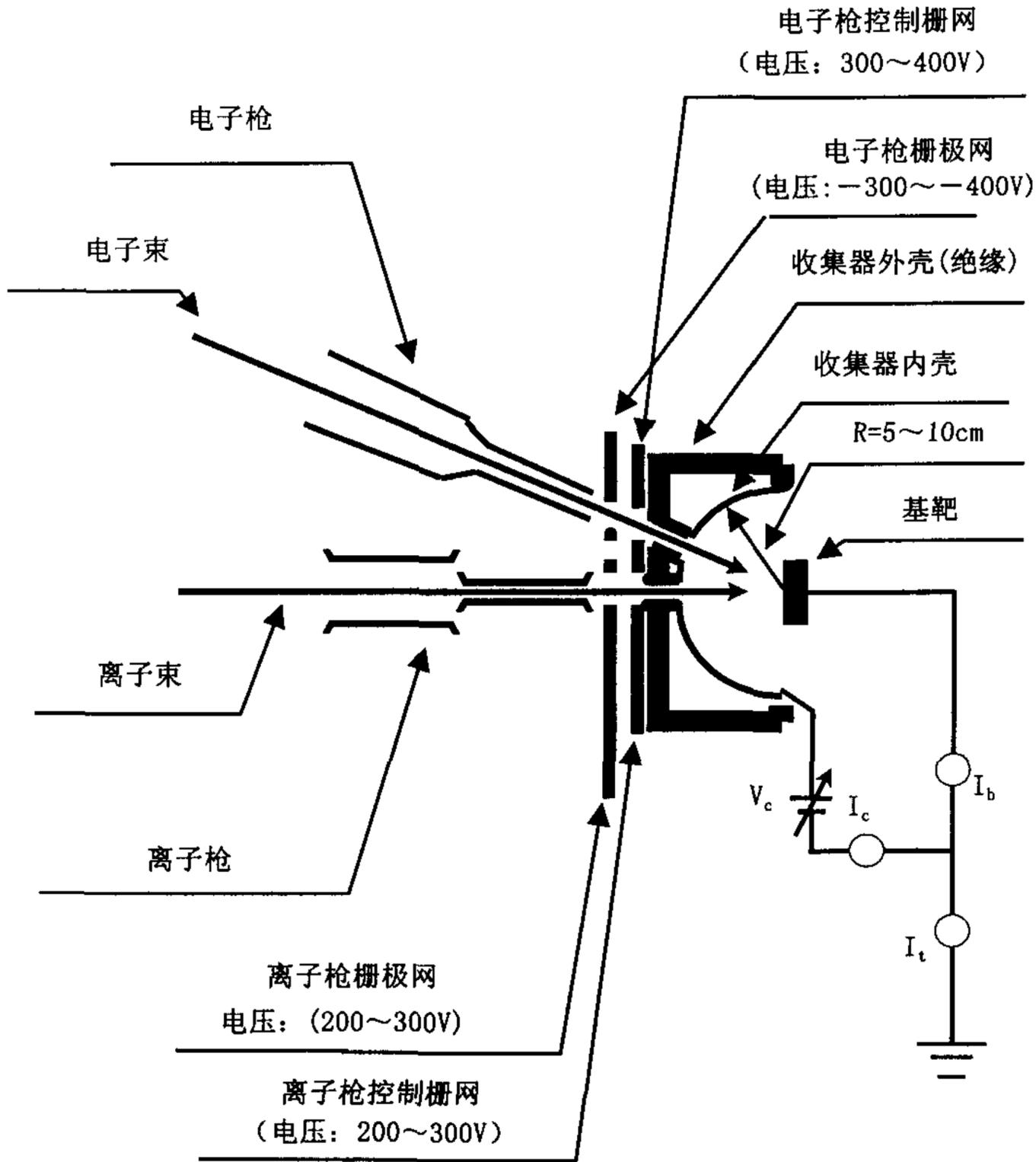


图 7-2 二次电子发射系数测量装置示意图

外形为半球壳状，靶面置于球壳的球心，这样的话能够收集到绝大多数从靶面发射出来的二次电子，保证了测量的精度。为了使收集器收集到的二次电子都传输到线路中，我们使用金属铜作为收集器内壁的材料，因为铜具有良好的导电率。同时，为了有更好的测量精度，我们还在铜的表面镀上一层金膜，因为金的表面稳定性比铜更高。另外，为了防止从靶面发射出来的二次电子不会因为能量太大而在收集器内壁轰击出三次电子，我们在控制轰击离子束能量的同时，在收集器内壁金层的外边还镀有一层碳。

为了防止外部电场对二次电子收集的干扰，我们给收集器加一个金属外壳，以屏蔽外部电场。同时，在金属外壳上给离子束和电子束各自开一个通道。通过这个通道，可以有效地控制离子束和电子束束流直径的大小，进而控制轰击到靶面上的束斑的大小。

整个收集部分都被置于一个特制的真空室中。这个真空室呈圆柱形，全部采用不锈钢制成，为了使真空室能够更好的工作，我们采用机械泵和分子泵配套的抽气系统，以获得较高的真空度。

离子枪发射正离子，电子枪发射电子。正离子束和电子束都通过收集极的球心。在时刻 t_1 ，离子枪发射正离子，轰击样品表面，产生二次电子，此时电子枪不工作。在时刻 t_2 ，电子枪发射电子，轰击样品表面，中和积累的正电荷，此时离子枪不工作。如此反复。

如果条件允许，可以采用离子枪和电子枪合用一个枪体的方法。在时刻 t_1 ，热阴极发射出电子，经过加速后轰击惰性气体原子，产生正离子和电子。在这一过程的同时，聚焦透镜对正离子聚焦。在气体室和聚焦透镜之间设一栅极。当正离子和电子都运动出气体室时，栅极上加负高压，对正离子加速的同时，对电子减速，从而滤掉电子。正离子束经过聚焦电镜再次聚焦，然后轰击样品表面。此时的枪体作为离子枪使用。在时刻 t_2 ，枪体则作为电子枪使用。也就是在栅极上加以正高压，使之在对电子加速的同时，对正离子减速，滤掉正离子，此时的枪体作为电子枪使用。

§ 7.5 测量电路及控制电路设计的基本思想

设计测量电路的目的是为了把实验中测得的电流信号比较准确地输入计算机，进行数据处理，然后根据得到的结果分析 MgO 膜的二次电子发射系数。由于正离子束的电流和收集器收集到的二次电子流的数量级都在 nA 级，是一个非常微弱的信号，因此，需对这些微弱信号进行采集，放大。为了电路稳定工作，在设计放大电路板时，必须避免不必要的干扰，从而提高测量精

度。因此，在设计中应当尽量避免外部噪声，选用适当的电路和元器件是保证精度的重要手段。

由于试验数据的提取及处理要求的速度很快，计算量很大，所以采用计算机进行数据的处理和控制，这就要求将获得的模拟信号转化成数字信号，计算机通过编写的专门程序对数据进行处理。在实际设计过程中我们通过 A/D 转换板完成数据的转换功能。

在实验过程中，可能出现一种特殊的情况：当电子中和的周期已经完毕的时候，靶面上的正电荷还没有被中和完毕，这将会导致测量的误差。为了在这一现象发生的时候能够随时加以纠正，我们有必要在处理数据完毕以后，通过计算机对中和周期的长短自动加以重新的确认。这就要求在电路设计中考虑到计算机进行返回控制。

整个电路设计的框图如图 7-3 所示：

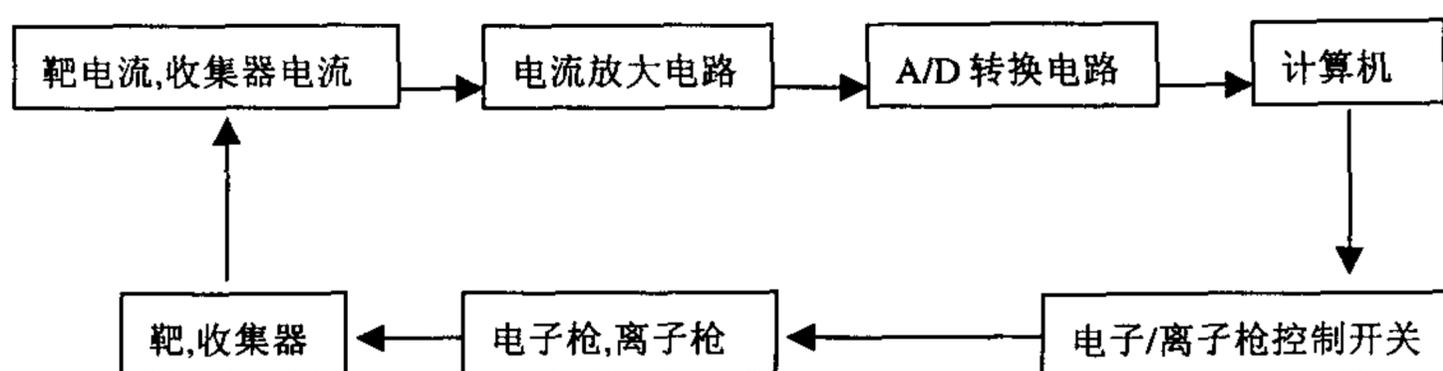


图 7-3 二次电子发射系数测试装置电路流程示意图

§ 7.5.1 测量电路的设计

由于测得的电流信号非常小，因此在电路中，小信号放大电路的性能是影响精度的主要因素。同时，对于一个好的放大电路而言，运算放大器的芯片的选取是至关重要的。经过对各种运算放大器的性能分析以及联系本装置的要求，决定选取 MAXIM 公司生产的 MAX409B 运算放大器，它的引脚图和主要性能参数如图 7-4 和表 7-1 所示。

由于设备所针对的待测信号非常弱小，因此要求所采用的放大电路在满足放大要求的前提下，具有尽量小的输入偏置电压和输入偏置电流，以使得电路噪声对测得的信号数据产生的误差较小。

由表 7-1 可知，MAX409B 具有 mV 量级的输入偏置电压和 pA 量级的输入偏置电流。也就是说，对于我们实验测得的 nA 量级的电流来说，输入偏置电压和输入偏置电流的影响都是可以忽略不记的。同时，MAX409B 还具有较大

的放大增益范围 (100~1000)，以及很小的输入噪声电压 (μV_{p-p})；对于所要求的电源电压的范围，MAX409B 也有较大的范围可供选择。由此可见，MAX409B 是符合我们对于信号放大电路的理论上的要求的。

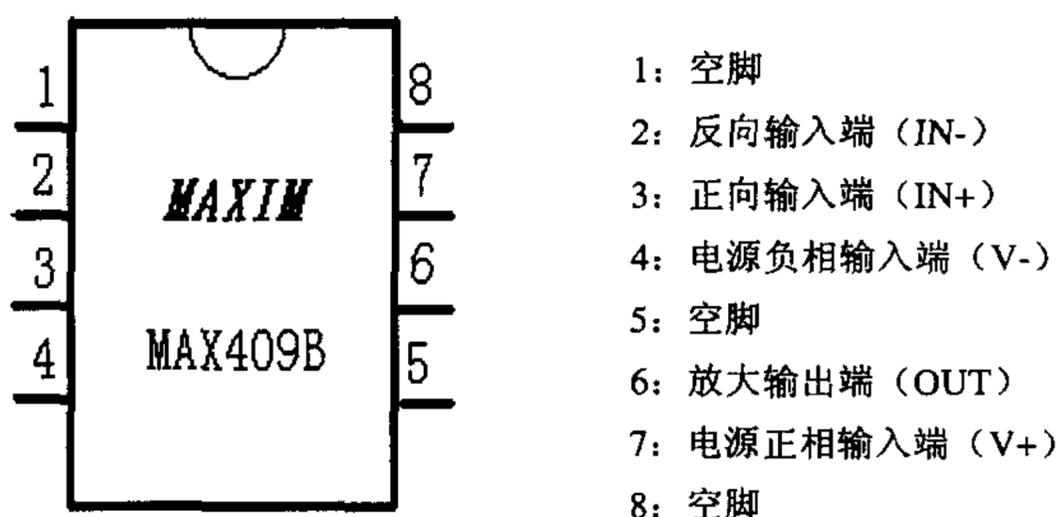


图 7-4 MAX409B 引脚图

参数	MIN	TYP	MAX	单位
输入偏置电压		0.75	2.0	MV
输入偏置电流		<0.1	10.0	PA
大信号电压增益		100	1000	V/mV
增益带宽		80	150	KHz
共模输入范围	V-		V+ -1.1	V
共模抑制比		60	80	DB
电源抑制比		150	300	$\mu V/V$
输入源电流		300	600	MA
电源电压 (V+ to V-)		2.5	10.0	V
输入噪声电压		6		μV_{p-p}

表 7-1 MAX409B 的性能参数表

在设计电路的过程中，由于一般的精密放大器的增益都在 10^2 到 10^3 数量级，因此不可能满足我们要实现的把 nA 量级的信号放大到 1 至 10^{-3} A 数量级的要求。对于这种情况，我们有两种解决的方法：一是采用多级放大系统；二是采用前置放大的方法。其中，第一种方法的优点是可以实现足够的放大增益，缺点是可能导致电路系统的复杂程度增加，从而增加噪声误差；另外，由于引入信号太小，导致放大器的输入信号过小，也容易引起噪声误差和输入信号本身的误差。而第二种方法的优点就在于：由于在引出信号上加上了一个 10^5 数量级的精密电阻，从而使输入信号在进入放大器的时候达到我们的要求，从而减少了引入信号在传输过程中引起的噪声误差。但是这种方法也有缺点，那就是由于精密电阻本身会有误差，而且小电流通过大电阻后得到的电压本身就具有误差，因而也会影响到精度。比较两种方法的优缺点，考虑到小信号在传输过程中产生的误差是误差产生的主要方面，因此决定采用第二种方法。

MAX409B 的典型接法如图 7-6 所示：

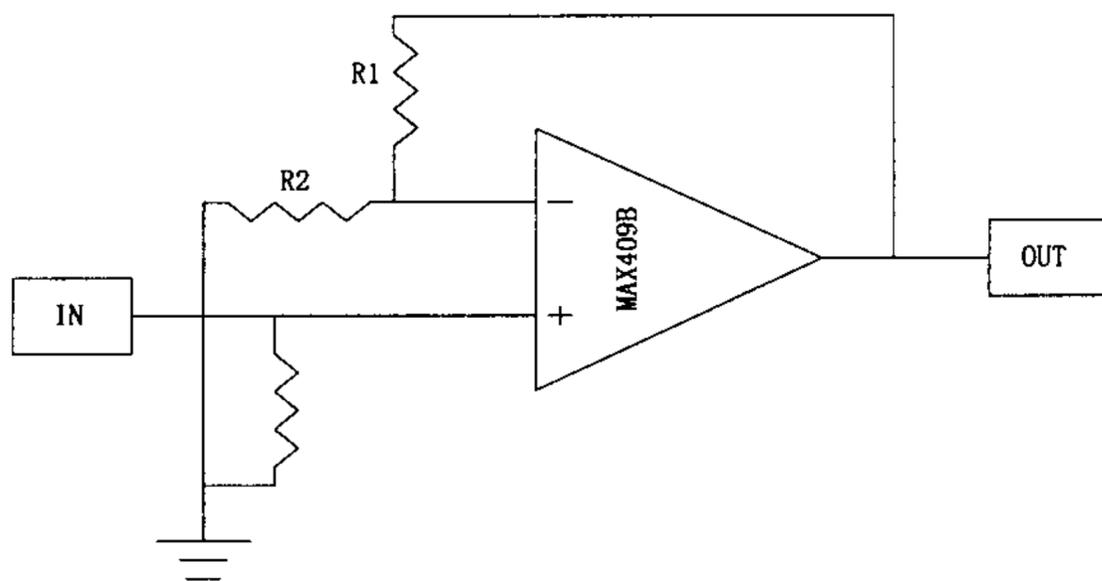


图 7-6 MAX409B 的典型接法

如图可知，MAX409B 的放大增益由 R1 和 R2 决定。为了实现前置放大，我们在输入信号 IN 和放大器的正相输入端之间接入精密电阻，因此放大器是对电压放大。

在实验中我们采用 5V 的电源作为工作电源。为了避免由于电源引入的信号噪声引起的待测信号误差，我们用一定的电容和电感对电源进行滤波，去掉噪声信号，减少误差。

待测信号经过放大后，通过 A/D 卡，将得到的模拟信号转换成数字信号，输入计算机进行数据处理。

§ 7.5.2 控制电路的设计

从上一节我们知道，待测信号是通过 A/D 卡进入计算机，然后由计算机处理的。由于我们在装置设计过程中采用的是两支枪（一支电子枪，一支离子枪）轮流轰击靶面的方法来解决待测薄膜表面正电荷积累的问题，因此必须对两支枪的轰击时序加以控制。在离子枪轰击的时候，电子枪不能有电子打在靶上；同样，电子枪轰击的时候，也不能有离子打在靶上。由于电子枪和离子枪在开机以后，都必须要有较长时间才能达到稳定；同时，离子枪轰击靶面的时间又必须要小于 1 秒，因此不能采用开关离子枪和电子枪的方法来控制它们对靶面的轰击时序。为了解决轰击时序的控制问题，我们同时采用了两种办法：第一是使用脉冲信号控制电子枪(离子枪)的加速电极，使得在我们不需要有电子(离子)轰击靶面的时候，电子枪(离子枪)发射出的电子(离子)能量较低；第二，我们在收集器的电子(离子)进口处加上一个减速圆筒，通过脉冲信号控制加在减速圆筒上的电压。当我们需要电子轰击的时候，就使栅极网处于零电位，这样的话，电子枪发出的电子就能够顺利地到达靶面；对于离子枪来说也是一样的办法加以解决。当需要离子轰击靶面的时候，就在栅极网上加上一个负高压，从而屏蔽掉电子，以保证实验的效果。

然而，采用这样的方法，就必须要有精确的脉冲控制信号。为了使我们的系统更加简单明了，我们没有采用另外加一个专门的脉冲信号源的办法，而是直接使用了计算机的内部时钟作为我们的脉冲信号源。对计算机时钟的长短处理以后，通过 D/A 卡转换成模拟信号，然后经过一个 IR2110 型驱动芯片，信号得到一定的放大。这样的话，就可以通过控制 MOS 管来控制加在减速圆筒上的电压。实际上，减速圆筒的电压是加在 MOS 管的两端的。

其中，IR2110 是一种耐高压、高速率的芯片，其实质是一个电平转换器，它的内部结构图和外部引脚图分别如图 7-7 和图 7-8。

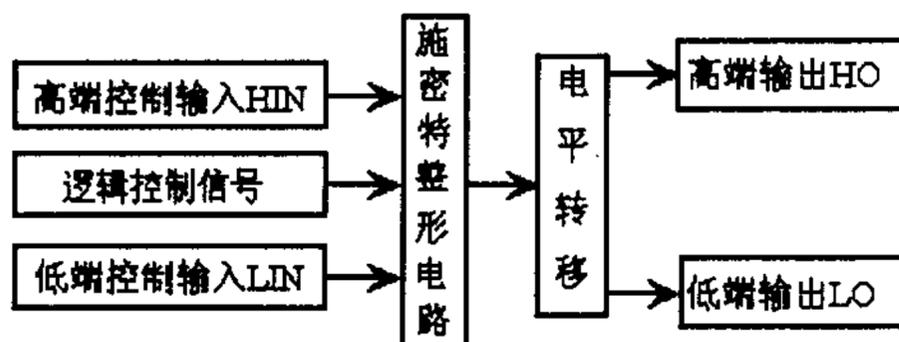
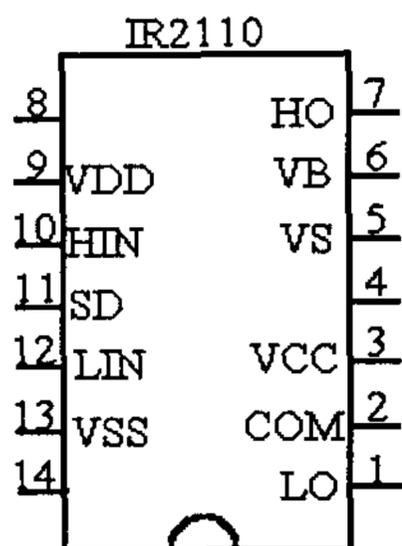


图 7-7 IR2110 内部结构框图



- VDD: 逻辑电源(接+5 伏)
- VSS: 逻辑地
- HIN: 高端驱动输出端的逻辑输入
- SD: 输出逻辑控制端
- LIN: 低端驱动输出端的逻辑输入
- VB: 高端浮动电源端
- HO: 高端浮动输出端
- VS: 高端浮动电源回路端
- VCC: 低端电源端 (接+15 伏)
- LO: 低端输出端
- COM: 低端电源地

图 7-8 IR2110 外部引脚图

IR2110 的性能指标如下:

- (1) VCC 范围 10~20 伏。
- (2) V_{offset} 即 VS 的偏移电压为 -4~500 伏。
- (3) 输出源电流和吸收电流可达 2A。
- (4) 输出电压 V_{out} 为 10~20 伏
- (5) T_{on}/T_{off} 分别为 120ns 和 94ns。
- (6) 传输延时 T_{pd} 为 10ns。

IR2110 典型的连接方式如图 7-9 所示。图中 SD 接高电平芯片被禁止工作, SD 接低电平芯片正常工作。

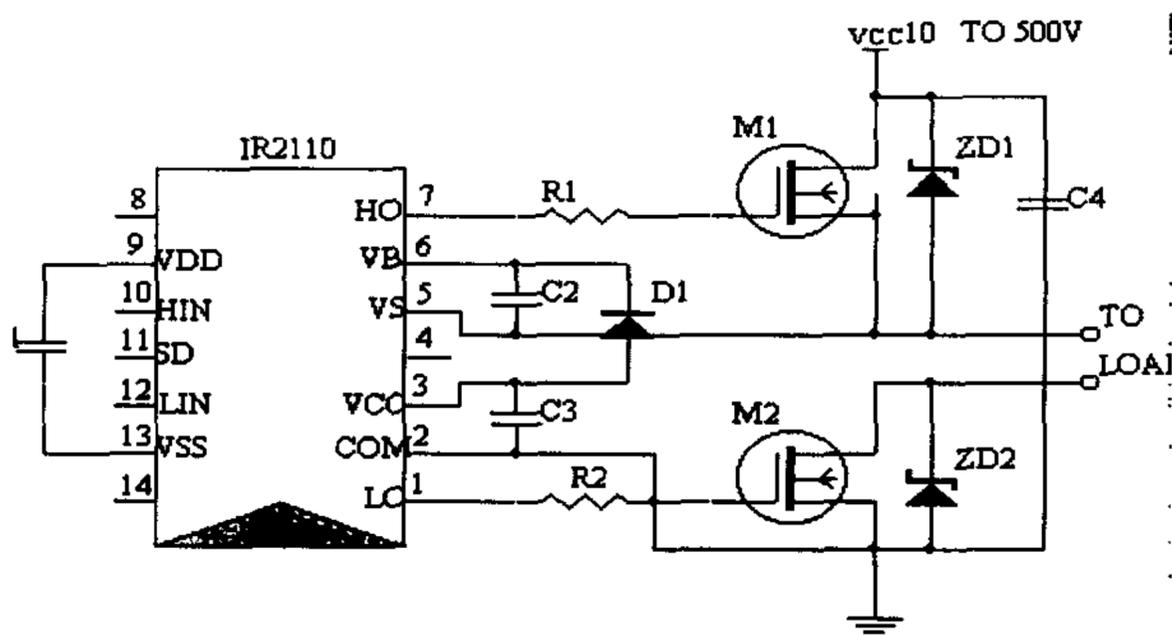


图 7-9 IR2110 典型连接方式

通过对 MgO 薄膜二次电子发射系数测量机理的讨论，以及测量要求和测量过程中可能出现的问题的分析，提出了具有较高测量精度的测量方案，完成了测量装置的整体设计以及测量电路和控制电路的设计。目前该测量装置正在安装调试过程中。

第八章 总结

随着显示画质提高,成本和功耗降低,彩色 AC-PDP 在 21 世纪信息显示领域将具有广阔的应用前景和市场。由于 MgO 薄膜直接和放电气体接触,它对彩色 AC-PDP 的光电特性有非常大的影响,MgO 薄膜特性的不同将导致 PDP 不同的光电特性。MgO 薄膜的特性和制备方法、制备工艺等有关,开展 MgO 薄膜的制备方法,制备工艺,膜层性能的研究是改善 PDP 性能的重要措施之一,这对于确立 PDP 在大屏幕壁挂 TV 和 HDTV 的统治地位,并促进其早日进入家庭具有很重要的意义。

由于技术保密,国际上关于彩色 AC-PDP 中介质保护薄膜--MgO 薄膜的制备工艺很少见报道;而且关于 MgO 薄膜的性能和 PDP 放电特性的关系还没有一个统一的说法;另外,电子束蒸发法制备的 MgO 薄膜作为 PDP 的介质保护薄膜确实存在一些缺点,还需要其它的制备方法来弥补电子束蒸发法带来的缺点,以便 MgO 薄膜更好地服务于 PDP。这些都有待于我们通过大量实验和理论分析对 MgO 薄膜进行全面系统研究。本文在完成国家“九·五”科技攻关项目的同时,对彩色 AC-PDP 的介质保护薄膜--MgO 薄膜的制备方法,制备工艺,膜层性能及其应用于 PDP 器件中的情况进行了系统的研究。本文所做的主要工作和取得的成果可分五部分说明:

一.对电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的特性以及工艺参数对 MgO 薄膜特性的影响进行了深入的研究。得出以下结果:

1.不通氧气、电子束蒸发制备的 MgO 薄膜随薄膜厚度的增加而(111)晶面择优生长。基片温度或沉积速率的降低有助于 MgO 薄膜(111)晶面的生成;提高基片温度或沉积速率易生长(200)晶面,从而导致 MgO 薄膜各晶面取向中(111)晶面的衍射峰强度减弱,(200)晶面的衍射峰强度增强。相对于低温或低速制备的 MgO 薄膜;高温或高速制备的 MgO 薄膜表面粗糙,不易吸水。

2.为了得到高结晶度的 MgO 薄膜,在电子束蒸发制备 MgO 薄膜的过程中通一定量的氧气是很有必要的。基底温度和通氧量极大地影响了 MgO 薄膜的结晶度,一定的基底温度和通氧量下,电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的结晶度最高,晶粒最大,晶界最少。

3.通氧、电子束蒸发制备的 MgO 薄膜中,MgO 薄膜的折射率随通氧量的增加而降低,随基底温度的变化不大。可见光谱显示不同工艺参数制备的 MgO 薄膜的平均透射率基本保持不变,在 90%左右。通氧制备的 MgO 薄膜比不通氧制备的 MgO 薄膜更易吸水。通氧制备的 MgO 薄膜中,高温生长的 MgO 薄

膜的水吸收量大于低温生长的 MgO 薄膜，高通氧量生长的 MgO 薄膜的水吸收量大于低通氧量生长的 MgO 薄膜，这说明(111)结晶面择优生长的 MgO 薄膜的结晶度越高，柱状晶粒间的空隙越多，薄膜越易吸水。

对于 MgO 薄膜的制备工艺，国内外几乎没有报道，本文这些结果为制备高质量的 MgO 薄膜指出了方向。

二. 为了改善 MgO 薄膜的致密性，以及为研究不同结晶取向的 MgO 薄膜对 PDP 放电特性的影响做准备，我们提出并系统研究了离子束辅助沉积制备的 MgO 薄膜的性质及工艺参数对薄膜特性的影响。

1. 在没有氧的环境中氩离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜主要是(200)结晶面择优取向，MgO 薄膜的晶粒尺寸小。特定的离子能量，基底温度及沉积速率才能产生高结晶度的(200)晶面取向，否则，MgO 薄膜可能没有任何特定的结晶取向。氩离子能量或基底温度或沉积速率的增加，都可能引起 MgO 薄膜表面粗糙度的增加，表面和断面形貌显示离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜和玻璃基底间的结合力要强于电子束蒸发制备的 MgO 薄膜和玻璃基底间的结合力，而且前者的表面粗糙。MgO 薄膜的密度在 $3.6\text{g}/\text{cm}^3$ 和 $3.7\text{g}/\text{cm}^3$ 之间；折射率在 1.63 和 1.72 之间变化，密度和折射率都随离子能量或基底温度的增加而增加；红外光谱没有显示出水分的吸收峰。总之，从 MgO 薄膜的各种特性来看，没有氧的环境中，氩离子辅助蒸发制备 MgO 薄膜有效地改善了 MgO 薄膜的致密性。

2. 氧环境下，离子束辅助沉积制备的 MgO 薄膜中，由于有氧气的参与，通过改变工艺参数，既可以获得(111)晶面择优取向的 MgO 薄膜又可以获得(200)晶面择优取向的 MgO 薄膜。从(111)晶面择优取向来看，不同制备方法，不同工艺制备的 MgO 薄膜中，氧离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的(111)晶面结晶性最好；其次是通氧、氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜；电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的结晶性排第三位；结晶性排第四位的是氩氧混合离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜；无氧、氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的结晶性最差。

3. 氧环境下，离子束辅助沉积制备的 MgO 薄膜的可见光透射率为 90%，和电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的可见光透射率一致，但工艺不适当，会引起 MgO 薄膜的透射率急剧下降。氧环境中，离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜中吸收的水分等杂质比电子束蒸发制备的 MgO 薄膜中吸收的水分杂质少；离子能量增加以及通氧量减少使得 MgO 薄膜的吸水量减少，但内应力增大。表面形貌显示混合离子束和高能氩离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的表面要更粗糙一

些，表面离子团也更大一些。总之，从 MgO 薄膜的各种特性来看，氧环境中，离子束辅助蒸发制备 MgO 薄膜不仅能获得不同结晶取向的 MgO 薄膜而且能有效地改善了 MgO 薄膜的致密性。

以上结果表明，将离子束辅助沉积技术用于 MgO 薄膜的制作不仅能获得不同结晶取向的 MgO 薄膜，还能明显地改善 MgO 薄膜的致密性，可以预期这种工艺方法将为进一步提高 MgO 薄膜的质量指出一个新的方向。

三. MgO 薄膜综合性能的好坏只有通过研究以 MgO 薄膜为介质保护薄膜的 PDP 的放电特性来判断。我们首次系统研究了不同工艺、电子束蒸发，特别是离子束辅助沉积制备的 MgO 薄膜对 PDP 放电特性的影响。

1. PDP 放电特性的变化主要取决于 MgO 薄膜的结晶取向，老练过程中薄膜表面氧离子空位或 E_d 能级密度的变化以及光电子发射能力特性。

2. 不通氧气电子束蒸发制备的 MgO 薄膜中，低温低速制备的 MgO 薄膜的着火电压低于高温高速生长的 MgO 薄膜的着火电压，而且前者比后者稳定；低温低速生成的 MgO 薄膜的熄火电压、记忆余度和放电电流在老练一段时间后稳定。高温高速生长的 MgO 薄膜的熄火电压、记忆余度、放电电流在老练过程中一直不稳定。表明 PDP 放电特性的稳定性和 MgO 薄膜的择优取向有关，MgO 薄膜(111)晶面择优取向越明显，PDP 的放电特性越稳定。

3. 通氧电子束蒸发制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 的放电特性在老练一段时间后都很稳定。一定基底温度或一定通氧氧量制备的 MgO 薄膜的着火或熄火电压最低，放电电流最大，但记忆余度最低。不同沉积速率制备的 MgO 薄膜产生的 PDP 的着火电压不同：低沉积速率 > 高沉积速率 > 中等沉积速率；熄火电压不同：低沉积速率 = 中等沉积速率 > 高沉积速率；记忆余度不同：低沉积速率 > 高沉积速率 > 中等沉积速率。放电电流不同：高沉积速率 > 中等沉积速率 > 低沉积速率。相对于不通氧、电子束蒸发制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 放电特性，通氧、电子束蒸发制备的 MgO 薄膜获得的 PDP 放电特性更优越。

4. 适当的通氧量下，氦离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜使得 PDP 的着火电压、熄火电压降低、记忆余度和放电电流增大。高能氦离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜使得 PDP 的着火电压、熄火电压增加，记忆余度降低。高基底温度下，氦离子辅助蒸发制备的 MgO 薄膜使得 PDP 放电特性在老练过程中稳定，且稳定后的放电电流比低温生长的 MgO 薄膜的放电电流大得多。

5. 不同能量和流量的氧离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的结晶度不一样，但它们对 PDP 的着火电压、熄火电压及记忆余度的影响不大，只是放电

电流的老练曲线不同，稳定的放电电流排列顺序为：能量中>能量小>能量大，流量大>流量中>流量小

6.不同比例的混合离子束制备的 MgO 薄膜获得 PDP 的着火电压和熄火电压不同，着火电压和熄火电压的排列顺序为：Ar/O₂ 大 > Ar/O₂ 小 > Ar/O₂ 中。Ar/O₂ 中等的着火电压和熄火电压接近电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的着火电压和熄火电压，并且记忆余度最大，和电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的记忆余度相等；稳定后的放电电流排列顺序是：Ar/O₂ 小 > Ar/O₂ 中 > Ar/O₂ 大。作为比较的电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的放电电流低于 Ar/O₂ 小 和 Ar/O₂ 中获得的放电电流。因此，Ar/O₂ 中、离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜不仅能使 PDP 的工作电压、记忆余度以及放电电流达到甚至优于电子束蒸发制备的 MgO 薄膜获得的水平，而且能提高 PDP 的工作寿命。

四. 本文首次研究了 PDP 的制备过程中高温封接、排气充气及老练等后工序对 MgO 薄膜特性的影响。后工序中 MgO 薄膜特性的变化使得 PDP 的工作特性发生变化。后工序对 MgO 薄膜特性的影响如下：

1.干燥的空气中高温退火引起①.MgO 薄膜的结晶性发生明显的变化，X 射线衍射峰的强度显著增加，半高宽降低；②. 部分 MgO 薄膜的可见光透过率下降；③. MgO 薄膜中的水分大大减少；水分挥发析出有一个过程；④. 离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜脱膜。离子能量越高，薄膜脱膜的可能性越大；电极附近的 MgO 薄膜最易脱膜。

2.老练过程中，随着老练时间的增加，MgO 薄膜越光滑；离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜在老练过程中易变光滑，光滑的 MgO 薄膜表面有助于 PDP 放电特性的稳定。

3. PDP 中的 MgO 薄膜溅射腐蚀不均匀，在维持电极内侧的 MgO 薄膜被腐蚀得厉害，最终可能导致 PDP 寿命的结束。

4.不同工艺制备的 MgO 薄膜具有不同的抗溅射能力，间接反应了 PDP 的工作寿命。离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜的抗溅射能力高于电子束蒸发制备的 MgO 薄膜的抗溅射能力。电子束蒸发制备 MgO 薄膜的过程中，提高基底温度或降低通氧量，有助于提高 MgO 薄膜的抗溅射能力；离子束辅助蒸发制备的 MgO 薄膜中，高能离子辅助制备的 MgO 薄膜的抗溅射能力强于低能离子辅助制备的 MgO 薄膜，氩离子辅助制备的 MgO 薄膜的抗溅射能力强于氩氧混合离子辅助制备的 MgO 薄膜，而后者又强于氧离子辅助制备的 MgO 薄膜的抗溅射能力。

五.通过对 MgO 薄膜在离子激发下的二次电子发射系数的测量机理,测量过程中的难点及问题进行深入细致的讨论,提出了脉冲电荷中和法以解决测量过程中试样表面电荷积累的问题,从而改善了 MgO 薄膜二次电子发射系数的测量精度,并设计出了装置的整体结构及相应的电路。

这项工作在国内尚属首次,为准确测量 MgO 薄膜的二次电子发射系数提供了新的手段。

展望

关于 MgO 薄膜作为 等离子体显示器介质保护薄膜的研究，我们通过氩氧混合离子束辅助蒸发的方法制备的 MgO 薄膜不仅能降低 PDP 的工作电压，提高放电电流，而且比电子束蒸发制备的 MgO 薄膜更能提高 PDP 的工作寿命。除了 MgO 薄膜和前面提到的一些保护膜外，我们还可以尝试金刚石薄膜。因为金刚石薄膜不仅有较高的二次电子发射系数^[154]，而且有很强的场发射能力^[155-159]。在 PDP 的电极附近，电场达到 10^5V/cm 数量级^[87]，通过给金刚石薄膜掺杂或采用不同的制膜方法获得的金刚石薄膜在场强为 10^5V/cm 时可以产生很强的场发射电流。有人比较了 MgO 薄膜和 H:C 薄膜的有效二次电子发射系数以及对于各种惰性气体的着火电压^[160] (如图 8-1 和图 8-2)，可以发现金刚石薄膜用作为等离子体显示器的介质保护薄膜是极有可能的；由于金刚石薄膜还有抗腐蚀，抗溅射的优点，我们相信以金刚石薄膜作为介质保护薄膜的等离子体显示器不仅有低的工作电压，而且有很长的工作寿命。

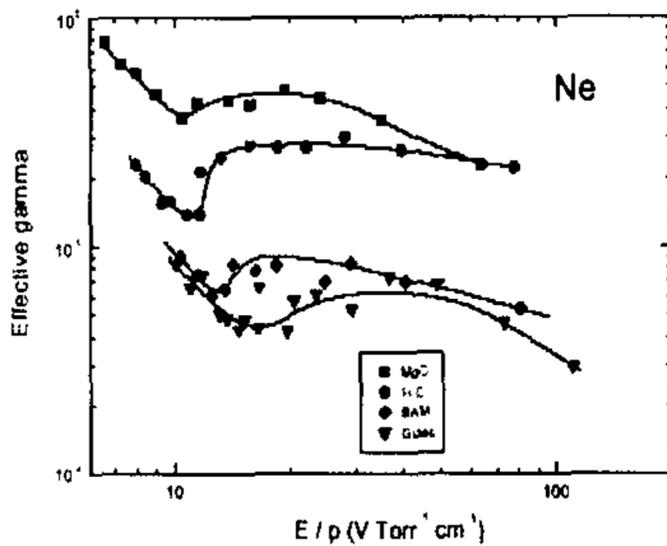


图 8-1 不同材料的有效二次电子发射系数

	Ne	Ar	Xe
MgO	100 V	165 V	240 V
H:C	109 V	140 V	214 V
BAM	160 V	258 V	365 V
Glass	199 V	329 V	418 V

图 8-2 不同保护膜对应于不同惰性气体的着火电压

致谢

本文的全部工作是在我的导师孙鉴教授和郑德修教授的悉心指导下完成的。从论文的选题到具体的研究工作，无处不倾注着两位导师的心血和汗水。导师活跃的学术思想、渊博的知识、求实严谨的治学态度、踏实而忘我的工作作风、崇高的品德以及对事业的追求和进取精神都给作者以极大的教育和深刻影响，在此作者向导师致以衷心的感谢和崇高的敬意！

在论文工作期间，电子物理与器件研究所副所长刘纯亮教授和卜忍安高工给予本论文研究工作极大的关心，大量的指导、帮助和鼓励，使得论文的研究与写作工作的进展顺利。在此，作者表示深深的敬意和感谢！

在研究工作中，得到了电子物理与器件研究所各位老师的大力支持和帮助；姚宗熙、王昌华、封学民、罗亦麟、范玉锋、徐伟军、王建琪、王文江、林国淑、夏星等老师对本论文的工作给予了许多关心和支持，作者在此向他们一并表示衷心的感谢！

在论文的研究工作期间，得到了同窗学友胡文波、沈思宽，江涛，赵萌，吕晓军，张方，何锋等同学的大力协助和支持，特向他们表示衷心的感谢！

要特别感谢我的夫人高雁飞及家人，是他们给予作者在生活上的关心和照顾，学习上的鼓励，使作者顺利的完成了本文的研究与写作工作。

最后，衷心感谢尊敬的前辈们在百忙之中抽出时间评审我的论文。

参考文献

1. H. Murakami. Progress in HDTV technologies at NHK. IDRC'98, PDP-5
2. M. Kurashige. The challenge of next-generation PDPs for hi-vision PDP consortium in cooperation with the micro-discharge research society established in 1997. IDRC'98, PDP-4
3. L. F. Weber. The performance and promise of color plasma displays. Asia Display'95: 373-376
4. A.C.Joseph. Market & technology trends in the globe flat panel display market. IDRC'98, S2
5. S. Peter, F. Edwin, J. Thomas. Development of a bright, stable, multicolor, ac-gas discharge display. Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering, 1986, Vol.24: 120-124
6. N. Yoshio, O. Takio, A. Tamisuke, et al. High-resolution plasma display units. National Technical Report (Matsushita Electric Industry Company), 1987, Vol.33, No.1: 108-117
7. S. F. Peter, R. Abdul, K. W. Donald. Large-scale color ac-plasma displays. Proceeding of the SID, 1991, Vol.32, No.3: 243-246
8. T. Kurita, M. Seki, J. Koike, et al. 42-inch-diagonal HDTV plasma display. Proceedings of the IEEE International Symposium on Consumer Electronics, 1997, Vol.2, No.4: 55-58
9. Y. Harano, K. Yoshida, H. Uchiike. Improve of luminous efficiency in barrier-electrode color ac plasma displays by using a double protecting layer. IEICE TRANS. ELECTRON., 1997, Vol.E80-C, No.8: 1091-1094
10. H. Uchiike. Researchers' work to endow color PDP with HD-TV capabilities. Journal of Electronic Engineering, 1993, Vol.30, No.3: 70-75
11. T. Shinoda. Plasma display panels. Optoelectronics-Devices and Technologies, 1992, Vol.7, No.2: 231-251
12. K. Wani. A novel driving scheme and panel design for realization of a picture quality equivalent to CRTs. IDW'99: 775-778
13. L. F. Weber, F. Larry. Plasma displays in their twenty-fifth year. Information Display, 1989, Vol.5, No.12: 12-13
14. Ajluni, Cheryl. Plasma display targets future HDTV devices. Electronic Design, 1995, Vol.43, No.1: 183-184
15. D. W. Parker, A. G. Knapp, T. S. Baller. TV on the wall: has its time come?. Electronics and Communication Engineering Journal, 1999, Vol.11, No.5: 210-216
16. T.Yamamoto, T.Kuriyama, M.Seki, et al. A 40-inch-diagonal HDTV DC plasma display. IEEE TRANS. ON ELECTRON DEVICES, 1995, Vol.ED-42, No.5: 847-855
17. H. Hirakawa, T. Katayama, S. Kuroki, et al. Cell structure and driving method of a 25-in. (64-cm) diagonal high resolution color ac plasma display. SID'98, 19.2
18. 汪洪, 严群, 超薄型彩色大屏幕平面显示技术——等离子体显示屏 (PDP), 自然杂志, 20 卷第 4 期, 1997: 208-216

19. L. F. weber, Color Plasma Displays, 1995 SID SEMINAR M-9, 1995; 1-38
20. L. F. weber, The Performance and Promise of Color Plasma Displays, ASIA DISPLAY'95, 1995; 373-376
21. T. Shinoda, M. Wakatani, T. Nanto, et al., Development of Technologies for Large-Area Color ac Plasma Displays, SID'93 DIGEST, 1993; 161-164
22. Albert Lee, Thirty Years Later: PDPs Come of Age, Information Display, 1997.10, 12-15
23. 林咏, 等离子体显示屏——希望在明天, 电子产品世界, 1997.9, 31-3
24. 朱昌昌, 彩色 PDP 技术的最新发展, 显示技术与产业——21 世纪展望, 1999 年显示技术与产业发展研讨会, 北京, 1999.10, 27-29
25. W. C. Schindler, 60-Inch Digital HDTV Plasma Display, Proc. of IDW'99, 1999; 735-738
26. L. F. Weber, The Promise of Plasma Displays for HDTV, SID'00 DIGEST, 2000; 402-405
27. Myung Ho Park, A 60-in. Full-Color AC Plasma Display Panel with 1365×768, SID'00 DIGEST, 2000; 475-477
28. 孙伯尧, 应根裕, 钱慰宗, 信息显示与图像摄取原理, 北京: 国防工业出版社, 1994
29. 柴天恩, 平板显示器件原理及应用, 北京: 机械工业出版社, 1996
30. A. Takahashi, Y. Kobayashi, Y. Terouchi, et al., Normally-On Anode Pulse Memory Drive for DC-PDPs, SID'96 DIGEST, 1996; Paper 19.3
31. Albert Lee, Thirty Years Later: PDPs Come of Age, Information Display, 1997.10, 12-15
32. T. Shinoda, Improvement of Luminance and Luminous Efficiency of Surface-Discharge Color AC PDP, SID'91 DIGEST, 1991; 724-727
33. P. Friedman, A 19-in Color AC Plasma Display, JEE,1992; No. 10, 85-87
34. T. Nakamura, K. Iseki, Y. Sano, et al., Drive for 40-in Diagonal Full-Color AC Plasma Display, SID'95 DIGEST, 1995; 807-810
35. T. Hirose, K. Kariya, M. Wakitani, et al., Performance Features of a 42-in.-Diagonal Color Plasma Display, SID'96 DIGEST, 1996; Paper 19.1
36. Heui Seob Jeong, Jeong Hyun Seo, Cha Keun Yoon, et al., Analysis of He-Xe Discharge Kinetics in an AC PDP Cell, SID'98 DIGEST,1998; Paper 24-3
37. Ki-woong Whang , Heui Seob Jeong, Jeong Hyun Seo, et al., Discharge Physics for High Luminance and Efficiency in an AC PDP, IDRC'98 DIGEST, 1998; Paper pdp-7
38. T. Komaki, H. Taniguchi, K. Amemiya, High Luminance AC-PDPs with Waffle-Structured Barrier Ribs, Proc. of IDW'99, 1999; 587-590
39. G. Oversluizen, S. de Zwart, S. van Heusden, et al., Improvement of Luminance and Luminous Efficiency Based on the Investigation of Xe Concentration and Sustain Voltage in PDPs, Proc. of IDW'99, 1999; 591-594
40. C. H. Shon, M. S. Hur, Y. K. Shin, Parameter Optimization of an AC Coplanar PDP by

- Computer Simulation, Proc. of IDW'99, 1999; 651-654
41. O. Toyoda, T. Kosaka, F. Namiki, et al., A High Performance Delta Arrangement Cell PDP with Meander Barrier Ribs, Proc. of IDW'99, 1999; 599-602
 42. Y. Ikeda, K. Suzuki, H. Fukumoto, et al., Analysis of Address Discharge on an AC-PDP Using Particle-in-Cell Simulation, Proc. of IDW'99, 1999; 759-762
 43. John Kester, John Chapin, Patrick O'Keefe, et al., Optimization of MgO reactive sputtering deposition for PDPs, IDW'99; 703-705
 44. J. J. Kim, J. M. Oh, K. Hashimoto, et al., Metal Black Patterned Electrode for AC-PDP Via Novel Electroless Plating Using ZnO Thin Film, Proc. of IDW'99, 1999; 771-774
 45. T. Yamamoto, A 40-Inch-Diagonal HDTV DC Plasma Display, IEEE Trans. on Electron Devices, 1996, Vol.42, No.5, 847-854
 46. K. Sasaki, Y. Kobayashi, K. Fujii, et al., Discharge Characteristics of Full-Color Plasma Display Panels with Resistors in Display and Auxiliary Cells, SID'95 DIGEST, 1995; 819-822
 47. H. Kono, M. Hirohashi, N. Isobe, et al., A Long-Life DC Color PDP with a Concave Cathode, SID'95 DIGEST, 1995; 823-826
 48. B. J. Shin, H. S. Jeong, J. S. Park, Optimization of a New DC PDP Cell Structure, SID'95 DIGEST, 1995; 491-494
 49. H. Doyeux, J. Deschamps, A High-Resolution 19-in 1024×768 Color AC PDP, SID'95 DIGEST, 1995; 811-814
 50. H. Hirakawa, T. Katayama, S. Kuroki, et al., Cell Structure and Driving Method of a 25-in.(64-cm) Diagonal High-Resolution Color AC Plasma Display, SID'98 DIGEST, 1998; Paper 19.2
 51. T. Sasaki, Y. Harano, Y. Kawai, et al., Improvement of Luminance Efficiency in Barrier-Electrode Color AC Plasma Displays By Using a Double Protecting Layer, SID'96 DIGEST, 1996; Paper 19.2
 52. Hiroshi Murakami, Progress in HDTV PDP Technologies at NHK, IDRC'98, 1998; Paper pdp-5
 53. M. Kasahara, M. Ishikawa, T. Morita, et al., New Drive System for PDPs with Improved Image Quality: Plasma AI, SID'95 DIGEST, 1995; Paper 14.2
 54. T. Hirose, K. Kariya, Present Status and Future Prospect of Technological Development on Color PDPs, Proc. of IDW'99, 1999; 11-14
 55. S. Mikoshiba, 彩色等离子体显示器的最新驱动方法, 现代显示, 1997年第4期, 38-43
 56. Yoon-Seok choi, Choon-woo Kim, Quantitative Measure of Dynamic False Contours on Plasma Display, Proc. of IDW'99, 1999; 783-786
 57. Y. Sano, T. Nakamura, K. NomoMura, et al., High-Contrast 50-in Color ac Plasma Display with 1365×768 Pixels, Proc. of SID'98, 1998; 275-278
 58. M. Ishii, K. Igarashi, S. Mikoshiba, et al., Reduction of Data Pulse Voltage to 20V by

- Using Address-While-Display Scheme for AC-PDPs, SID'99 DIGEST, 1999; 162-165
59. Hiroyuki Wkayama, Tomokatsu Kishi. Fujitsu 42-Inch PDP Achieves 400:1 Contrast, NIKKEI ELECTRONICS ASIA, Mar. 1998; 74-77
 60. Y. Kanazawa, et al., High-Resolution Interlaced Addressing for Plasma Displays, SID'99 DIGEST, 1999; 374-378
 61. 荻谷教治, 金泽义一, 上田寿男等, PDP は技術革新で HD 対応版の量産へ, LCD/PDP International' 98, 1998; 26-34
 62. H. Ando, M.Hoshikawa, H. Kida, et al., Development of Signal Processing ICs for AC Plasma Displays, Proc. of IDW'97, 1997; Paper pdp1-3
 63. Y. Sano, M. Ohsawa, Y. Okada, et al., Surge Current Analysis of Abnormal Discharge and Protection Technique for Driver ICs in PDPs, Proc. of IDW'97, 1997; Paper pdp1-3
 64. I. Kawahara, K.Sekimoto, Dynamic Gray-scale Control to Reduce Motion Picture Disturbance for High-Resolution PDP, SID'99 DIGEST, 1999; 166-169
 65. Jun Someya, Display Apparatus for Reducing Distortion of A Displayed Image, United States Patent, No.6040819, Mar. 21,2000
 66. Masaya Tajima, Toshio Ueda, Hirohito Kuriyama, et al., Display Device and Method for driving the same, United States Patent, No.5818419, Oct. 6,1998
 67. Daniel Qiang Zhu, Thomas James Leacock, Method and Apparatus for Moving Pixel Distortion Removal for a Plasma Display Panel Using Minimum MPD Distance Code, United States Patent, No.5841413, NOV. 24, 1998
 68. T. Shigeta, N. Saegusa, H. Honda, et al., Improvement of Moving-Video Image Quality on PDPs by Reducing the dynamic False Contour, SID'98 DIGEST, 1998; 287-290
 69. T. Koura, T. Yamamoto, K. Ishii, et al., Evaluation of Moving-Picture Quality on 42-in. PDP, SID'98 DIGEST ,1998; 620-623
 70. E. K. Ressler, B. L. Shoop, High-Quality Digital Halftones from Error-Diffusion Networks, SID'96 DIGEST, 1996; Paper P-27
 71. Y. Watanabe, M. Yoshida, K.Ogawa, et al., Quantitative Analysis of Dynamic False Contours on PDPs, SID 97 DIGEST, 1997; 289-292
 72. H. Doyeeux, J. Deschamps, Plasma Display Panel Technologies and Applications, SID'97 DIGEST, 1997; 213-215
 73. Y-W. Zhu, K.Toda, T. Yamaguchi, et al., A Motion-Dependent Equalizing-Pulse Technique for Reducing Gray-Scale Disturbances on PDPs, SID'97 DIGEST, 1997; 221-224
 74. T. Yamamoto, Y. Takano, K. Ishii, et al., Improvement of Moving-Picture Quality on a 42-in.-Diagonal PDP for HDTV, SID'97 DIGEST, 1997; 217-220
 75. I. Son, Lminance and Picture-Quality Improvement of DCPDPs and ACPDPs by Irregular Addressing for Gray-Scale Control, SID'97 DIGEST, 1997; 607-610
 76. Y-W. Zhu, T. Shigeta, S. Mikoshiba, et al., Determination of Magnitude of Motion-Dependent Equalizing Pulse for Reducing the Gray Scale Disturbances on PDPs, ASID'99 DIGEST, 1999; 299-303

77. Chern-Lin Chen, Ching-Te Tseng, Shin-Tai Lo, et al., Evaluation of Binary-Coded Light-Emission-Period Schemes for Improving the Moving Image Quality on PDP, ASID'99 DIGEST, 1999; 309-313
78. Takahiro Yamaguchi, Shigeo Mikoshiba, An Improvement of PDP Picture Quality by Using a Modified-Binary-Coded Scheme with a 3D Scattering of Motional Artifacts, IEICE Trans. Electron., Vol. E80-C, No.8 Aug. 1997
79. Takahiro Yamaguchi, Shigeo Mikoshiba, Improvement in PDP Picture Quality by Three-Dimensional Scattering of Dynamic False Contours, SID'96 DIGEST, 1996; Paper 19.4
80. J. Hoppenbrouwers, R. van Dijk, T. Holtslag, A Comparison of Motion Artifact Reduction Methods in PDPs, Proc. of IDW'99, 1999; 779-782
81. Yoon-Seok Choi, Choon-woo Kim, Quantitative Measure of Dynamic False Contours on Plasma Display, Proc. of IDW'99, 1999; 783-786
82. M. Ishli, T. Aikawa, K. Igarashi, et al., Reducing the Number of Scan Drivers in AC-PDPs by an Order of Magnitude Using Gas Discharge AND Logic. SID 98, 1998; 283-286
83. Shigeo Mikoshiba, Recent Advances of PDP Drive Technique, Information display, Vol.15, No.2, 1999; 28-31
84. T. Urade, T. Iemori, M. Osawa, et al., A protecting layer for the dielectric in AC plasma panels, IEEE Trans. on Electron Devices, Vol.23, No.3, 1976; 319-323
85. 茅析辉, 直流磁控反应溅射沉积 ITO 透明导电膜的研究, 光电子技术, Vol.15, No.1, 1995; 72-78
86. C. A. Nicholas, High-resolution thick-film dielectric barriers for optical isolation in colour plasma displays, IEEE Trans. on Electron Devices, Vol.33, No.8, 1986; 1180-1183
87. B. W. Byrum, Surface aging mechanisms of AC plasma display panels, IEEE Trans. On Electron Devices, Vol.22, No.9, 1975; 685-691
88. P. Plshko, Aging and burn-in behavior of ac plasma panels, SID'79 DIGEST; 57-57
89. M. O. Aboelfotoh, Aging characteristics of AC plasma display panels, IEEE Trans. On Electron Devices, Vol.28, No.6, 1981; 645-651
90. P. Plshko, AC plasma display aging model and lifetime calculations, IEEE Trans. On Electron Devices, Vol.28, No.6, 1981; 654-658
91. M. O. Aboelfotoh, On the stability of the operating voltage of AC plasma display panel, IEEE Trans. On Electron Devices, Vol.29, No.2, 1982; 247-254
92. M. Kamiya, H. Uchiike, T. Sasaki, et al., Effects of protecting layer on improvement of luminance and luminance efficiency in color AC plasma displays, ASIA DISPLAY'95; 385-388
93. Yuichi Harano, Kunio Yoshida, H. Uchiike, Improvement of luminous efficiency in barrier-electrode color ac plasma displays by using a double protecting layer, IEICE TRANS. ELECTRON., Vol.E80-C, No.8 AUGUST, 1997; 1091-1094
94. Won Tae Lee, Jae Wook Lee, Jong Min Kim, et al., Study of protecting layers in AC-PDPs, IDW'99; PDP5-1

95. Jinhui Cho, Rakhwan Kim, Kyoung-Woo Lee, et al., Low-voltage characteristics of MgO-CaO films as a protective layers for AC plasma display panels by e-beam evaporation, *Journal of materials science*, Vol.34, 1999; 5055-5059
96. Jinhui Cho, Rakhwan Kim, Kyoung-Woo Lee, et al., Effect of CaO addition on the firing voltage of MgO films in AC plasma display panels, *Thin Solid Films*, Vol.350, 1999;173-177
97. Soon Joon Rho, Soon Moon Jeong, Hong Koo Baik, et al., The structural, optical and secondary electron emission properties of MgO and Mg-O-Cs thin films prepared by ion beam assisted deposition, *Thin Solid Films*, Vol.355-356, 1999;55-59
98. Ichiro Koiwa, Takao Kanehara, Juro Mita, Preparation of MgO protective layer for AC-Type plasma display panel by means of screen-printing. *J. Electrochem. Soc.*, Vol.142, No.5, May 1995; 1396-1401
99. K. Machida, H. Uchiike, H. Sasaki, et al., Vacuum- evaporated- and thick-film-printed-dielectric materials for protecting layer in AC plasma displays, *JAPAN DISPLAY`92*; 613-616
100. K. Aano, H. Uchiike, K. Baba, et al., Characteristics of thick-film-printed MgO for a practical use in ac plasma displays, *SID 94 DIGEST*; 323-326
101. 薛文进, 唐绍开, 刘小兵等, 彩色等离子体显示技术的新发展, *激光与红外*, Vol.28, No.2, 1998; 67-73
102. C. Pan, P. O'Keefe, J. J. Kester, MgO coating by reactive magnetron sputtering for large-screen plasma display panels, *SID`1998*; Paper 29.1
103. P.Vuoristo, T. Mantyla, P. Kettunen, Adhesion and structure of rf-sputtered magnesium oxide coatings on various metal substrates, *J. Vac. Sci. Technol.*, Vol.A4, No.6, 1986; 2932-2937
104. Yasuhisa Kaneko, Nobuo Miloshiba, Tsutomu Yamashita, et, al., Preparation of MgO thin films by RF magnetron sputtering, *Japanese Journal of Applied Physics*, Vol.30, No.5, 1991; 1091-1092
105. U. Hoffmann, A. Kioppel, J. Trube, Gas flow sputter deposition of MgO for large area PDP applications, *IDW`99*; 767-769
106. Chung-Hoo Park, Woo-Geun Lee, Dong-Hyun Kim, et al., Surface discharge characteristics of MgO thin films prepared by RF reactive magnetron sputtering, *Surface Coatings Technology*, Vol.110, 1998; 128-135
107. Chung-Hoo Park, Young-kee Kim, Sung-Hyun Lee, et al., Surface-discharge characteristics of MgO-thin films prepared by reactive RF unbalanced magnetron sputtering, *Thin Solid Films*, Vol.366, 2000; 88-94
108. C. Daube, H. Frankenberger, J. Stollenwerk et,al., High rate MgO sputter source for PDP applications, `IDW`97-the fourth international display workshops, Nov,19-21, 1997
109. C. K.Yoon, J. K. Kim, Y. W. Jung, et al., Dependence of ACPDP discharge characteristics on MgO, *SID`97 DIGEST*; 611-614
110. M. Hakomori, K. Matsuzaki, T. Kurauchi, et al., High-rate deposition of MgO films for ACPDPs by activated reactive evaporation using hollow-cathode discharge (HCD-ARE), *SID`98*; paper 29.2

111. S. H. Woo, J. J. Kim, J. H. Ryu, et al., Magnesium oxide films via Sol-Gel processing for practical application to large-size PDPs, SID'99; P-24
112. Wei-Yung Hsu, Rishi Raj, MgO epitaxial thin films on (100) GaAs as a substrate for the growth of oriented PbTiO₃, Appl. Phys. Lett., Vol.60, No.25, 1992;3105-3107
113. M.O.Aboelfotoh, Preferred orientations in MgO films deposited on amorphous substrates, Appl. Phys. Lett., Vol.24, No.8, 1974; 347-349
114. Byungwoo Park, Hong Bin Jeon, Hong Gyu Kim, et al., Discharge characteristics and secondary electron emission properties of MgO protecting layer prepared by PLD, IDW'99; 647-650
115. M.O.Aboelfotoh, Crystal structure of evaporated MgO films on amorphous and polycrystalline substrates, J. Vac. Sci. Technol., Vol.10, No.5, 1973; 621-625
116. M.O.Aboelfotoh, K. C. Park, W. A. Pliskin, Infrared and high-energy electron diffraction analyses of electron-beam-evaporated MgO films, J. Appl. Phys, Vol.48, No.7, 1977; 2910-2917
117. 严一心, 林鸿海, 薄膜技术, 兵器工业出版社, 1994
118. R.Glang, "Handbook of Thin Film Technology", New York, 1970
119. Eun-Ha Choi, Hyun-Joo Oh, Young-Guon Kim, et al., Measurement of secondary electron emission coefficient (γ) of MgO protective layer with various crystallinities, Jpn. J. Appl. Phys., 37(12B)(1998), p.7015-7018
120. Masaki Aoki, Hideo Torii, Eiji Fujii, et al., Plasma display panel with protective layer of an alkaline earth oxide, U.S.A, United States Patent, 5770921, Jun.23,1998
121. K. Yoshida, H. Uchiike, M. Sawa, Fundamental characteristics of MgO film and their influence on the operation of plasma displays, IEICE TRANS. ELECTRON., Vol.E82-C, No.10 OCTOBER, 1999; 1798-1803
122. Y.Ushio, T.Banno, N.Matuda, et al., Secondary electron emission studies on MgO films, Thin Solid Films, Vol.167, 1988; 299-308
123. 姚宗熙, 郑德修, 封学民, 物理电子学, 国防工业出版社, 1991年6月第1版
124. 江剑平, 阴极电子学与气体放电物理, 国防工业出版社, 1980年
125. Y.Shin, J.K.Lee, C.H.Shon, et al., Jpn. J. Appl. Phys., Vol.38, 1999 Part 2;174
126. Sean J.Yoon, Insook Lee, Jong-Wan Lee, et al., A theoretical study of the secondary electron emission from MgO surface, IDW'99; 643-646
127. Kyoung Sup Moon, Jihwa Lee, Ki-Woong Whang, Electron ejection from MgO thin films by low energy noble gas ions: energy dependence and initial instability of the secondary electron emission coefficient, J. Appl. Phys., Vol.86, No.7, 1999; 4049-4051
128. 彭国贤, 二次电子发射系数的测量及应用, 现代显示, Vol.2, 1999; 41-46
129. G.Auday, Ph.Guillot, J. Galy, et al., Experimental study of the effective secondary emission coefficient for rare gases and copper electrodes, J. Appl. Phys., Vol.83, No.11, 1998; 5917-5921
130. O.Sahni, C.Lanza, Importance of the dependence of the secondary electron emission coefficient of E/P_0 for paschen breakdown curves in ac plasma panels, J. Appl. Phys.,

- Vol.47, No.4, 1976; 1337-1340
131. H.Uchiike, K.Miura, N.Nakayama, et al., Secondary electron emission characteristics of dielectric materials in AC-operated plasma display panels, IEEE Trans. On Electron devices, Vol.ED-23, No.11, 1976; 1211-1217
 132. N.J.Chou, O.Sahni, Comments on "secondary emission characteristics of dielectric materials in AC-operated plasma display panels", IEEE Trans. On Electron devices, Vol.ED-25, No.1, 1978; 60-61
 133. O.Sahni, C.Lanza, Influence of the secondary electron emission coefficient of argon on paschen breakdown curves in ac plasma panels for neon + 0.1% argon mixture, J. Appl. Phys., Vol.47, No.11, 1976; 5107-5108
 134. M.O.Aboelfotoh, J.A.Lorenzen, Influence of secondary-electron emission from MgO surfaces on voltage-breakdown curves in Penning mixtures for insulated-electrode discharges, J. Appl. Phys., Vol.48, No.11, 1977; 4754-4759
 135. N.J.Chou, Ion-induced secondary-electron emission from MgO films, J. Vac. Sci. Technol., Vol.14, No.1, 1977; 307-311
 136. O.Sahni, C.Lanza, Physical Mechanisms in AC plasma display panels, IEEE Trans. On Electron devices, 1976; 1256-1257
 137. S.Andoh, K.Murase, S.Umeda, et al., Discharge-time lag in a plasma display—selection of protection layer (γ surface), IEEE Trans. On Electron devices, Vol.23, No.3, 1976; 319-323
 138. J.Dresner, Delayed secondary-electron emission in thin MgO layers, J. Appl. Phys., Vol.48, No.11, 1977; 4760-4765
 139. Eun-Ha Choi, Jae-Yong Lim, Young-Guon Kim, et al., Secondary electron emission coefficient of a MgO single crystal, J. Appl. Phys., Vol.86, No.11, 1999; 6525-6527
 140. Eun-Ha Choi, Hyun-Joo OH, Young-Guon Kim, et al., Measurement of secondary electron emission coefficient (γ) of MgO protective layer with various crystallinities, Jpn. J. Appl. Phys., Vol.37, 1999 Part 1;7015-7018
 141. J.Y.Lim, J.M.Jung, H.J.Oh, et al., Influence of gas mixing ratio on the secondary electron emission coefficient (γ) MgO single crystals with different orientatin and MgO protective layer in surface discharge AC-PDPs, IDW'99;PDPp1-6
 142. 任红霞, AC PDP 介质保护膜研究及放电特性的数值分析, 博士论文
 143. J. Koike, T. Kojima, R. Toyonaga. New tricolor phosphors for gas discharge display. J. Electrochem. Soc.: SOLID-STATE SCIENCE AND TECHNOLOGY, Vol.6,1979; 1008-1010
 144. W.E.Ahearn, O.Sahani, Effect of reactive gas dopants on the MgO surface in AC plasma display panels, IBM J. Res. Dev., Vol.22, No.6, 1978; 622-625
 145. T.Shinoda, M.Wakitani, T.Nanto, et al., Development of Panel Structure for a High-Resolution 21-in-Diagonal Full-Color Surface-Discharge Plasma Display Panel, IEEE Trans. On Electron devices, Vol.47, No.1, 2000; 77-81
 146. 喻志农, 胡文波, 郑德修等, 氧(O_2)分压对氧化镁(MgO)薄膜结构的影响, 真空科学与技术, Vol.6, 2000; 437-441

147. 顾培夫, 薄膜技术, 浙江大学出版社, 1990 年第一版
148. Young Kyo Shin, Jae Koo Lee, Chae Hwa, et al., Ion energy distribution in alternating-current plasma display panel cell, *Jpn. J. Appl. Phys.*, Vol.38, 1999 Part 2; L174-L177
149. E.B.Henschke, Threshold energies in mechanical collision theories of cathode sputtering, *J. Appl. Phys.* Vol.33, 1962; 1773
150. R.V.Stuart, G.K.Wehnar, Sputtering yields at very low bombarding ion energies, *J. Appl. Phys.* Vol.33, 1962; 2345
151. C.Mace, S.Guillaumet, Assessment of MgO PDP protective layer by measurement of sputtering yield under low energy ion beam, *EuroDisplay'99*; 69-72
152. S.Hidaka, M.Ishimoto, N.Iwase, et al., Influence of film characteristics on the sputtering rate of MgO, *IEICE TRANS. ELECTRON.*, Vol.E82-C, No.10 OCTOBER, 1999; 1804-1807
153. H.Doyeux, Invited paper: Color plasma displays: Status of cell structure designs, *SID'00*; 212-215
154. A.Shih, J.Yater, C.Hor, et al., Secondary electron emission studies, *Applied Surface Science*, Vol.111, 1997; 251-258
155. D.S.Mao, W.Li, X.Wang, et al., Effect of annealing on electron field emission properties of hydrogen-free amorphous carbon films, *Diamond and Related Materials*, Vol.9, No.11, 2000; 1876-1880
156. D.S.Mao, X.Wang, W.Li, et al., Electron field emission from a patterned diamond-like carbon flat thin film using a Ti interfacial layer, *J. Vac. Sci. Technol. B: Microelectronics and Nanometer Structures*, Vol.18, No.5, 2000; 2420-2423
157. N.Masaaki, S.Toru, T.Noriharu, et al., Field-emission characteristics of hydrogenated amorphous carbon films prepared by surface wave plasma, *Jpn. J. Appl. Phys.*, Vol.39, No.9 A/B, 2000 Part 2; L929-L931
158. Shih Chuan-Feng, Liu Kuo-Shung, Lin I-Nan, Effect of nitrogen doping on the electron field emission properties of chemical vapor deposited diamond films, *Diamond and Related Materials*, Vol.9, No.9, 2000; 1591-1599
159. Lin I-Nan, Chen Yung-Hsin, Chen Hsiu-Fung, Modification of emission properties of diamond films due to surface treatment process, *Diamond and Related Materials*, Vol.9, No.9, 2000; 1574-1581
160. V.V.Elsbergen, P.K.Bachmann, T.Juestel, Ion-induced secondary electron emission: A comparative study, *SID'00*; 220-223
161. Jeong Soo Lee, Byung Gil Ryu, Hyun Ja Kwon, et al., Texture and cross-sectional microstructure of MgO films grown on silicon dioxide by electron-beam evaporation, *Thin Solid Films*, Vol.354, 1999; 82-86
162. M.Harris, H.A.Macleod, S.Ogura, The relationship between optical inhomogeneity and film structure, *Thin Solid Films*, Vol.56, 1979;173-178
163. M.Hashimoto, Y.Onozaki, H.Uchida, et al., MgO thin film formation by ion enhanced deposition processes, *REVIEW OF SCIENTIFIC INSTRUMENTS*, Vol.71, No.2, 2000; 999-1001

攻读博士学位期间的研究成果

- (1) 1. Yu zhinong, Yan yixin, "Influence of Deposition Parameters on Adhesion of Diamond-Like Carbon Films Prepared by Pulse-Arc Plasma Deposition" (in English), in Proceedings of SPIE, Vol.3557, 1998, pp.92-95 (EI: 99020015146)
- (5) 2. Yu Zhinong, Hu Wunbo, Zheng Dexiu, Sun Jian, "Properties of MgO films prepared by ion beam-assisted evaporation" (in English), The 6th Asian Symposium on Information Display & Exhibition, Xi'an, 2000.10, pp.567-570
- (3) 3. 喻志农, 朱昌, 杭凌侠, 严一心, 脉冲多弧离子镀制备类金刚石薄膜的特性, 真空科学与技术, 2000年第2期, pp.126-130
- (3) 4. 喻志农, 胡文波, 郑德修, 孙鉴, 氧(O₂)分压对氧化镁(MgO)薄膜结构的影响, 真空科学与技术, 2000年第6期, pp.437-441
- (4) 5. 喻志农, 吕晓军, 郑德修, 离子束辅助沉积氧化镁薄膜, 稀有金属材料与工程(已收录)
- (3) 6. 胡文波, 喻志农, 孙鉴, 彩色交流等离子体显示板气体放电中平均电子能量的计算, 西安交通大学学报, 2000年第10期, pp.72-75
- (4) 7. 喻志农, 朱昌, 杭凌侠, 严一心, 脉冲多弧离子镀技术制备的类金刚石薄膜的硬度及电阻率, 真空电子技术, 1999年第5期, pp.48-534
- (4) 8. 喻志农, 郑德修, 孙鉴, 工艺参数对氧化镁(MgO)薄膜的结构影响, 真空电子技术, 2000年第1期, pp.56-59
- (4) 9. 喻志农, 朱昌, 杭凌侠, 严一心, 脉冲多弧离子镀制备类金刚石薄膜的牢固度研究, 西安工业学院学报, 1999年第3期, pp.177-181
- (4) 10. 喻志农, 朱昌, 杭凌侠, 严一心, 孙鉴, 脉冲多弧离子镀制备类金刚石薄膜的结构分析, 西安工业学院学报, 1999年第4期, pp.265-268
- (4) 11. 吕晓军, 喻志农, 郑德修, MgO 薄膜二次电子发射系数测量装置的设计, 真空电子技术, 2000年第5期, pp.5-8
- (5) 12. 喻志农, 郑德修, 孙鉴, 玻璃基底上氧化镁(MgO)薄膜的结构特性, TFC99 :全国薄膜学术讨论会, 上海, 1999.10
- (5) 13. 喻志农, 郑德修, MgO 薄膜二次电子发射系数测量中电荷积累的消除, 全国平板显示会议, 南京, 2000.8
- (4) 14. 喻志农, 高雁飞, 郑德修, 等离子体显示器的介质保护膜, 真空电子技术(已接受, 于2001第一期发表)