

高透光率电磁屏蔽薄膜工艺及应用研究

王 腾, 张 莉, 钱明灿

中国电子科技集团公司第三十三研究所, 山西 太原

收稿日期: 2023年10月5日; 录用日期: 2023年11月6日; 发布日期: 2023年11月13日

摘 要

ITO薄膜在光电窗口的电磁屏蔽领域应用广泛,但是在玻璃表面沉积ITO薄膜材料在潮湿环境下玻璃表面的杂质离子会渗入ITO薄膜中,引起ITO薄膜的色斑腐蚀现象,采用SiO₂过渡层的方式,采用真空镀膜沉积系统,在光学玻璃基底表面依次沉积SiO₂和ITO薄膜材料,研究了过渡层和导电膜的沉积温度、沉积功率、沉积速率、Ar/O₂流量比等工艺参数对导电性和透光率等性能的影响。通过正交试验优化设计,得出SiO₂过渡层的最佳工艺参数为沉积温度为室温,沉积功率为500 W (RF),小车移动速率为100 mm/min, Ar/O₂流量比为50:0.5; ITO薄膜的最佳工艺参数为沉积温度为360℃,沉积功率为1450 W (DC),小车移动速率195 mm/min, Ar/O₂流量比为55:0.5; SiO₂/ITO复合薄膜的可见光透过率为83.1%,电磁屏蔽效能可在30 MHz~5 GHz均 ≥ 32 dB。

关键词

高透光率, 电磁屏蔽, 复合薄膜, 耐腐蚀

Research on the Technology and Application of High Transmittance Electromagnetic Shielding Film

Teng Wang, Li Zhang, Mingcan Qian

NO. 33 Research Institute of China Electronics Technology Group Corporation, Taiyuan Shanxi

Received: Oct. 5th, 2023; accepted: Nov. 6th, 2023; published: Nov. 13th, 2023

Abstract

ITO thin films are widely used in the electromagnetic shielding field of optoelectronic windows. However, when ITO thin film materials are deposited on the glass surface in a humid environment, impurity ions on the glass surface can penetrate into the ITO thin film, causing color spot corro-

sion of the ITO thin film. SiO₂ transition layer is used, and a vacuum coating deposition system is used. SiO₂ and ITO thin film materials are sequentially deposited on the optical glass substrate surface. The effects of process parameters such as deposition temperature, deposition power, deposition rate, and Ar/O₂ flow ratio on the conductivity and transmittance of the transition layer and conductive film were studied. Through orthogonal experimental optimization design, the optimal process parameters for the SiO₂ transition layer were obtained as follows: deposition temperature at room temperature, deposition power at 500 W (RF), the moving speed of the car is 100 mm/min, and Ar/O₂ flow ratio at 50:0.5; The optimal process parameters for ITO thin films are deposition temperature of 360°C, deposition power of 1450 W (DC), the moving speed of the car is 195 mm/min, and Ar/O₂ flow ratio of 55:0.5; The visible light transmittance of SiO₂/ITO composite film is 83.1%, and the electromagnetic shielding efficiency is ≥ 32 dB between 30 MHz and 5 GHz.

Keywords

High Transmittance, Electromagnetic Shielding, Composite Film, Corrosion Resistance

Copyright © 2023 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

氧化铟锡(ITO)透明导电膜在 400~700 nm 的可见光波段具有优良的透过率,同时具有较高的电导率、具有耐磨性,与玻璃基底的结合力高,化学稳定性强等特点、加工稳定性好等诸多优点,广泛应用于液晶显示器、太阳能电池、电磁防护材料等领域。随着电子产品小型化、信息化和集成化程度越来越高,ITO 作为良好的导电透光薄膜材料,应用也越来越广。尤其是在军用电磁加固设备等更高防护等级的应用需求下,对 ITO 薄膜为主的高透光率电磁屏蔽薄膜提出了更高的要求,即兼具低电阻和高透光,不仅要保证电磁屏蔽性能,而且对可见光透过率影响最小,因此对高透光率电磁屏蔽薄膜的工艺技术研究很有必要[1] [2] [3]。

采用物理真空沉积工艺,当沉积温度高于 175°C 时,ITO 薄膜表现为立方晶体结构,ITO 薄膜的电学性能和光学性能表现出优良的性能,但是在复杂的电磁环境以及恶劣的户外环境中,尤其是长时间处于潮湿环境下玻璃表面的杂质离子会渗入 ITO 薄膜中,引起 ITO 薄膜的色斑腐蚀现象,采用 SiO₂ 过渡层,作为阻隔玻璃表面的 Na 离子向 ITO 薄膜的渗透,是解决在潮湿环境下 ITO 薄膜的色斑腐蚀的途径之一[4] [5]。

2. 试验过程

试验材料:基底选用 K9 光学玻璃;靶材选用:纯度为 99.99% 的 SiO₂ 靶材和纯度为 99.99% 的 ITO 靶材,工艺气体选用:纯度为 99.99% 的 Ar 和 O₂。

试验过程:首先采用玻璃切割机裁切 400 mm × 500 mm 的 K9 光学玻璃作为试验基底材料,然后采用 CNC 磨边加工中心设备对 K9 光学玻璃进行磨边加工后,通过去油 - 超声 - 烘干的 9 级玻璃清洗设备,保证 K9 光学玻璃表面洁净。最后将 K9 光学玻璃放置于磁控溅射真空沉积设备的真空舱内,设备沉积参数后,在 K9 光学玻璃表面沉积 SiO₂ 和 ITO 薄膜。

试验设备:ITO 薄膜的方块电阻采用四探针测试仪测量,电磁屏蔽效能采用屏蔽室窗口法测试,可见光透过率采用透光率/雾度测定仪测试。

3. 试验结果与分析

3.1. SiO₂ 过渡层工艺参数研究

SiO₂ 薄膜属于非导电性氧化物,膜层厚度达到 5 nm 以上则可起到隔离层的作用效果,按照 SiO₂ 膜厚为 5 nm 要求,采用 RF 电源沉积的最佳工艺参数为:沉积温度为室温,沉积功率为 500 W,小车移动速率为 100 mm/min, Ar/O₂ 流量比为 50:0.5。

3.2. 沉积温度对 ITO 薄膜可见光透过率和方块电阻性能的影响

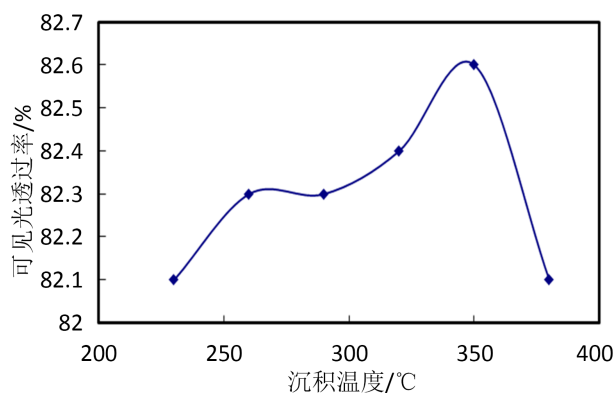


Figure 1. Relationship between deposition temperature and visible light transmittance of ITO film

图 1. 沉积温度与 ITO 薄膜可见光透过率关系图

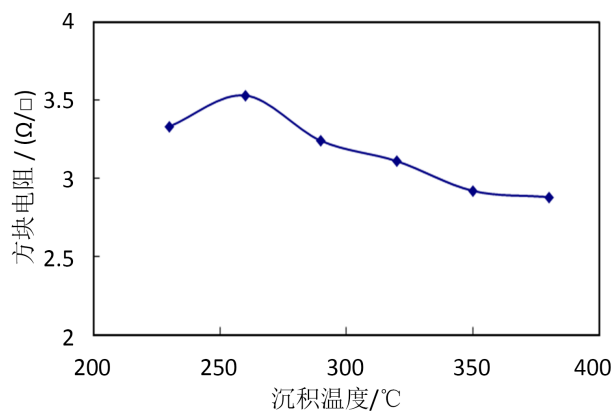


Figure 2. Relationship between deposition temperature and ITO film sheet resistance

图 2. 沉积温度与 ITO 薄膜方块电阻关系图

从图 1 和图 2 中可以看出,沉积温度在 230°C~380°C 区间内,沉积温度与薄膜可见光透过率和方块电阻的影响规律趋势不同,对于可见光透过率而言,随着温度升高,透过率逐渐增大,当沉积温度达到 350°C 时,可见光透过率最高;这是由于沉积温度越高,对玻璃基底表面吸附的气体分子量减少有关,高温促进物理吸附向化学吸附的转化,会加剧玻璃基底吸附的气体分子蒸发,增加分子间的相互作用,从而增加玻璃基底与沉积 ITO 薄膜间的结合力。同时,提高沉积温度可减少蒸汽分子再结晶温度与玻璃基底温度之间的温差,减少或消除 ITO 膜层内应力,从而增加膜层结构紧密、机械强度和增强膜层附着力。另外提高沉积温度还可促进凝结分子与剩余气体的化学反应,改变膜层的结晶形式和结晶常数,从而改

变膜层的光学性质,增加了可见光透过率,但是沉积温度过高,ITO 薄膜会形成大颗粒凝集或材料分解、变质,影响膜层的光学性能。而对于 ITO 薄膜方块电阻而言,沉积温度在 350℃~380℃之间变化时,ITO 薄膜的方块电阻在 2.9 Ω/□~3.5 Ω/□之间呈现先增大后变小的规律,当达到 350℃以上,薄膜方块电阻变化甚微,综合 ITO 薄膜可见光透过率最高和方块电阻最小的要求,优选 ITO 薄膜的沉积温度为 350℃。

3.3. 沉积功率对 ITO 薄膜可见光透过率和方块电阻的影响

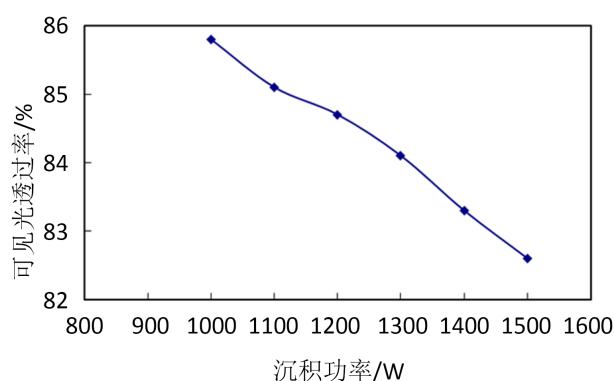


Figure 3. Relationship between deposition power and visible light transmittance of ITO film

图 3. 沉积功率与 ITO 薄膜可见光透过率关系图

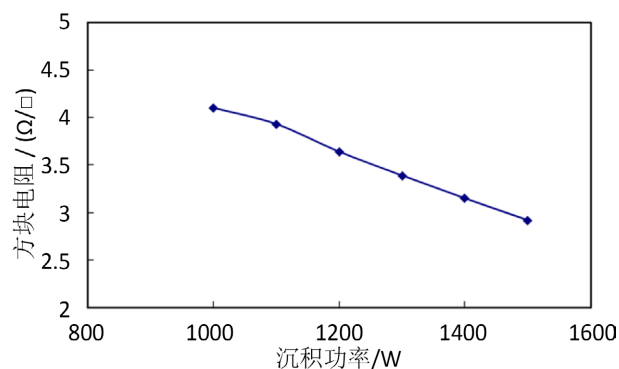


Figure 4. Relationship between sputtering power and ITO film sheet resistance

图 4. 溅射功率与 ITO 薄膜方块电阻关系图

从图 3 和图 4 中可以看出,随着沉积功率的增大,可见光透过率和方块电阻均呈现减小的趋势。这是由于沉积功率越大,单位时间内沉积的膜层厚度越厚,从而导致膜层的方块电阻越低,可见光透过率越低,因此,基于可见光透过率和方块电阻的综合指标要求,当侧重于可见光透过率高时,优选低沉积功率,侧重于方块电阻时,优选高沉积功率。

3.4. 沉积速率对 ITO 薄膜可见光透过率和方块电阻的影响

从图 5 和图 6 中可以看出,随着小车移动速率的变快,ITO 薄膜可见光透过率和方块电阻也随之增大,这是由于小车移动速率的快慢直接影响到膜层沉积速率的快慢,同时 ITO 薄膜沉积过程是薄膜材料分子在玻璃基底上吸附、迁移、凝结和解吸的一个综合平衡过程,小车移动速率慢,沉积速度快,吸附原子在其平均滞留时间内不能充分进行表面迁移,颗粒生长结构较紧密,但由于缺陷增多而使内应力增

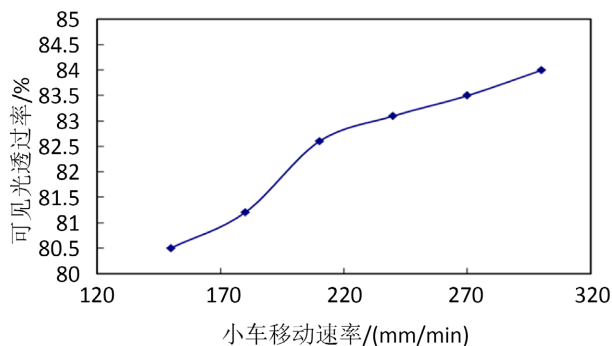


Figure 5. The relationship between the moving speed of the car and the visible light transmittance of the ITO film

图 5. 小车移动速率与 ITO 薄膜可见光透过率关系图

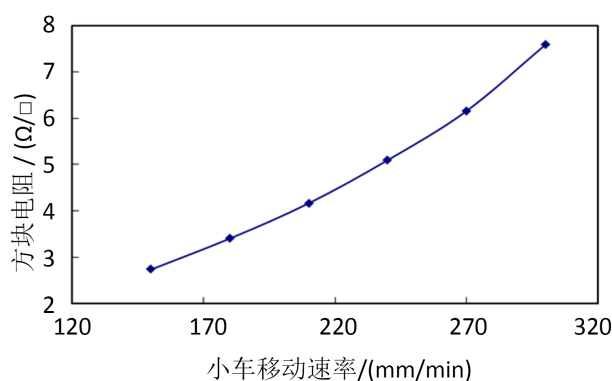


Figure 6. Relationship between the moving speed of the car and the sheet resistance of the ITO film

图 6. 小车移动速率与 ITO 薄膜方块电阻关系图

大，单位时间沉积的 ITO 膜层厚度也会变厚，表现的结果为方块电阻低，可见光透过率也低。另外，由于在沉积过程中，残余工艺气体分子和沉积分子碰撞玻璃基底的速率比决定了化学反应的程度，增加沉积率可有效地抑制这种反应，可避免可见光吸收增加。但对反应蒸发或反应溅射，沉积速率必须降低，使淀积分子能充分反应以达到预期的光学和电学性质，综合可见光透过率和方块电阻，小车移动速率选择在可见光透过率急剧降低的转折点 195 mm/min。

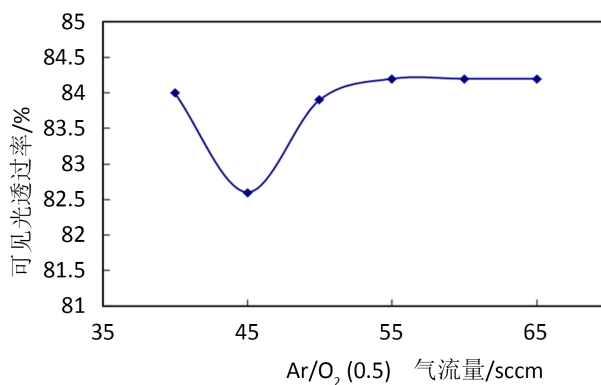


Figure 7. Relationship between Ar/O₂ gas flow rate and visible light transmittance of ITO film

图 7. Ar/O₂ 气流量与 ITO 薄膜可见光透过率关系图

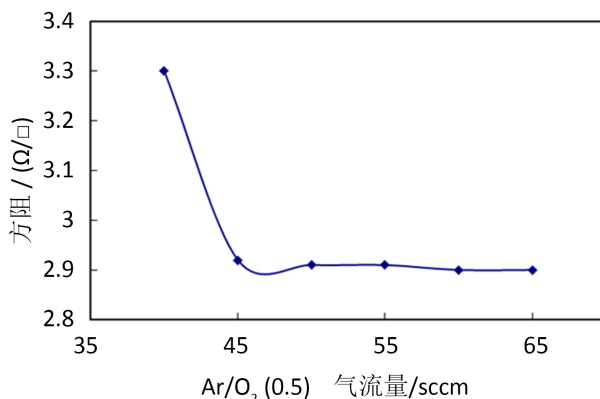


Figure 8. Relationship between Ar/O₂ gas flow rate and ITO film sheet resistance

图 8. Ar/O₂ 气流量与 ITO 薄膜方块电阻关系图

3.5. Ar/O₂ 流量对可见光透过率和方块电阻的影响

从图 7 和图 8 中可以看出，当 Ar/O₂ 气流量超过 55:0.5 时，ITO 薄膜可见光透过率和方块电阻趋于稳定。这是由于 Ar 气作为沉积工艺气体，必须达到一定的流量才能保证沉积工艺充分进行，若 Ar 气流量低时，沉积效率减低；若 Ar 流量过高，会导致 Ar 气的浪费。而少量的 O₂ 可避免 ITO 成膜过程中，由于靶材中缺乏氧而使 ITO 膜层透明度降低，因为 ITO 膜属 n 型半导体薄膜，在低氧沉积薄膜时，会生成一种低价不透明氧化物。

3.6. SiO₂ 过渡层和 ITO 薄膜正交试验

以 5 nm 厚度的 SiO₂ 过渡层为前提条件，以 ITO 薄膜的沉积功率和小车移动速率为试验因素(表 1)，以沉积功率 1400 W, 1450 W, 1500 W 和小车移动速率 195 mm/min, 210 mm/min, 225 mm/min 为水平进行正交实验。

Table 1. Orthogonal test table of ITO film deposition power and trolley movement speed factors, visible light transmittance and shielding effectiveness

表 1. ITO 薄膜沉积功率和小车移动速率因素与可见光透过率和屏蔽效能正交试验表

试验号	试验因素		评定指标	
	沉积功率 A	小车移动速率 B	屏蔽效能 dB	可见光透过率%
1	1	1	31	83.9
2	1	2	31	84.1
3	1	3	30	84.4
4	2	1	33	83.2
5	2	2	32	83.2
6	2	3	31	83.4
7	3	1	34	82.2
8	3	2	32	82.6
9	3	3	24	83.4

表 2 中 K_i 所表示的是各因素同一水平之和; k_i 表示的是各因素同一水平之和的平均值; 极差 R 表示某一因素在其取值范围内试验指标变化的幅度, 它是由同一水平之和中的最大值和最小值作差得到的; 优化结果是由 k_i 决定的, 因为根据 k_i 的大小可以判断这一水平对试验指标影响的大小; 各因素对指标的影响主次由极差 R 决定, 通常是越大越好, 具体应根据试验情况分析。

Table 2. Orthogonal test data processing table of ITO film deposition power and trolley movement speed factors, visible light transmittance and shielding effectiveness

表 2. ITO 薄膜沉积功率和小车移动速率因素与可见光透过率和屏蔽效能正交试验数据处理表

		溅射功率 A	小车速率 B
屏蔽效能 dB	K1	92	98
	K2	96	95
	K3	90	85
	k1	30.67	32.67
	k2	32	31.67
	k3	30	28.33
	极差 R	6	13
	优化结果	A2	B1
可见光透过率%	K1	252.4	249.3
	K2	249.8	249.9
	K3	248.2	251.2
	k1	84.13	83.1
	k2	83.27	83.3
	k3	82.73	83.73
	极差 R	4.2	1.9
	优化结果	A1	B3

4. 结论

通过试验得出了 5 nm 厚度的 SiO_2 过渡层的最佳工艺参数为: 采用 RF 电源, 沉积温度为室温, 沉积功率为 500 W, 小车移动速率为 100 mm/min, Ar/O_2 流量比为 50:0.5。研究了沉积温度、沉积功率和沉积速率、 Ar/O_2 流量等工艺参数对 ITO 薄膜的可见光透过率和方块电阻的影响规律, 得出沉积功率和小车移动速率对膜层的可见光透过率影响较大。通过沉积功率和小车移动速率对屏蔽效能和可见光透过率进行正交试验, 结论为沉积功率为 1450 W, 小车移动速率为 195 mm/min, 5 nm 厚度的 SiO_2 过渡层的基础上, ITO 薄膜膜层的屏蔽效能均 ≥ 32 dB, 透光率为 83.1%。

参考文献

- [1] 季振国, 王超, 刘坤. ITO/ Al_2O_3 复合透明导电膜的制备及光电性能[J]. 真空科学与技术, 2003, 23(3): 173-176.
- [2] 桂太龙, 汪钢, 张秀芳, 等. 磁控溅射法制备 ITO 薄膜的结构及光电性能[J]. 电子器件, 2009, 32(2): 241-248.
- [3] 王松林, 杨崇民, 张建付, 等. 双离子束溅射 ITO 薄膜在电磁屏蔽窗口中的应用[J]. 真空, 2022, 59(3): 46-51.
- [4] 夏冬林, 杨晟, 王树林, 等. 直流磁控溅射陶瓷靶制备 ITO 薄膜及性能研究[J]. 人工晶体学报, 2006, 35(2): 272-275.
- [5] 雷沛, 束小文, 刘培元, 等. 氧化铟锡(ITO)薄膜溅射生长及光电性能调控[J]. 表面技术, 2022, 51(8): 100-106.