

doi: 10.3788/gzxb20174604.0431001

基于 PET 基底透明屏蔽膜的制备研究

付秀华, 郭贵新, 刘禹冰

(长春理工大学 光电工程学院, 长春 130022)

摘 要:为满足光学器件透红外屏蔽电磁波的要求,在 PET 柔性基底上制作了金属网栅透明屏蔽膜.分析网栅参数对其屏蔽效率及透过率的影响,选取结构参数.针对 PET 基底的柔性特点及其热稳定性,经试验研究优化光刻工艺中的提拉速度、烘烤时间及温度等参数,从而得到高质量的图形结构.采用磁控溅射法制备透明屏蔽膜,通过优化溅射功率、溅射气压等参数使膜/基结合更牢固.最后得到线宽为 $3\ \mu\text{m}$ 、周期为 $250\ \mu\text{m}$ 的金属网栅透明屏蔽膜.采用分光光度计测得其在 $300\sim 2\ 200\ \text{nm}$ 波段的平均透过率为 77% ;采用屏蔽室法测得其在 $2\sim 18\ \text{GHz}$ 频段的电磁屏蔽效率为 $12\ \text{dB}$ 以上.

关键词:薄膜;透明屏蔽;金属网栅;光刻工艺;磁控溅射;PET 基底

中图分类号:TN219

文献标识码:A

文章编号:1004-4213(2017)04-0431001-5

Study on Preparation of Transparent Shielding Film Based on PET Substrate

FU Xiu-hua, GUO Gui-xin, LIU Yu-bing

(Department of Optics and Electric Engineering, Chang chun University of Science and Technology, Chang chun 130022, China)

Abstract: In order to meet the requirements of optical devices for passing infrared waves and shielding electromagnetic waves, a transparent metal mesh shielding film was fabricated on PET flexible substrates. The influence of mesh parameters on shielding efficiency and transmittance was analyzed, and the structural parameters were selected. For the flexibility and thermal stability of PET substrate, high-quality graphics structure was obtained after optimizing pulling speed, baking time, temperature and other parameters in the lithography process. Transparent shielding film was prepared by magnetron sputtering and the film/substrate bonding was strengthened by optimizing sputtering power, sputtering pressure and other parameters. Finally, a metal mesh transparent shielding film with a line width of $3\ \mu\text{m}$ and a cycle of $250\ \mu\text{m}$ was made. The average transmittance in the $300\sim 2\ 200\ \text{nm}$ band was 77% by spectrophotometer, the electromagnetic shielding efficiency in the $2\sim 18\ \text{GHz}$ band which measured by shielding room method is higher than $12\ \text{dB}$.

Key words: Thin film; Transparent shielding; Metal mesh; Photolithography; Magnetron sputtering; PET substrate

OCIS Codes: 310.3060; 310.6628; 310.7005

0 引言

随着电磁波应用波段的增加,发射功率逐渐增大,强度也大幅提高,空间背景的电磁环境日趋复杂化,愈来愈多的光学系统提出了要在原有功能的基础上增加电磁屏蔽功能的要求,尤其是在军事及航空航天等领域.应用在各种武器装备和飞行器上的光学观测和探测仪器必须同时满足两方面要求:一方面能够将影响系统内电子器件正常工作和对信号接收设备产生干扰的电磁波有效屏蔽掉;另一方面还要兼具优良的透光特

基金项目:吉林省重大科技攻关专项(No. 20140203002GX)资助

第一作者:付秀华(1963-),女,教授,博士,主要研究方向为光学薄膜技术和光学制造技术. Email:goptics@163.com

通讯作者:郭贵新(1992-),女,硕士研究生,主要研究方向为现代光学技术及工程应用. Email:18704499856@163.com

收稿日期:2016-10-12;录用日期:2016-12-02

<http://www.photon.ac.cn>

性,使其不影响光学系统成像质量,以满足设备探测和观测的要求^[1-4].

金属网栅技术^[5-9]可将透明导电膜做成一种具有周期、线宽等结构参数的栅网状微细结构,其结构参数可以根据使用环境和要求进行调节.金属网栅周期远小于电磁波长,同时又远大于红外/可见光波长,故可以屏蔽电磁波而透过可见及红外光学波段.随着科学技术的不断发展,越来越多的光学器件从硬质基底转换成柔性基底,开展柔性基底金属网栅的研究变得很有必要.本文主要研究在柔性 PET 基底上制作金属网栅透明屏蔽膜的制造工艺技术.

1 金属网栅的光电特性

1.1 金属网栅电磁屏蔽效能

线宽为 $2a$ 、周期为 g 、厚度为 t 的金属网栅薄膜,在自由空间,对于垂直入射的电磁波,当 $g \gg 2a, 2a \gg t$,即金属网栅的周期远大于线宽,并且线宽又远大于厚度时,归一化后^[9],金属网栅的导纳可表示为

$$y = f_0 \left[\ln \left(\sin \frac{\pi a}{g} \right) \right] \left(\frac{f}{f_0} - \frac{f_0}{f} \right)^{-1} \quad (1)$$

式中 f_0 表示标准化谐振频率.因为谐振波波长与网栅周期 g 近似相等,则 $f_0 \approx 1, f = g/\lambda, \lambda$ 为电磁波波长.

通常情况下,常用电磁波频段为 $2 \sim 18$ GHz,其波长为 $16.7 \sim 150$ mm.本文研究的网栅周期小于 $400 \mu\text{m}$,由此可得 $g \ll \lambda$,归一化导纳可近似表示为

$$y = -\frac{g}{\lambda} \left[\ln \left(\sin \frac{\pi a}{g} \right) \right] \quad (2)$$

$2 \sim 18$ GHz 是较为常用的电磁波段, $y^2 \ll 1$,由此认为金属网栅在电磁波垂直入射时的透过率近似表示为

$$T(0,0) \approx \frac{4g^2}{\lambda^2} \left[\ln \left(\sin \frac{\pi a}{g} \right) \right]^2 \quad (3)$$

则定义电磁屏蔽效率为

$$S = -10 \lg T \quad (4)$$

单位是分贝 (dB).

1.2 金属网栅的红外透过率

在光学波段,金属网栅的栅格相当于衍射光栅,产生衍射级序^[4].网栅的总透过率是每个衍射级透射率的总和,可由遮拦比(开口总面积的份额)近似给出,透过率即可表示为

$$T_{\text{total}} = \frac{(g-2a)^2}{g^2} \quad (5)$$

当用于成像时,只有中心衍射零级是有用的,其它级的存在将会减少调制传递函数 (Modulation Transfer Function, MTF) 和增加系统的杂散光.与中心零级相比,其它级对成像的影响总体来说是忽略不计的^[9].用光学点扩散函数推导出中心级的透过率为

$$T_{(0,0)} = \frac{(g-2a)^4}{g^4} \quad (6)$$

由式(3)、(4)和(6)计算网栅电磁屏蔽效能和红外透过率与周期和线宽的关系,通过计算可以知道网栅周期减小和线宽的增加可以提高网栅对电磁波的屏蔽效率.但是透过率却是在网栅周期增加和线宽减小的时候才能得到提高,所以说其结构参数对光电特性的影响本身是矛盾的.通过对线宽和周期的分析并结合设计要求,选定金属网栅结构参数:周期 $250 \mu\text{m}$,线宽 $3 \mu\text{m}$.

2 金属网栅制作工艺

2.1 光刻工艺

光刻工艺^[10-12]分为涂胶、前烘、曝光、显影、坚膜等过程.由于柔性 PET^[13]基片会发生卷曲现象,在进行光刻工艺制作时,涂胶是光刻工艺重要的基础环节.基底不平整易导致在涂胶过程中获得的薄膜厚度不均匀,在曝光时对整个胶层表面的曝光量不同,厚胶层区域曝光不彻底而薄胶层区域曝光过度,在显影时也会发生类似问题从而得到有缺陷的图形结构.针对这一问题,为保证基底的平整度,利用 PET 具有的静电吸附

特性,将其贴合在同等大小的玻璃基板上,以硬质玻璃板为支撑使其保持平整状态.常用的旋涂法适合圆形或是小尺寸的方形基片,但本实验是尺寸为 100 mm×100 mm 的方形基片,基片尺寸较大时旋涂速度会随着尺寸增大受到限制,很难获得薄而均匀的膜层.相比之下提拉涂胶法更适合大尺寸的方形基片,将基片垂直放到胶液中然后以较慢的提升速度将基片提起,等基片上光刻胶液中残留的溶剂挥发后,就会形成光刻胶层.经过试验确定提拉速度为 650 $\mu\text{m/s}$ 时,胶层均匀.

烘烤可以将胶层内残留的溶剂挥发,增强胶层与基底的附着力.而对于 PET 一类的光学塑料,其在受热时极易发生变形弯曲,若烘烤温度过高导致基底发生形变,则会导致光刻胶膜发生膜裂现象进而破坏图形结构,若温度过低则达不到烘烤效果.针对 PET 的热稳定性,可在 120 $^{\circ}\text{C}$ 范围内长期使用,短期可耐 150 $^{\circ}\text{C}$ 高温,同时要避免光刻胶的感光化合物因温度过高而灵敏度降低,通过实验优化工艺参数,确定前烘温度设定在 90 $^{\circ}\text{C}$,时间 20 min,坚膜温度设为 80 $^{\circ}\text{C}$,时间 20 min 为宜.

前烘之后进行曝光,采用单一变量实验法对曝光时间以及显影时间两项工艺参数进行优化,曝光时间确定为 20 s,显影温度控制在 23 $^{\circ}\text{C}$,显影时间为 70 s.显影后的基片需在去离子水里清洗干净后用高压氮气枪吹干,防止残余的显影液继续腐蚀图形结构,之后进行坚膜.通过实验选定好各个工序的最佳工艺参数在 PET 基底上制作出网栅结构如图 1.

2.2 镀膜工艺

铜的电阻率较低,导电导热性较好,并且熔点高、热膨胀系数小,被广泛应用于电磁屏蔽层.本次实验采用磁控溅射^[14-15]制备金属铜膜.本底真空度为 4.0×10^{-4} Pa;工作气体为 99.99% 的 Ar 气;靶基距为 6 cm;基片烘烤温度为 70 $^{\circ}\text{C}$;通过优化溅射工艺参数在基片表面沉积 Cu 膜,膜层牢固性是主要解决的问题之一.

2.2.1 溅射功率对沉积速率的影响

图 2 表示溅射功率与沉积速率的关系,溅射功率随沉积速率的增大而增大.沉积速率和溅射粒子从靶材表面逸出的速率关系可表示为

$$v = C \cdot J \cdot \eta \quad (7)$$

当溅射速率较低时,Ar⁺ 能量低,轰击靶材后被溅射出的 Cu 原子较少,沉积速率较低;当功率增加时,入射 Ar⁺ 带有更高的能量轰击靶材表面,更多的 Cu 原子挣脱晶格逸出,溅射原子产额 η 增大;同时放电加剧,参与溅射的 Ar⁺ 数目变多,有更多的 Cu 原子受到轰击而被溅射, J 变大.由式(7)可知沉积速率变大,但功率过高会使过多被溅射出的 Cu 原子以高速不断轰击刚刚形成的薄膜,从而损伤 Cu 薄膜表面,铜膜表面出现不均匀现象.

2.2.2 溅射气压对沉积速率的影响

图 3 表示溅射气压与沉积速率的关系,随溅射气压的增加沉积速率呈现先增大后减小的趋势.在温度和 Ar 气分子不变的前提下,若增大工作气压,则气体分子平均自由程减小,Ar 气分子和被溅射 Cu 原子的碰撞几率增加,二次电子发射增强,沉积速率随之变大;继续增大压强,Ar⁺ 和 Ar 分子的碰撞次数增加,Ar⁺ 的能量在碰撞过程中损耗致使溅射出的 Cu 原子数量减少,被溅射出的 Cu 原子与 Ar 分子的碰撞机会也将变多,导致 Cu 原子能量降低,到达基片的 Cu 原子数量减小,沉积速率变小^[16].

由实验与分析可知,薄膜的沉积速率随溅射功率的增大而增大,随溅射压强的增大表现为先增大后减

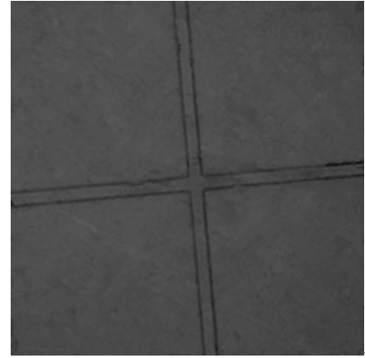


图 1 金属网栅结构图

Fig. 1 The structure of metal mesh

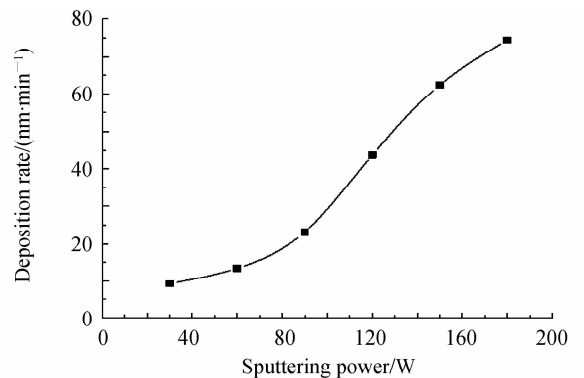


图 2 溅射功率和沉积速率的关系

Fig. 2 The relationship of sputtering power and deposition rate

小,沉积速率太低时膜层结构松散不致密,且膜/基结合不好;沉积速率过快则使膜层的均匀性降低,影响膜层质量.适当地选取溅射功率与溅射压强可提高薄膜的牢固性和膜层均匀性,优化的工艺参数如表 1 所示.

在沉积铜膜后还要进行去胶处理,铜膜太厚会使去胶效果变差,太薄则达不到较好的屏蔽效果,本次实验设定铜膜厚度为 200 nm,使用上述工艺参数沉积时的溅射时间为 10 min.在制作好图形结构的基底上进行金属铜膜的制备,镀膜后的试件还需进行去胶处理才能得到金属网栅.图 4 为去胶后得到的金属网栅结构图.从图中可以看出清晰条纹.

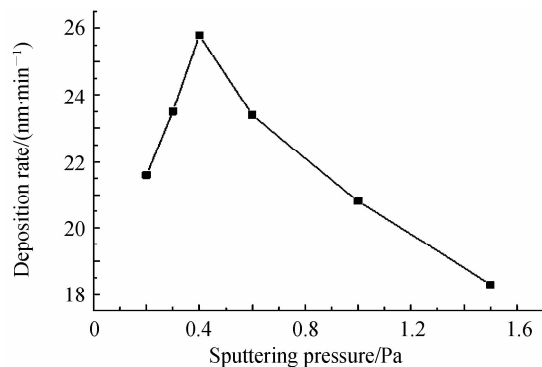


图 3 溅射压强和沉积速率的关系

Fig. 3 The relationship of sputtering pressure and deposition rate

3 测试

3.1 透过率测试

采用日本岛津公司生产的 UV-3150 分光光度计对金属网栅膜的光谱特性进行测试,图 5 即为在 PET 基底上制作金属网栅前后的透过率测试曲线.从图中可以看出其在 300~2 200 nm 波段的平均透过率达到 77%,基底透过率平均 84%,由于金属网格图案的遮挡,使得镀制网栅后的 PET 透过率较未镀前有所衰减,但是镀制网栅后的透过率与镀制前的比值为 91.67%,满足使用需求.

3.2 屏蔽效能测试

通常评价电磁波辐射下屏蔽室抵抗电磁干扰的效果时大都采用屏蔽效能来表征.参照 GJBA6190-2008 中的屏蔽室法,对尺寸大小为 100 mm×100 mm 的金属网栅样品进行屏蔽效能检测. PET 基底对 2~18 GHz 波段的电磁波几乎没有屏蔽作用.从图 6 中可以看出在 2 GHz 处为 28 dB,在 2~18 GHz 频段的电磁屏蔽效率在 12 dB 以上.图中显示,屏蔽效率随着电磁波频率的增大而下降即随波长减小而减小,这是由于电磁波波长越短,其相对于金属网栅透明导电膜的网格尺寸越接近,电磁波透射能力越强,导电膜的屏蔽效率便下降.

表 1 溅射工艺参数

Sputtering power/W	Sputtering pressure/Pa
90	0.4

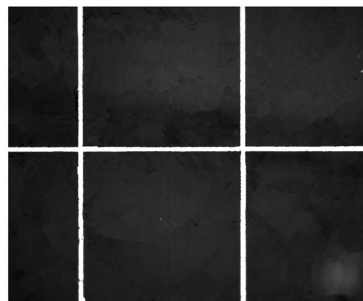


图 4 金属网栅显微镜下观察结构

Fig. 4 The structure of metal mesh under microscope

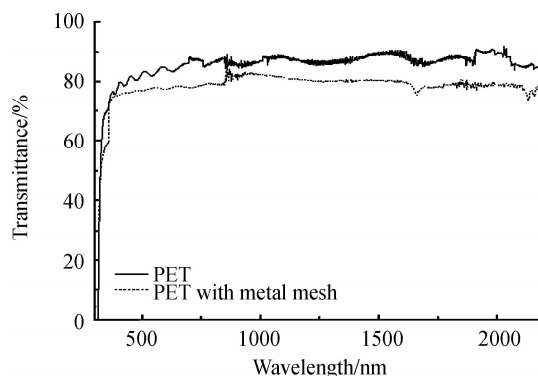


图 5 金属网栅透过率

Fig. 5 The transmittance of metal mesh

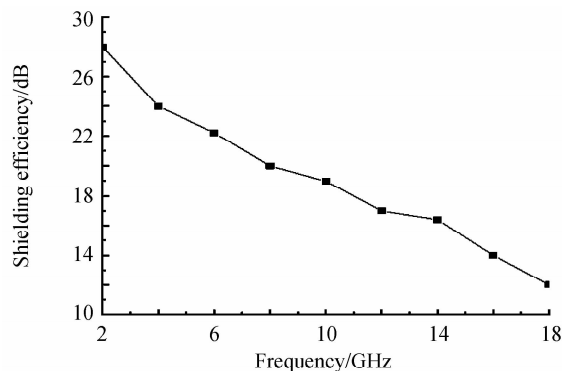


图 6 金属网栅屏蔽效能测试图

Fig. 6 Shielding effectiveness testing results of metal mesh

4 结论

本文以等效电路模型、等效膜理论和遮拦比理论为基础,分析了网栅光电特性后着重研究了制作网栅时的光刻技术与磁控溅射镀膜技术.针对基底材料的性质,确定提拉速度 $650 \mu\text{m/s}$ 、前烘时间 20 min、温度 90°C 、曝光时间 20 s、显影时间 70 s、坚膜时间 20 min、温度 80°C 的光刻工艺参数制作网栅结构;采用磁控溅射制备导电屏蔽层,研究了溅射功率和溅射气压对沉积速率的影响,优化选取溅射工艺参数提高薄膜牢固度.制备的金属网栅透明屏蔽膜,采用 UV-3150 分光光度计测得其在 $300\sim 2\,200 \text{ nm}$ 波段的平均透过率为 77%;采用屏蔽室法测得其在 $2\sim 18 \text{ GHz}$ 频段的电磁屏蔽效率为 12 dB 以上.

参考文献

- [1] KIAWANICH P, GUNDA R, *et al.* Methodology for interference analysis using electromagnetic topology techniques [J]. *Applied Physics Letters*, 2004, **84**(15): 2949-2951.
- [2] LITVINOV V I, MANSSON V A, SADOVNIK L. Conductive coating with infrared pass band[C]. SPIE, 2000, 4094: 38-45.
- [3] LI B, SHEN Y, YUEZ. X, *et al.* Enhanced microwave absorption in nickel/hexagonal-ferrite/polymer composites[J]. *Applied Physics Letters*, 2006, **89**(13): 132504.
- [4] GAO Jin-song, SUN Lian-xi, ZHENG Xuan-ming, *et al.* IR transparent conductive metallic mesh film[J]. *Optical Technique*, 2001, **27**(6): 558-559.
高劲松,孙连春,郑宣明等.红外透明导电金属网栅薄膜[J]. *光学技术*, 2001, **27**(6): 558-559.
- [5] ZHANG Yun-qiang, PAN Guo-qing, LI Fu-wei. Research of metallic mesh in improving electromagnetic shielding of air-to-air missile[J]. *Infrared Technology*, 2011, **32**(7): 395-398.
张运强,潘国庆,李福巍.金属网栅电磁屏蔽薄膜在红外空空导弹上的应用研究[J]. *红外技术*, 2011, **32**(7): 395-398.
- [6] LU Zhen-gang. Electromagnetic shielding methods for optical windows based on ring and double-layer metallic meshes [D]. Harbin : Harbin Institute of Technology, 2007.
陆振刚.基于圆环和双层金属网栅结构的光学窗电磁屏蔽方法研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2007.
- [7] PETER A R A, GIAMPAOLO P, CAROIE T, *et al.* A review of metal mesh filters[C]. SPIE, 2006, 6275: 62750U.
- [8] SMITH H A, REBBERT M, STERNBERG O. Designer infrared filters using stacked metal lattices [J]. *Applied Physics Letters* 2003, **82**: 3605-3607.
- [9] URICH R. Far-infrared properties of metallic mesh and its complementary structure[J]. *Infrared Physics*, 1967, **7**: 37-55.
- [10] LIU Hao, DENG Hong, WEI Min, *et al.* Preparation and ultraviolet detection performance of Ga_2O_3 thin films[J]. *Chinese Journal of Luminescence*, 2015, **36**: (8) 906-911.
刘浩,邓宏,韦敏,等.氧化镓薄膜的制备及其日盲紫外探测性能研究[J]. *发光学报*, 2015, **36**: (8) 906-911.
- [11] ZHOU Hui, YANG Hai-feng. Research status and prospect of the lithography and micro-nano manufacturing technology [J]. *Micro-nano Electronic Technology*, 2012, **49**(9): 613-617.
周辉,杨海峰.光刻与微纳制造技术的研究现状及展望[J]. *微纳电子技术*, 2012, **49**(9): 613-617.
- [12] WU Wen-ting, LIANG Zhong-cheng, ZHANG Le. Optofluidic varifocal microlens [J]. *Chinese Journal of Luminescence*, 2015, **36**: (6) 718-723.
吴雯婷,梁忠诚,仇乐.可调微流控光学变焦透镜[J]. *发光学报*, 2015, **36**: (6) 718-723.
- [13] NIU Ping-juan, XUE Wei-fang, NING Ping-fan, *et al.* Fabrication technology of LED remote fluorescent sheets based on electrostatic spinning process[J]. *Chinese Journal of Luminescence*, 2016, **37**: (5) 567-572.
牛萍娟,薛卫芳,宁平凡,等.基于静电纺丝工艺的 LED 远程荧光片制备技术[J]. *发光学报*, 2016, **37**: (5) 567-572.
- [14] ZHOU Wen-xiang, LAI Zhen-quan, LIU Wen-xing. Structure and surface roughness of AlN films prepared by DC magnetron sputtering [J]. *Acta Photonica Sinica*, 2011, **40**(1): 9-12.
邹文祥,赖珍荃,刘文兴.直流磁控溅射制备 AlN 薄膜的结构和表面粗糙度[J]. *光子学报*, 2011, **40**(1): 9-12.
- [15] YU Liang, LIANG Qi, LIU Lei, *et al.* Effect of thickness on the structure and optical properties of SnS Films fabricated by RF magnetron sputtering[J]. *Chinese Journal of Luminescence*, 2015, **36**(4): 429-436.
余亮,梁齐,刘磊,等.膜厚对射频磁控溅射法制备的 SnS 薄膜结构和光学性质的影响[J]. *发光学报*, 2015, **36**(4): 429-436.
- [16] DAI Jia-wei, ZHANG Hui-juan, LI Ge-yang. Influence of substrates and film thickness on mechanical properties of hard films[J]. *Vacuum Science and Technology*, 2003, **23**(3): 147-151.
戴嘉维,张惠娟,李戈扬.基片与膜厚对硬质薄膜力学性能的影响[J]. *真空科学与技术*, 2003, **23**(3): 147-151.