直流磁控溅射法在玻璃上沉积金属镍膜的研究

韩丽
(河北工程大学 土木工程学院, 邯郸 056038)

[摘 要] 采用直流磁控溅射法,在玻璃基板上制备了用于显示器视窗保护玻璃的半透明镍膜,测定了不同溅射条件下所得镍膜的表面粗糙度、透过率及厚度,讨论了溅射气压、溅射功率、行车速度等对薄膜性能的影响。结果表明,薄膜的表面粗糙度随溅射功率的增加而增大,控制溅射气压、溅射功率和行车速度为一定值,可以得到透过率为50%的半透镍膜。

[关键词] 磁控溅射; 半透镍膜; 液晶显示; 真空镀膜
[中图分类号]TG174.444 [文献标识码]A [文章编号]1001-3660(2012)06-0065-03

Properties of Nickel Coating Deposited on Glass by DC Magnetron Sputtering

HAN Li
(College of Civil Engineering, Hebei University of Engineering, Handan 056038, China)

[Abstract] Semitransparent nickel coating used for cover lens of display was deposited on glass substrate by DC magnetron sputtering, the variation of surface roughness, transmittance and thickness of the nickel coating obtained with different sputtering process was tested. The influence of sputtering gas pressure, sputtering power and carrier moving speed on coating properties were discussed. The result shows that the surface roughness of the coating increases along with the increase of sputtering power, the nickel coating with 50% transmittance can be obtained with appropriate sputtering gas pressure, sputtering power and carrier moving speed.

[Key words] magnetron sputtering ; semitransparent Ni coating; LCD display; vacuum coating

金属镍膜用途广泛,可以用作其它金属的防锈涂层、电磁波屏蔽、电子线路、特种化学器皿、首饰装饰、手机和平板电脑保护玻璃的装饰等。目前制备镍薄膜的方法主要有化学气相沉积(CVD)法、化学电镀法以及溅射法等[1—2]。其中化学电镀法制备镍膜在国内用得比较多,但是此方法会产生大量的废气、废水和粉尘,对环境危害很严重[3],且制备的薄膜致密度差,附着力差,均匀性不好。磁控溅射法制备的薄膜比较致密、均匀,且附着力好,在光电显示、太阳能电池和机械等领域已得到广泛的应用[4];而目前国内利用磁控溅射法在玻璃基板上制备镍膜的研究较少,这主要是因为设备成本较高以及镀膜工艺较复杂。

文中采用直流磁控溅射法,在光学玻璃上制备半反半透金属镍膜,研究了溅射条件对薄膜性能的影响。此半透镍膜可以用在手机和平板电脑的LCD显示屏保护玻璃上,LCD背光灯关闭时具有镜面作用,LCD灯打开时不影响看到显示的图像,是一种非常时尚且带有装饰效果的功能显示膜。

1 实验

1.1 样品制备

底材选用尺寸356.4 mm×406.4 mm×0.7 mm的LCD用玻璃基材(日本板硝子公司生产),镀膜前超声波清洗30 min。采用高纯金属镍靶材(纯度99.9%),在ULVAC 850型在线式溅射系统(日本真空公司生产)上镀膜。所用电源为直流电源,阴极功率0~15 kW可调,载气输出功率为50 mm/s。镀膜真空腔室的真空度为5.0×10^{-3} Pa,反应气体为高纯氩气(纯度99.999%),镀膜温度为室温。

1.2 性能表征

用SHIMADZU SPM型原子力显微镜(AFM,日本岛津公司)测试镍膜的表面粗糙度;用UV-5300型分光光度计(上海元析仪器有限公司)测试镍膜的透过

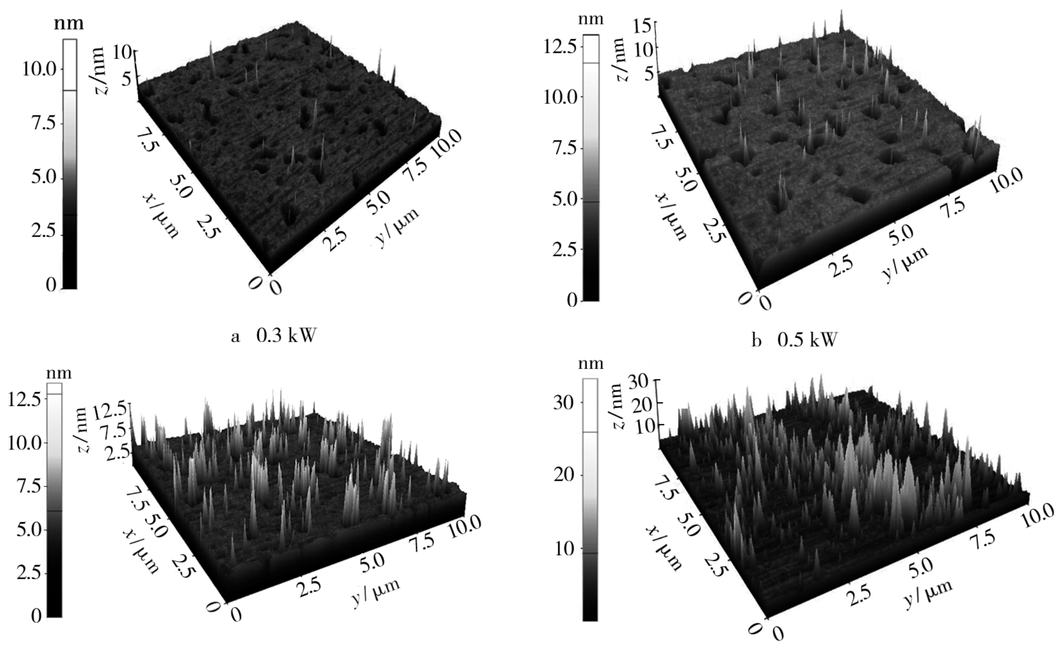
[收稿日期]2012-08-29; [修回日期]2012-09-16
[基金项目]河北省建设厅资助项目(2009-129)
[作者简介]韩丽(1978—),女,博士,副教授,主要研究方向为光电薄膜功能材料。

率；用 DEKTAK XT 型台阶厚度仪（美国 VEECO 公司）分析金属镍膜的厚度，并计算沉积速率。

2　结果与讨论

2.1　溅射功率对薄膜表面形貌的影响

不同溅射功率所得薄膜的 AFM 表面形貌如图 1 所示。由图 1a 可见，溅射功率为 0.3 kW 时，镍薄膜表面粗糙度小，膜层致密且结构分布比较均匀，与段玲珑、李海凤等人的研究结果一致[5—6]。通常在一定的溅射功率范围内，溅射速率公式可表示为 $R=K \cdot S \cdot J$（K 为结构因数），溅射速率 R 与溅射系数 S 和入射离子流密度 J 的乘积成正比，也就是说，随着溅射功率的增加，溅射速率提高，薄膜生长的速度加快[7—9]，这会使得薄膜表面粗糙度增大。从图 1b，c 和 d 也可以看出，随着溅射功率的增大，制备的镍膜表面粗糙度增大。其原因是，高功率下电离出的 Ar^+ 数量更多，增加了 Ar^+ 与从靶材表面溅射出来的原子的碰撞频率，降低了镍原子在薄膜表面的扩散动能，从而使膜层表面晶粒变大，表面粗糙度增大。



a　0.3 kW　b　0.5 kW　c　1 kW　d　2 kW

图 1　不同溅射功率所得镍膜的表面形貌

Fig. 1 Surface morphology of nickel coating under different sputtering power

2.2　溅射气压对薄膜沉积速率的影响

镀膜腔室中的溅射气压是靠充入氩气的流量来控制的，充入的氩气多，溅射气压就大。溅射气压不同，薄膜的沉积速率也不同，随着氩流量的增加，沉积速率是先增加到一定的极值，然后减小，如图 2 所示。这是由于在氩气含量比较小时，反应室里面电离出的高能 Ar^+ 数量也相应较少，轰击在镍靶材表面的高能粒子较少，被溅射出来的镍原子数量就较少，沉积速率相应较低；随着氩气流量的增加，电离出的 Ar^+ 数量增加，被溅射出来的镍原子数量也相应增加，沉积速率相应增大；但当氩气含量增加到一定值时，被溅射出来的镍原子与反应腔室内的 Ar^+ 和部分未电离的氩气分子发生碰撞的频率也增大，降低了镍原子的动能，以致有些被溅射出来的镍原子不能到达基板表面，从而降低了镍原子沉积速率。因此要提高溅射效率，必须控制合适的溅射气压。

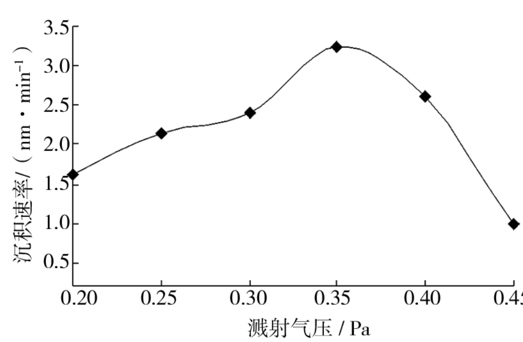


图 2　溅射气压对沉积速率的影响

Fig. 2 Influence of sputtering gas pressure on deposition rate

2.3　溅射功率对薄膜透过率的影响

表 1 数据显示，随着溅射功率的增加，薄膜生长的速度加快，膜层厚度增加，透过率降低。从表 1 和图 1 可以看出溅射功率对膜层的影响：在固定的行车速度下，随着溅射功率增加，膜层厚度增加，低功率下制得的膜面均匀，对光的散射少，加之膜层厚度较薄时对光

的吸收也少,因此透过率较高;溅射功率较大时,膜层表面粗糙度增大,增加了表面的散射,加之膜层较厚时对光的吸收也多,因此透过率迅速降低。为了得到透过率为 50% 的半透明镍膜,必须选择合适的溅射功率。

表 1　不同溅射功率所得镍膜的透过率

Tab. 1 Transmittance of the nickel coating under sputtering power

行车速度/(mm·s^{-1})	溅射功率/kW	透过率/%	膜厚/nm
50	0.34	84.81	4
50	0.50	76.75	5
50	0.80	66.77	6
50	2.00	49.60	8

2.4　行车速度对薄膜透过率的影响

行车速度对镍膜透过率的影响如图 3 所示。在线式溅射镀膜系统中的靶材是垂直放置且固定不动的,镀膜车与靶材平行,并且可以在镀膜系统中与靶材相对平行方向作运动。随着行车速率加大,相同时间内沉积到玻璃上的原子数量减少,膜层厚度降低,透过率增大。

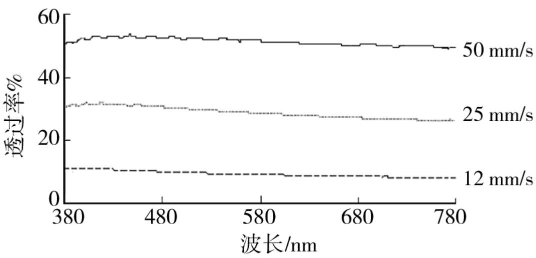


图 3　行车速度对镍膜透过率的影响

Fig. 3 The effect of different carrier moving speed on the transmittance of the nickel coating

3　结论

采用直流磁控溅射法在玻璃基板上制备半透镍膜,溅射功率、工作气体压强及实际工作的行车速度都对薄膜生长具有重要的影响。在较高溅射功率下制备的膜层较厚,且表面粗糙度高,透过率低。薄膜的沉积速率则随溅射气压的增大而先增大,后减少,控制好合适的溅射气压可以获得较好的溅射效率,有利于提高靶材利用率。在溅射功率 2 kW、溅射气压 0.35 Pa 和行车速度 50 mm/s 的条件下,可以得到透过率为 50% 的半透镍膜。

[　参　考　文　献　]

[1]　LI Hong-yan, BIN Gang-liu, et al. Dielectric Properties of Polyimide/Al_2O_3 Hybrids Synthesized by In-situ Polymerization [J]. Material Letters, 2007(61): 1507—1510.

[2]　KANDARY Sh Al, M ALI A A, AHMAD Z. Morphology and Therm-mechanical Properties of Compatibilized Polyimide-silica Nanocomposites[J]. Journal of Applied Polymer Science, 2005(98): 2521—2525.

[3]　CHEN Bor-Kuan, CHIU T M, TSAY Sunyuan. Synthesis and Characterization of Polyimide/ Silica Hybrid Nanocomposites [J]. Journal of Applied Polymer Science, 2004(94): 382—386.

[4]　XIE Shu-hui, ZHU Bao-ku, WEI Xiu-zhen, et al. Polyimide/ $BaTiO_3$ Composites with Controllable Dielectric Properties [J]. Composites: Part A, 2005(36): 1152—1155.

[5]　段玲珑. 磁控溅射制备 Ti 膜的结构与性能研究[D]. 兰州:兰州大学,2008.

[6]　李海凤,牛玉超,苏超,等. 工艺参数对直流磁控溅射膜沉积的影响[J]. 表面技术,2009,38(5):67—71.

[7]　胡传炘. 表面处理手册[M]. 第一版. 北京:北京工业大学出版社,2004.

[8]　霍纯青. 磁控溅射制备硅铝阻隔膜的研究[J]. 包装工程,2007,28(8):81—85.

[9]　于文忠,俞宏英,王玉,等. 流动镀 Ni-P 合金镀层工艺的研究[J]. 装备环境工程,2007(3):101—104.

(上接第 64 页)

[7]　毛泽旭,李鹏飞,郭锋,等. 前处理工艺对 AZ91D 镁合金直接化学镀镍的影响[J]. 兵器材料科学与工程,2010,33(5):68—71.

[8]　李均明,薛晓楠,王爱娟,等. 镁合金微弧氧化预处理化学镀镍研究[J]. 中国腐蚀与防护学报,2012,32(1):23—27,37.

[9]　刘向艳,郭锋,李鹏飞. 镁合金微弧氧化陶瓷层表面化学镀镍研究[J]. 表面技术,2010,39(5):8—10,18.

[10]　郭锋,刘向艳,李鹏飞. 镁合金微弧氧化层上低温化学镀镍研究[J]. 表面技术,2011,40(5):73—76.

[11]　刘西德,柏冬. 玻璃纤维表面化学镀镍的研究[J]. 化工技术与开发,2009,38(1):20—23.

[12]　李丽波,安忠茂,武高辉. 陶瓷表面的化学镀[J]. 电镀与环保,2004,24(5):19—22.

[13]　刘向艳. 以微弧氧化陶瓷层为基的镁合金表面化学镀镍[D]. 呼和浩特:内蒙古工业大学,2010:14.