摘要

红外截止滤光膜目前在军事、医学及消费电子等领域中有着广泛应用,随着生活水平日益提高,智能手机、平板电脑以及摄影器材等电子产品飞速进入人们的视野并成为不可替代的工具。光学屏指纹识别系统作为消费电子产品的重要组件,可见光高透射近红外高截止滤光片发挥了重要作用。本文从靶材磁场均匀性、公-自转系统的转速比与基板夹具遮挡角度三个方面对薄膜厚度均匀性的影响展开研究,针对镀膜过程中热应力使基板面型变化的问题进行仿真分析,使用真空原位退火法对热应力进行有效释放,维持基板面型,为滤光膜的制备提供了重要参考价值。

本文根据单层薄膜光学常数拟合理论,分别得到了以 Nb 和 Si 为靶材,采用反应磁控溅射技术沉积的单层 Nb₂O₅与 SiO₂的光学常数,并分别以其作为高、低折射率膜料,采用 Essential Macleod 膜系设计软件,在考虑应力平衡的基础上,在基板上、下表面设计了红外截止滤光片。该方式设计的红外截止滤光膜在 450~550 nm 波段内平均透过率为 99.55%,在 570 nm 处透过率为 50%,590~1100 nm 截止波段内平均透过率小于 0.03%。

针对靶材磁场对薄膜厚度均匀性的影响展开研究,以磁控溅射基本原理为指导, 使用导磁片调节靶材磁场分布,减小靶材不均匀刻蚀程度,提高薄膜厚度均匀性; 在研究公-自转系统转速比对薄膜厚度均匀性的影响时,利用计算机生成测试片运动 轨迹,结合薄膜厚度分布模型,获得对薄膜厚度均匀性提升最大的5:4转速比;因存 在公-自转系统结构上的限制,对于制备薄膜时溅射材料存在遮挡的问题找出对薄膜 厚度均匀性影响最小的20°遮挡角;给出优化修正挡板形状的方法,并将SiO₂与 Nb₂O₅单层膜在300 mm 直径范围内薄膜均匀性分别修正至0.45%、0.47%。

结合薄膜应力计算理论与传热过程有限元分析理论,采用 COMSOL Multiphysics软件,选用固体力学与壳传热两个物理场耦合对基板进行热应力仿真分析,模拟温度从 25~125℃,根据仿真结果显示,基板热应力最大值约为 6.32 MPa; 对单层膜、多层膜同样做出热应力仿真分析,使用真空原位退火法可以有效改善热应力对基板面型造成的影响,恢复至室温 25℃,多层膜热应力峰值约为 7.47 MPa。

对制备的红外截止滤光膜进行光谱测试,测试结果表明透过率为50%处波长为572.5 nm,450~550 nm 波段处透过率为98.14%,590~1100 nm 波段处透过率为0.042%,且滤光片翘曲程度为0.085 nm,验证了仿真分析的可靠性;对滤光膜做附着力、高低温与恒温恒湿测试,未出现膜裂与脱膜,光谱测试与环境测试均满足指标要求。

L

| 目 | 录 |
|---|---|
| | |

| 摘 | 要I |
|-----|---------------------|
| ABS | TRACTII |
| 目 | 录IV |
| 插图 | 索引VI |
| 表格 | 索引VII |
| 第1 | 章 绪论1 |
| 1.1 | 课题研究背景及意义1 |
| 1.2 | 国内外研究现状2 |
| 1.3 | 论文研究的主要目的和主要内容6 |
| 第 2 | 章 光学薄膜的基础理论8 |
| 2.1 | 干涉截止滤光膜的设计理论8 |
| 2.2 | 光学常数拟合理论11 |
| 2.3 | 薄膜应力的理论计算13 |
| 2.4 | 传热过程的有限元分析理论15 |
| 2.5 | 本章小结17 |
| 第3 | 章 磁控溅射法镀膜的膜厚均匀性研究18 |
| 3.1 | 实验设备与原理18 |
| 3 | .1.1 磁控溅射的原理18 |
| 3 | .1.2 磁场对电子的束缚作用19 |
| 3.2 | 磁场强度对薄膜均匀性的影响 |
| 3.3 | 公-自转系统对薄膜厚度均匀性的影响22 |
| 3.4 | 基片夹具遮挡角度对薄膜厚度均匀性的影响 |
| 3.5 | 修正挡板对膜厚均匀性的修正25 |
| 3.6 | 本章小结 |
| 第4 | 章 红外截止滤光膜应力仿真分析 |
| 4.1 | 红外截止滤光膜的研究28 |
| 4 | .1.1 镀膜材料选取与光学常数拟合 |

| 4.1.2 | 2 红外截止滤光膜的设计 | |
|-------|-------------------|----|
| 4.2 | 镀膜基板热应力有限元仿真分析 | 31 |
| 4.3 | 单层膜热应力仿真分析 | |
| 4.4 | 多层膜热应力仿真分析 | 35 |
| 4.5 | 本章小结 | 37 |
| 第5章 | 红外截止滤光膜的制备与分析 | |
| 5.1 | 红外截止滤光膜的制备 | |
| 5.2 | 光谱测试与分析 | 40 |
| 5.2.1 | 1 光谱测试设备及原理 | 40 |
| 5.2.2 | 2 红外截止滤光膜光谱测试 | 41 |
| 5.3 | 耐环境测试 | 42 |
| 5.3. | 1 附着力测试 | 42 |
| 5.3.2 | 2 高低温测试 | 43 |
| 5.3. | 1 恒温恒湿测试 | 43 |
| 5.4 | 本章小结 | 44 |
| 第6章 | 总结与展望 | 45 |
| 6.1 | 主要工作总结 | 45 |
| 6.2 | 创新点说明 | 46 |
| 6.3 | 不足与展望 | 46 |
| 参考文 | 献 | 47 |
| 攻读硕 | 过学位期间的学术成果和参与科研情况 | 51 |
| 致谢. | | |
| | | |

插图索引

| 图 2.1 单层膜电场示意图 | 8 |
|---|----|
| 图 2.2 短波通干涉截止滤光片光谱特性曲线 | 9 |
| 图 2.3 张应力与压应力 | 14 |
| 图 2.4 薄膜-基板系统 | 15 |
| 图 3.1 溅射系统简图 | 18 |
| 图 3.2 磁控溅射原理图 | 19 |
| 图 3.3 磁场强度与薄膜厚度分布 | 21 |
| 图 3.5 测试片运动轨迹 | 22 |
| 图 3.6 SiO ₂ 与 Nb ₂ O ₅ 单层膜在有无公-自转系统薄膜均匀性对比 | 23 |
| 图 3.7 测量点位示意图 | 23 |
| 图 3.8 基板夹具及遮挡角度示意图 | 24 |
| 图 3.9 SiO ₂ 与 Nb ₂ O ₅ 在不同遮挡角下膜厚均匀性分布 | 24 |
| 图 3.10 修正挡实物图 | 25 |
| 图 3.11 修正挡板示意图 | 26 |
| 图 4.1 基板光谱曲线与折射率曲线 | 29 |
| 图 4.2 SiO ₂ 与 Nb ₂ O ₅ 两种材料的光谱曲线 | 30 |
| 图 4.4 膜系设计光谱曲线 | 31 |
| 图 4.5 基板有限元网格划分图 | 32 |
| 图 4.6 基板升温热应力分析结果 | |
| 图 4.7 降温曲线基板降温热应力分析结果 | 34 |
| 图 4.8 单层膜热应力仿真分析结果 | 35 |
| 图 4.9 上、下表面膜层示意图 | |
| 图 4.10 热应力仿真结果 | 37 |
| 图 5.1 红外截止滤光膜的制备流程 | |
| 图 5.2 红外截止滤光片 | 40 |
| 图 5.3 Cary 7000 全能型分光光度计(UMS) | 41 |
| 图 5.4 Cary 7000 全能型分光光度计(UMS)原理图 | 41 |
| 图 5.5 实测光谱曲线与设计光谱曲线对比 | 42 |
| 图 5.6 显微镜下百格拉膜后照片 | 43 |
| 图 5.7 高低温试验箱温度曲线 | 43 |
| 图 5.8 恒温恒湿试验设备 | 44 |

表格索引

| 表 1.1 物理气相沉积方法对比 | 2 |
|---|----|
| 表 4.1 红外截止滤光膜技术指标 | |
| 表 4.2 基板热力学参数 | 31 |
| 表 4.3 Nb ₂ O ₅ 与 SiO ₂ 热力学参数 | |
| 表 5.1 SiO2 与 Nb2O5 沉积速率 | |
| 表 5.2 洗靶程序参数 | 40 |

第1章 绪 论

1.1 课题研究背景及意义

光学薄膜是利用物理气相沉积或化学气相沉积方法,借助高精密监控系统,使 不同沉积材料按照使用者需求在光学玻璃或光学塑料等指定基板表面分层沉积制得 ^{[1]-[2]}。利用光波在薄膜中反射、折射及叠加来达成增透或减反的要求,同时还能起到 分光、滤光、调整光束偏振或相位状态的作用^{[3]-[5]}。自二十世纪三十年代以来,伴随 着真空技术的不断发展,薄膜设计理论与制备方法愈发完善,光学薄膜被广泛应用 于军事、医学、工业、农业等各个领域,在人们日常生活和工作中起到十分重要的 作用。在光学相关领域,往往将常用光学薄膜如偏振薄膜、分光薄膜、干涉截止滤 光膜等镀制在光学基板上,应用于各种检测仪器设备,起着不可替代的作用。

红外截止滤光片也称为红外滤光片或是吸热过滤片,在消费类电子产品(如智能手机、数码照相机、摄像机和视频监控摄像头等)中有着广泛的应用。对于高性能摄像头而言^{[6]-[7]},红外截止滤光片可以消除红外光对成像质量的影响,使其内感光元件 CCD/CMOS 对光的感应与人眼更为接近,提升拍摄图像的质感;以舞台灯为例, 红外截止滤光片还可以吸收大功率光源散发的热量,从而保护不耐温的其他元件。

近年来随着人们物质生活水平的不断提高,智能手机、平板等消费电子逐渐走 入大众的视野并广泛使用。为了追求更好的体验,满足消费者对于高屏占比的需求, 光学屏下指纹识别技术应运而生。由于光学屏下指纹识别技术可以避免在屏幕上开 孔^{[8]-[11]},保证了屏幕的完整性,又比较符合消费者的使用习惯,因此成为当下全面 屏智能手机的标准配置。智能手机机身内部空间紧凑,屏下指纹识别模块也要满足 轻薄化的发展需求,而红外截止滤光片作为该模块的核心部件,不可或缺。为匹配 后续的半导体加工流程,该红外截止滤光膜需在超薄大尺寸基板上镀制而成。

光学薄膜主要是通过物理气相沉积 PVD 与化学气相沉积 CVD 两种方式来制备 ^[11],本文的红外截止滤光膜镀制在超薄基板上,而 CVD 技术沉积温度太高,可达 800~1100℃,基板很容易受热发生形变;参与沉积的反应物质以及反应后的气体大 多具有易燃易爆、有毒或是有一定的腐蚀性,因此不选用 CVD 方法来完成红外截止 滤光膜的制备。物理气相沉积主要分为电子束蒸发(EB)、磁控溅射(MS)、离子束 溅射法(IBS)与原子层沉积法(ALD),有关于以上四种物理气相沉积方法的对比 在表 1.1 中列出。

从表格可看出,对比于电子束蒸发法、离子束溅射法以及原子层沉积法,磁控 溅射法镀膜效率高、膜基结合力优、成膜残余热应力低、可制备大面积膜厚均匀性 较好的薄膜,且镀膜重复性好,可实现大批量生产,因此本文选用磁控溅射法来完

第1章绪论

成红外截止滤光膜的制备。溅射镀膜膜厚均匀性的有关问题,近年来有众多学者做 了大量实验探究,但有关超薄、大面积基板成膜均匀性控制的相关研究,可参考文 献较少。传统镀制双面膜层所采用的方法在使用超薄、大口径的基板成膜过程中, 只可先镀其中一面再取出基板翻面镀制另外一面,该操作效率低,基板碎裂风险高, 且薄膜均匀性差,会造成膜层应力分布不均匀,导致基板弯曲,不能达到实际使用 需求。

| | Evaporative | Evaporative | Plasma | IBS | |
|-------------------------|-------------|-------------|---------------|--------------------|-----------|
| | Evaporative | with IAD | AD Sputtering | 105 | IAD |
| Spectral Performance | Low | Medium | High | High- Very High | Very High |
| Coating Stress | Low | Medium | High | High | High |
| Repeatability | Medium | Medium | High | Very High | Very High |
| Process Time | Slow | Slow | Intermediate | Very Slow | Very Slow |

为提升本文实验的成功率与效率,将借助如 COMSOL Multiphysics、ABAQUS 或 ANSYS 等有限元仿真分析软件,通过对软件参数进行相应设置并使用高性能计算 机来模拟真实镀膜环境下的条件变化,从而对所设计的薄膜-基板模型进行热应力、形变量等详细的热力学分析,获取可靠的仿真结果,根据仿真结果对薄膜沉积实验 做出预测与指导。

本文将以厚度为 0.07 mm、直径为 203.6 mm 的 Schott D263T 光学玻璃作为基板, 采用反应溅射的镀膜方法,以 Si/Nb 为镀膜靶材来镀制红外截止滤光膜。为满足实际 使用需求,减小应力对红外截止滤光片的影响,维持镀膜中、成膜后基板面型的稳 定,得到较高均匀性的薄膜是本文研究的重点。因此本文从靶材磁场强度、镀膜设 备公-自转转速比、基板夹具遮挡角度三个方面去分析对薄膜厚度均匀性的影响,并 添加修正挡板来对薄膜膜厚均匀性做出修正,分析并调整参数,进而得到较高均匀 性的薄膜;模拟镀膜过程中的升温、降温情况,对基板、SiO₂、Nb₂O₅单层膜与多层 膜做出热应力仿真分析,模拟不同的降温方法,来观察热应力对滤光片面型的影响, 设计双面对称膜系来尽可能减小薄膜应力,在满足薄膜透过率需求的情况下提升薄 膜附着力,维持滤光片面型稳定。对照调整镀膜参数,优化沉积工艺,处理实验过 程中产生的问题,最终制备红外截止滤光膜,并满足相应要求。

1.2 国内外研究现状

本节主要从红外截止滤光片研究现状、薄膜厚度均匀性研究现状、薄膜应力研

究现状三个方面进行介绍。

1) 红外截止滤光片国外研究现状

2006年, Wenhua Yang, Guangjun Xie 为了增加波长小于 350 nm 和高于 1120 n m (λ <350 nm 和 λ >1120 nm)的入射光在硅太阳能电池表面的反射,对硅光谱响应 范围(350 nm< λ <1120 nm)的光透射没有影响,设计了硅太阳能电池封装玻璃上的 IR/UV 截止滤光片。它可以使硅太阳能电池选择性地吸收入射光。绘制了红外截止 滤光片的透射曲线,曲线显示:红外截止滤光片具有良好的选择性透射率, λ >1120 nm 的光被反射,所有光(350 nm< λ <1120 nm)几乎透射到太阳能电池。350~1120 nm 范围内,光的加权透射系数 T_W为 98.17%。结合红外和紫外截止滤光片的整个涂 层具有最佳的选择性透射率,大部分光(λ <350 nm 和 λ >1120 nm)被反射,所有光 (350 nm< λ <1120 nm)几乎透射到太阳能电池。通过计算,我们得到了加权透射系 数 T_W=97.49%(350 nm< λ <1120 nm)[¹²]。

2017年, Myung bok lee 通过射频磁控溅射方法,以 SiO₂与 TiO₂为镀膜材料制备的红外截止滤光片的实测光谱特性显示,波长为 400~700 nm 和 830~880 nm 的透过率大于 90%,波长为 720~800 nm 的透过率小于 20%。并且在波长大于 900 nm 时,滤光片在选定波长范围内的透光率基于光干涉现象,被广泛应用于光学、光电和太阳能行业中的高反射、增透和带通滤光片等薄膜光学领域^[13]。

2019年,Lee,JK 等人开发出与红外截止滤光片集成的双层铝纳米线栅偏振器,以在可见光区域表现出高偏振灵敏度。以 Ti₃O₅与 SiO₂为镀膜材料制备的红外截止滤光片可完全截止超过 680 nm 波长的入射光,并在可见光范围内实现 95%以上的高透过率。有限差分时域仿真和实验结果均表明,TM 偏振在 110 nm 栅高处的透射率高达 90%,在可见光范围内消光比约为 300:1^[14]。

2) 红外截止滤光片国内研究现状

2010年,长春理工大学关均戈介绍了红外截止滤光片在指纹仪中工作原理,并 结合薄膜的基本原理,通过相关理论,选择符合制备指标的沉积材料,探讨红外截 止滤光膜的薄膜系统设计。监测波长为 650 nm,通带在 380-570 nm 处达到高透过率, 在 476 nm 处最大透过率为 97.2%,平均透过率为 96.3%。在 590~700 nm 截止波长处, 波纹平坦,平均透过率小于 1%。滤光片各项指标均满足参数要求^[15]。

同年,长春理工大学于玥,付秀华,孟嘉译为满足指纹仪系统中光学元件的使 用要求,采用干涉截止滤光片使一部分光透过而另一部分光截止,由于截止带要求 较宽,为了展宽截止带,采用在一个多层膜的基础上加镀一个不同中心波长多层膜 的方法设计膜系,通过对膜系的优化压缩了通带的波纹,用电子束蒸发法进行膜层 制备,采用石英晶体振荡法控制膜厚,最终制备出的膜层在 380~550 nm 平均透过 率 T>90%,570~900 nm 平均反射率 R>99%,满足指纹仪系统的使用要求^[16]。

2019年,西安工业大学牛江伟研制了一种可见光区透光率高、中远红外反射率高的滤光片。首先,确定ZnS和Ag作为滤光片所需的薄膜材料,然后采用电阻热蒸发沉积技术电镀不同厚度的极薄银薄膜。利用椭圆测量法和有效介质理论研究了极薄银膜的特性。给出了极薄银薄膜的光学常数,并分析了它们的变化。最后制作了滤光片,用紫外-近红外分光光度计测量了滤光片在可见光区域的透光率,用红外傅里叶变换光谱仪测量了中红外和远红外的反射率。试验结果表明,在3~12 μm波段内,镀滤光片在400-700 nm处的平均透过率T为87.15%,最大透过率T_{max}为90.53%,平均反射率R为95.07%,满足要求^[17]。

2022年,西安工业大学庞梦林、周顺、郭峰等基于观察瞄准镜系统中胶合目镜 对滤光片的使用需求,设计了一种用于瞄准镜光学系统的截止滤光片,消除了滤光 片的半波孔,压缩了通带波纹。采用电子束热蒸发技术制备了滤光片并测试其透过 率,在400~630 nm的平均透过率为95.76%,在655~800 nm的平均透过率为0.06%, 样片通过了盐雾测试和机械牢固度测试,制备结果满足设计需求^[18]。

3) 薄膜厚度均匀性国外研究现状

2019年, Zhang Zhe 等人使用掩蔽技术提高了通过行星旋转阶段的直流(DC) 磁控管溅射沉积在曲面球面镜上的 Mo/Si 多层膜的厚度均匀性。镜片的通光孔径为 125 mm,曲率半径等于 143.82 mm。通过使用倾斜修正挡板,在直径为 125 mm 的 球形基板上,多层厚度均匀性的偏差显着降低到 0.8%以下^[19]。

2021年,Handan Huang 等提出了一种基于行星运动磁控溅射系统来控制薄膜厚度的制备横向梯度多层膜的精确方法。这种方法使用快速和慢速粒子模型来获得粒子的输运过程,然后结合行星运动磁控溅射系统来建立薄膜厚度分布模型。此外,为了提高模型的精度,通过实验反演得到了溅射条件的参数,利用该模型计算出的速度曲线,实现了最终沉积过程中基板夹具的旋转和转动。X 射线反射实验(XRR)测量结果表明,在抛物柱形硅衬底上涂覆的横向梯度多层膜的厚度误差小于 1%,说明了优化方法获得准确的薄膜厚度分布的有效性^[20]。

2022年, Tien ChuenLin 等人采用电子束蒸发结合离子辅助沉积技术制备了三种 非晶氧化物薄膜。借助光学通量映射法,选择合适的修正挡板实现了较好的薄膜厚 度均匀性分布。三种金属氧化物单层薄膜分别为 SiO₂、Ta₂O₅和 Nb₂O₅。使用半径为 275 mm 的基板夹具,该夹具被分为五个不同的部分。基于光学通量映射方法,可以 有效地模拟了修正挡板的几何尺寸,并得到修正挡板在不同分段处的宽度。实验测 量结果表明,SiO₂、Ta₂O₅和 Nb₂O₅薄膜的厚度均匀性偏差分别为 0.38%、0.36%和 0.15%^[21]。

4) 薄膜厚度均匀性国内研究现状

2004年,电子科技大学韩雷刚介绍了一种公自转转速可调的磁控溅射设备,在

第1章绪论

高性能计算机上建模和仿真厚膜的分布,实现了靶材基板距离与公自转频率关系模型,通过调节公自转电压和靶材基板距离来达到较高薄膜均匀性。通过对所建模型的计算分析,当转速较大时,目标基距对膜厚分布均匀性影响较小,因此可以通过减小目标基距来提高溅射效率。对于 4 inch 衬底,当 $\omega_{rot}/\omega_{rat}$ = 5.3 时,片内平均相对偏差为 $\delta_{mean} \leq 1$ %,最大相对偏差为 $\delta_{max} \leq 6$ %;平均相对偏差 $\delta_{mean} \leq 1.5$ %,最大相对痛差为 $\delta_{max} \leq 8.3\%$ [22]。

2018年,长春理工大学冯时、付秀华、王大森等使光学元件的表面粗糙度通过 离子束溅射法得到改善,结果表明,优化的实验参数在-26.6%的情况下,确定了最 佳的停留时间分布。在大口径光学元件镀膜实验中,薄膜的均匀性达到 0.4%。通过 改变离子束的沉积位置,使用离子束溅射法修正抛光设备可以保证沉积速率的稳定 性,这种膜厚度定时监测方法使系统更容易达成自动化。通过这种方式,不仅可以 优化光学薄膜的设计,还可以使薄膜材料的物理厚度控制度精度提高,并且适用于 各种高性能光学薄膜的制备,提高了光学元件表面的薄膜质量,大大提高了光学元 件的性能^[23]。

2021年,长春理工大学魏博洋、刘冬梅、付秀华等通过分析靶材磁场强度、靶基距和真空度对薄膜厚度均匀性的影响,借助Langmuir探针测量工作气体分布,改善充气方式调整薄膜纵向均匀性。调整靶材电源参数,对靶材施加正弦半波电压,并使用MATLAB软件确定振幅及相位参数,调整薄膜的横向均匀性。对于Si₃N₄单层膜,其在横向上、中和下的薄膜厚度均匀性分别为±1.27%、±0.62%和±1.33%,纵向的薄膜厚度均匀性为±0.33%;对于SiO₂单层膜,在横向上、中和下的薄膜厚度均匀性分别为±1.22%和±1.23%,纵向的薄膜厚度均匀性为±0.25%^[24]。

5) 薄膜应力国外研究现状

早在 1850 年,人们就在电镀薄膜的制备中发现了膜应力^[25]。1877 年,Mills 首 次对薄膜应力进行了定量测量^[26]。1909 年,Stoney 利用基板-薄膜系统的变形定量测 量了薄膜的内应力,推导出了著名的Stoney 公式,为薄膜应力测量做出重大贡献^[27]。1965 年,Anthony E Ennos 测量了不同介质薄膜和金属薄膜的应力,给出了光学镀膜 过程中形成的 ZnS、Na₃A1F₆、MgF₂和 PhF₂单分子层的具体应力分布^[28]。

2002 年, C.H.Hsueh 通过建立理论模型,得出热应力变化过程与多层膜膜层数无关,只与基板和薄膜材料自身特性有关^[29]。

2013年,新南威尔士大学 Alireza Moridi 等人研究了热和晶格不匹配、界面位错效应和耦合效应对薄膜衬底系统残余应力分布的影响。结果表明,热失配和晶格失配不会导致残余应力的厚度依赖,但界面失配位错会导致残余应力的厚度依赖。界

以上内容仅为本文档的试下载部分,为可阅读页数的一半内容。如 要下载或阅读全文,请访问: <u>https://d.book118.com/16501223234</u> 2012002