

影响镀膜玻璃膜层牢固度的因素和处理

邓雅颖

膜层牢固度(膜的附着强度)是指膜附着在基片上的牢固程度,其值取决于膜基层面间的附着力的大小,这里着重讨论的是:除了膜应力对膜牢固度的影响外,影响膜附着强度的其它一些问题,以及提高膜界面上附着强度的若干工艺措施。

1 问题的出现

在调试引进美国爱可公司的磁控溅射镀膜玻璃生产线中,我们对镀膜玻璃进行了检测,发现镀膜玻璃的色差、透光率、反射率、耐磨性,都达到美国的质量指标。但是,在我们的镀膜玻璃与进口的镀膜玻璃的膜面上,用锁匙一划,就发现进口的玻璃膜面基本上不变,而我们调试生产的玻璃膜面已出现一条很明显的划痕,受到严重的破坏,基本上被划掉了,个别的边缘部份有脱膜现象,膜层的牢固度较进口的要差。为此,我们对可能影响镀膜玻璃质量的诸多因素进行了观察和检测。设备是美国的,达90年代国际先进水平。电压、电流、工作气体压力及真空室的压力等工艺参数都是美国的成熟技术。我们排除了上述的因素并观察到:用同一厂家同一日期生产的基片,进行镀膜与相间二个月后镀膜,则膜层的牢固度不同,基片从前清洗机出来,后底部有少许水珠,如果将前清洗机的水流减少,底部基本没有水珠,二者镀膜的膜层牢固度也不同,环境的相对湿度的不同,膜层的牢固度也不同,那么,是什么原因造成膜层牢固度

偏差的呢?

2 影响膜层牢固度的因素

在潮湿或有油污染的情况下,玻璃基片表面会吸附着水分子层和油分子层,这样,被溅射的金属分子很难与基片直接生产物理吸附,更难产生化学吸附,而只能附着在已被基片吸附的水分子层和油分子层之上,这就大大减弱了膜基界面的附着强度,环境越潮湿,油污染越严重,基片上附着的水、油分子就多,水、油的吸附层越厚,膜基界面间的附着强度就越差,以水蒸汽为例,根据赫磁——克努曾公式,单位时间内碰撞到单位面积上的水分子数 V 为:

$$V = \frac{1}{4} n \bar{V} \quad (1)$$

式中 n 、 $\bar{V}$ 分别为水蒸汽分子数密度和平均速率,将 $n = \frac{P}{RT}$

$$V = \sqrt{\frac{8RT}{\pi\mu}} \quad \text{代入式(1)可得}$$

$$V = \frac{PN_A}{\sqrt{2\pi\mu RT}} \quad (2)$$

式中 N_A —阿佛加德罗常数, R —波耳兹曼常数, P 、 μ 及 T 分别为水蒸汽的分压强,摩尔质量及绝对温度。显然,水蒸汽分压越大,单位时间内打到单位基片上去的水蒸汽分子数越多,打到基片表面上的水蒸汽分子,有的返回气相,有的被吸附,被吸附的分子并非静止不动,一方面可沿表面移动,一方面可在平衡位置来回振动,其振动

频率可近似认为与吸附它的基片原子的振动频率一致,根据林德曼公式,固体原子的振动频率为:

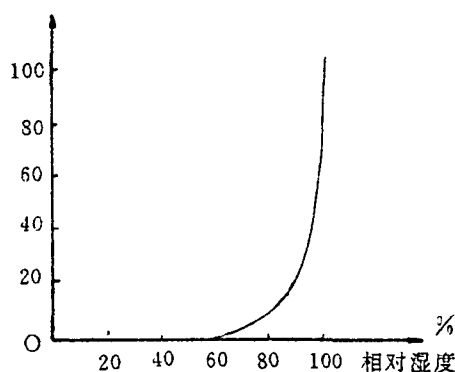
$$\tau_0 = 4.75 \times 10^{-13} \sqrt{\frac{\mu V^{2/3}}{T_s}} \quad (3)$$

式中: μ 、 V 、 T_s 分别为固体材料的摩尔质量、体积和熔点温度,通常可近似认为 τ_0 在 10^{-13}S^{-1} 数量级。由于分子热动,互相交换能量,必定有一定数量被吸附的分子能够摆脱吸附力的束缚而脱附出来,当吸附与脱附形成平衡时,基片单位面积上所吸附的分子数 N 为:

$$N = \frac{PN_s}{\sqrt{2\pi\mu RT}} \tau_0 \exp(E_d/RT) \quad (4)$$

式中 E_d 为脱附能,其余各符号意义同式(2)、(3)显示,基片上所吸附的水蒸汽分子数与水蒸汽的分压强成正比,水分子在基片表面上可形成物理吸附,甚至可形成化学吸附,生成复杂的水化学物结构,水分子还可以深入基片表面内 30um。经仔细处理过的软玻璃表面对水分子的吸附见图所示。从图中可以得出,当相对湿度为 50% 时,即可形成单分子层吸附,湿度增大,吸附层迅速增加,当相对湿度为 90% 时,水吸附数目随着相对湿度的变化,可吸附 20 层水分子,若相对湿度为 97% 时,吸附层可达到 90 个单位分子层,玻璃基片表面吸附的水分子层用常规的清洗方法(纯水、洗涤剂、乙醇等溶液)是很难除去的,即使设法除掉,如果镀膜机周围环境湿度大,真空室内的水蒸汽及真空室内壁和其中的各部件中解附出的水蒸汽是不易抽走的(抽空中容易凝结)仍有可能使基片表面上吸附水分子层,这时溅射所得到的膜,并没有直接与基片表面发生吸附,而是吸附在水分子层上,其附着强度受到很大的影响,在此情况下得到的膜在电子显微镜下观察其横断面会发现膜基之间有一明显的界线。

水吸附层的数目



油污染、灰尘能使附着强度降低的原因也是如此,影响膜基界面间附着强度的其它因素还有基片的镀前处理,基片的温度、成膜后的某些工艺处理等都是不可忽视的问题。

3 提高膜牢固度的一些措施

为了获得高牢固度的镀层,除了考虑造成膜过程中的吸附条件和消除膜的应力这两个内外因,还应从影响膜附着强度的许多外因方面采取措施,其主要途径有:

3.1 对基片应严格要求:

玻璃以新鲜为好,在 2 个月内最佳,玻璃表面无切割油,无纸带残迹,无记号笔痕以及无其它外来物, SO_2 质残余物必须保持到最小,表面必须无锡的残余物、无污迹、表面光滑平整。

供应的玻璃全部应用隔纸或木屑之类的粉末隔开,所采用的粉末隔离物应能被镀膜设备上的玻璃清洗机很容易有效地除去。

3.2 基片应进行认真的镀前处理

(1) 玻璃的粉末隔离物等脏物应在玻璃进入镀膜设备上的玻璃清洗机前除掉,以减轻线上的玻璃清洗机的负担。

(2) 应定期清洗玻璃清洗机的各部件,以保持清洗机的干净。

(3) 严格注意清洗机中的洗涤剂含量和纯水的指标,做到及时更换和冲洗。

要注意纯水的流量和风压、风量,确保玻璃清洗后没有水珠。

3.3 保持生产线有良好的环境

生产线应保持清洁,不允许有灰尘,保持室内高度清洁,当空气湿度大时,除了镀前要对基片、真空室内壁及真空室内各部件认真清洗外,还要进行烘烤去气,有条件的在各闸门处安装抽湿、干燥装置或将其真空室部份密封起来,达到降低湿度的目的。

3.4 在基片上中先镀底膜是增加膜基界面附着强度的工艺措施之一

Ti 等较容易氧化的金属的原子,在向基片传输的过程中,与真空室内残余气体 O_2 、 H_2O 的分子发生反应,在基片表面形成小量氧化物,它们与玻璃基片中硅氧键结

合,又与 Ti 等金属原子键合,形成了一层附着强度较强的金属膜,在此基础上,再镀其他膜层,则大大提高了原膜层的附着强度。

4 效果

通过上述处理后,对镀膜玻璃进行检测,镀膜玻璃的均匀度很好,透光率、反射率、耐磨性都达到指标要求,膜层的牢固度也可与进口的媲美,通过对膜层牢固度问题的处理,我们体会到,在镀膜玻璃的生产中,对每一个环节,每一道工艺、每一道工序,都必须高度重视,严格按工艺操作规程生产,同时,在做好消化吸收技术、设备的同时也要结合当地的生产环境、条件,不断调整、不断改进,才能保证镀膜玻璃的生产和质量。■

印制电路板用处理玻璃布

荣获 1994 年度国家级新产品称号

珠海玻璃纤维厂研制成功的印制电路板用处理玻璃布——18K 电子布,最近由国家科委、国家技术监督局及国家外国专家局等五个权威单位联合授予 1994 年度国家级新产品称号。

该厂全套引进日本专业设备及池窑拉丝、大卷装成型、分批整经、并轴上浆、喷气织布及热——化学处理等软件技术。自 1990 年 6 月份投产以来,该厂以国内外市场为导向,以国际先进水平为目标,经过四年多来的消化、吸收和改进、提高,多次调整产品规格和技术参数,使印制电路板用处理玻璃布的单位面积质量,由初期的 $200g/M^2$,提高到略高于美国 IPC 标准的 $205g/m^2$,其控制精度由日本工业标准水平的 $\pm 6\%$,提高到企业产品标准二类质量水平的 $\pm 2\%$,略高于美国 IPC 标准二类质量水平,同时,改善玻璃布的表面处理技术,使布面外观质量平均每百米主要疵点,减少到 2 个左右,布面毛羽和隐性疵点的发生率,均达到国外同类产品的先进水平。该产品经国内数家具有先进水平的覆铜板厂大批量应用后证实,用其生产的 FR-4 覆箔板质量,符合美国军用标准 MIL-P-13949G 的要求。

最近,该产品经国家玻璃纤维产品质量监督检验测试中心测定确认,各项性能指标和外观质量均符合企业产品标准,相当于美国 ANSI/IPC-EG-140 标准二类质量水平,已达到目前国际同类产品先进水平,填补了国内空白,属于国内领先的电子级玻璃纤维新产品。

(危良才)