

压力对电弧源喷射微粒密度及膜沉积率的影响

张世良 陈 鹏 胡永年 洪惠荫 任 妮 孙玉珠

(兰州物理研究所)

主题词: 真空镀膜、电弧镀、沉积速率。

内容提要: 在 2.7Pa 至 $2.7 \times 10^{-2}\text{Pa}$ 氮压力范围, 测量了不同压力下电弧源喷射的微粒密度及薄膜沉积速率的变化。随压力升高, 微粒密度及膜沉积速率下降。利用AES和SIMS对不同压力下形成的TiN膜及工作后的阴极表面进行了深度剖面分析。最后对实验结果进行了讨论。

研究真空中冷阴极电弧对电极腐蚀时早已发现, 当不出现阳极弧斑时, 被腐蚀电极为阴极。在阴极弧斑微区, 以离子轰击、焦耳热等方式注入高能流, 阴极材料则以离子、微粒及原子形式从微区向外喷射离开阴极, 其中原子只占很小部分。腐蚀率与多种因素有关, 工作环境压力是一很重要因素。

以同一原理工作, 作为离子镀膜的冷阴极电弧源, 可在高真空至数帕环境中工作, 环境压力影响弧放电稳定性、膜沉积速率、源喷射出的熔融的阴极材料形成的微粒密度——沉积到膜层中, 影响膜质量; 而且, 在镀不同化合物膜时, 反应气体压力, 直接影响膜成份及物性。

一、实验装置、方法

如图1示, 实验采用单弧源。镀膜样片直径 $1.2 \times 10^{-2}\text{m}$, 厚 $1 \times 10^{-3}\text{m}$, 表面经仔细研磨、抛光、清洗。源工作一定时间待其工作参数、阴极温度稳走后打开挡板镀膜。样片加负偏压 170V , 弧电流保持恒定, 真空室压力测量及控制采用压力自动控制仪。镀后样片表面应光亮、扫描电镜下观察微粒轮廓清晰、圆形, 经电镜放大、拍片, 统计微粒密度。统计的最小微粒直径为 $0.5\mu\text{m}$ 。用干涉显微镜测量膜厚度。应用AES及SIMS对膜及工作后的阴极表面进行深度剖面分析。

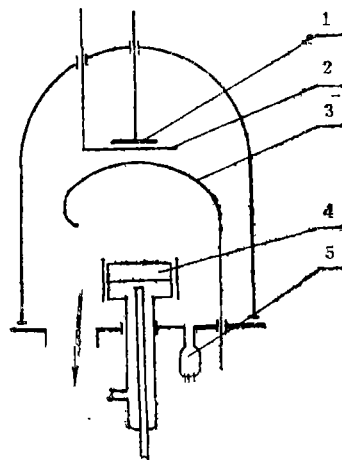


图1 实验装置示意图

1.样片; 2.挡板; 3.充气环; 4.弧源; 5.规管

二、实验结果

1. 实验现象观察

镀膜时, 随压力升高, 源喷射的等离子体流由淡蓝色—桔黄色—变为黄红色。阴极表面游移的弧斑由大变小, 由少变多, 游移速度加快, 弧工作更趋稳定, 即在小弧流下能稳定工作, 不易熄弧; 随压力升高, 膜颜色由淡黄变为金黄至深黄。最高压力下, 其表面不及低压力时光亮, 大直径微粒显著减少。

2. 压力对膜沉积率及微粒密度影响

1990年2月15日收到

如图 2 示, 膜沉积率随氮压力升高近似呈直线下降。压力增高一个量级, 沉积率下降约 10^{-6} mm/s。

图 3 为微粒密度随压力变化。压力上升, n 值下降较快, 至 4×10^{-1} Pa 附近开始, n 值下降较为缓慢。

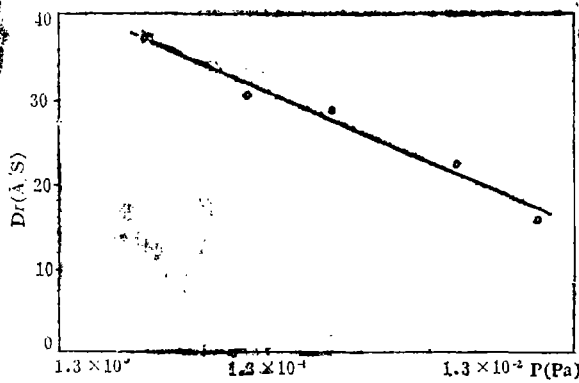


图 2 膜沉积率随氮压力变化

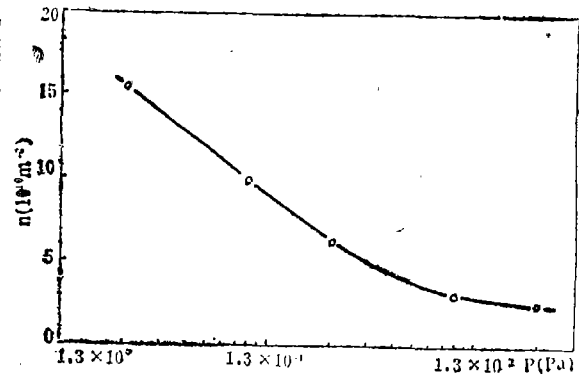


图 3 微粒密度随压力变化

3. 对氮化钛膜与镀膜后的阴极表面分析

如图 4 示, 样品表面除有少量 C 和 O 污染外, 只有 N 和 Ti。对图 4 采用基体效应修正方

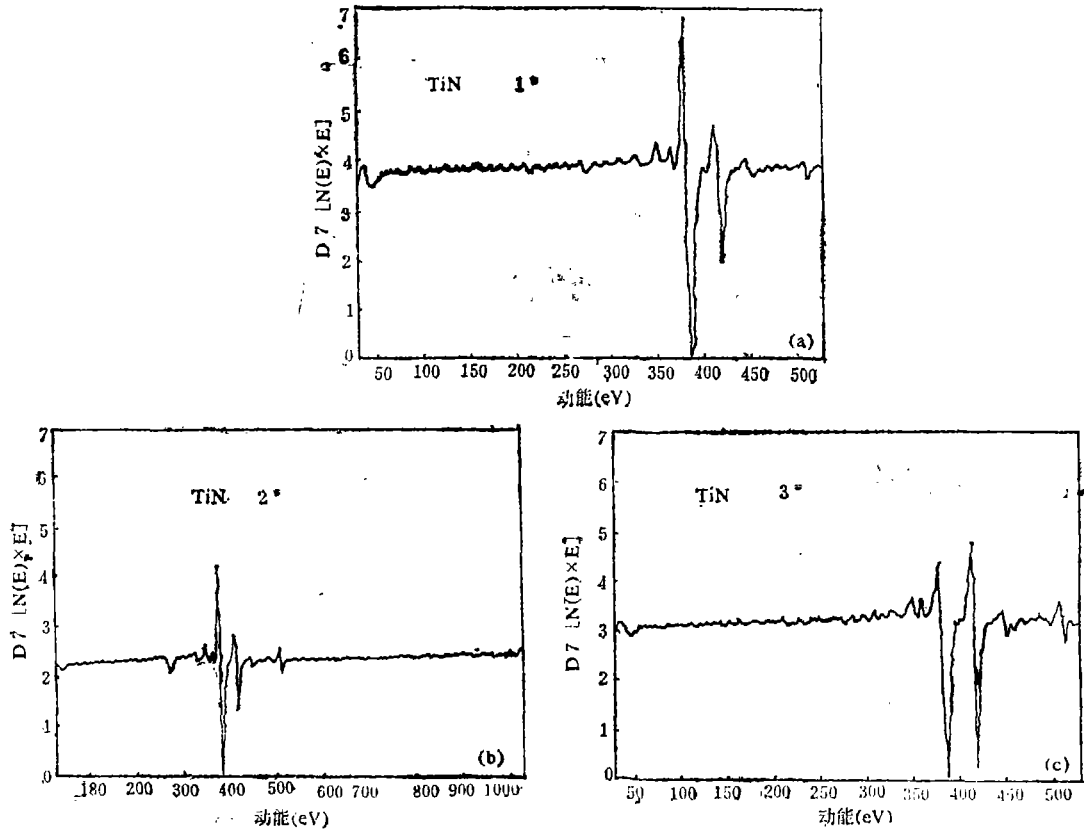


图 4 在不同氮压力下镀出的 TiN 膜的 AES 谱

(a) $P = 2.7$ Pa; (b) $P = 6.7 \times 10^{-1}$ Pa; (c) $P = 2.7 \times 10^{-2}$ Pa

法进行定量计算。计算时，Ti取LMM（421eV）俄歇峰，N取KLL（379eV）俄歇峰。其中存在N的KLL（379eV）与Ti LMM（387eV）俄歇峰重迭，计算结果如表1示。其相

表1

TiN膜表面AES分析结果

样 品 号	1	2	3
氮 压 (Pa)	2.7	6.7×10^{-1}	2.7×10^{-2}
N,Ti比值	1.75	1.20	0.11
N相对含量 (%)	63.6	54.5	9.9

对误差为10%。表明，随氮压力上升，膜层中氮含量迅速上升，当 $P=6.7\times10^{-1}$ Pa时，氮、钛比值接近1。

图5为 $P=6.7\times10^{-1}$ Pa时镀TiN膜剖面AES图。膜层N、Ti浓度分布基本是均匀的。

图6表明1—3号阴极工作相同时间，工作后的阴极表面除有少量O外，阴极在蒸钛同时，自身表面形成一层氮化钛膜。计算其厚度如表2示。随氮压力升高，膜层加厚。氮化钛膜层与基底界面清楚。

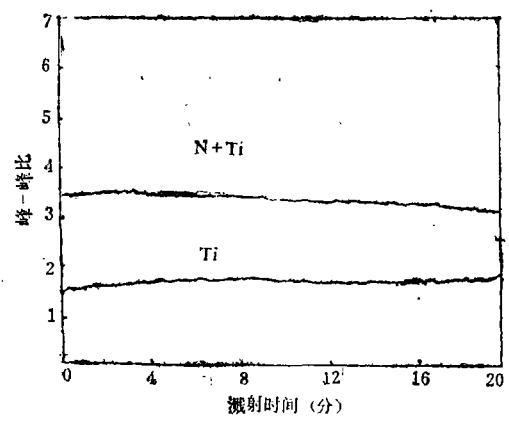


图5 TiN膜深度剖面AES图

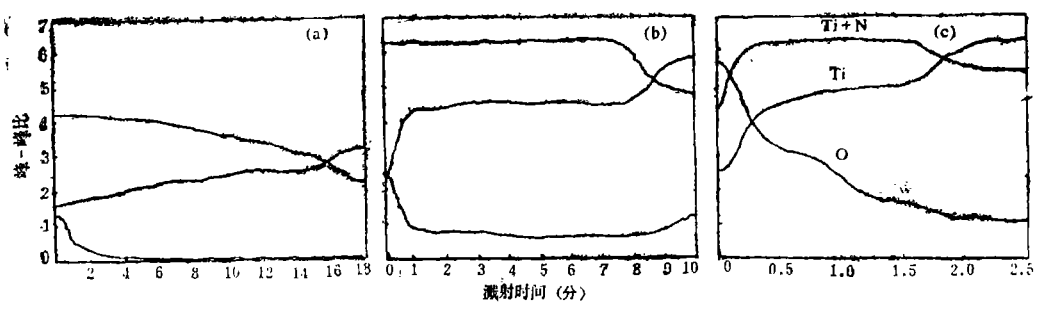


图6 不同氮压力下工作后钛阴极深度剖面AES
(a) $P=2.7$ Pa; (b) $P=6.7\times10^{-1}$ Pa; (c) $P=2.7\times10^{-2}$ Pa

表2

不同氮压力下工作后钛阴极表面形成的TiN层厚度

阴极样品号	1	2	3
压 力 (Pa)	2.7	6.7×10^{-1}	2.7×10^{-2}
层厚度 ($\times10^{-7}$ mm)	250	90	40

三、讨 论

电弧源喷出的微粒，来自阴极弧斑中心所形成的直径为 μm 级的灼坑（火山口）。实验表明，当阴极材料熔点低，阴极表面平均温度高，则产生的微粒密度高，大直径微粒多。对

钛阴极，当气压上升后，由于弧斑变小、变多，游移速度加快，这样单个斑加热区变小，注入能量减少，斑停留时间短，即斑区加热时间缩短，阴极表面平均温度将比低气压时下降。因此喷出微粒密度将下降。

气压升高后，引起上述弧斑运动变化可能与阴极表面形成的氮化钛层（污染层）有直接关系。TiN为良导体，熔点2950K，远高于钛。高熔点金属，如钨、钼等，放电时其弧斑小而多，形成的灼坑小、浅，产生的微粒直径小。阴极表面形成的氮化钛层，尤如在表面被敷了一层高熔点材料；此外，氮化钛改变了钛阴极表面逸出功，这将严重影响阴极热一场致发射性能，也会引起弧斑运动状态变化。

有人对高真空环境下工作的冷阴极电弧喷出的等离子流用质谱及静电分析器分析表明，除电子及熔融的阴极材料形成的微粒外，主要为1至5个电荷的阴极材料正离子，中性原子数量少，能量很低。可以认为，对膜沉积率有贡献的主要为阴极形成的正离子。当气压升高后，离子与非同类及同类粒子发生电荷交换，由于离子最可能能量在数十电子伏，交换截面较大，将有效地进行电荷交换。交换后的高能中性粒子，与粒子频繁碰撞，将失去动能（冷却）和向前动量，在空间可凝聚成团。我们在实验中观察到，随压力升高，真空室内黄褐色散落物越来越明显，当压力高于1 Pa后，会形成较厚的一层。

此外，高压力下由于弧斑变小，运动速度加快，阴极平均温度将下降，由此也会引起膜沉积率下降。

四、结 论

用电弧源镀氮化钛膜时，随压力升高，膜沉积率近于直线下降；源喷出的微粒密度下降，大直径微粒减少，微粒密度减少可能与斑运动变化及阴极表面形成不同厚度氮化钛层有关；膜沉积速率下降可能与离子经电荷交换产生的高能中性粒子被散射及在空间凝结有关。

本工作曾得到范垂祯和能谱组全体同志的大力支持，对样品进行了分析，在此表示衷心感谢。