## 反应直流磁控溅射放电的电流一电压特性

胡炳森 常天海 王 滨

(兰州物理研究所)

主题词:真空镀膜、溅射、放电。

内容提要:从理论和实验上深入研究了反应直流磁控溅射放电的电流-电压特性。指出,利用 此特性可以判别反应直流磁控溅射过程中靶面状态的变化,从而达到稳定成膜工艺的目的。最后 根据结果给出了几点实验结论。

在许多工业领域中广泛采用了用真空镀膜工艺制备的化合物薄膜。例如,在光学和玻璃 工业中除采用氧化硅、氟化镁薄膜外,还采用了用氧化钛、氮化铝等新材料制备的薄膜。在电 子学和存贮工艺中不仅要用到电阻膜或透明导电膜等功能膜而且还已用氧化物或氮化物制成 扩散阻挡层、处理层、保护层以及间隔层。在通用机械工业中则用氧化物、氮化物以及碳化 物等制备硬质膜。所有这些应用均要求有很好的工艺重复性。

经过十余年的研究和开发,反应直流磁控溅射已成为物理气相沉积技术中最可取和最有 前途的一种工艺技术。它具备沉积速度快、基片温升低、膜层损伤小、致密、均匀,附着力 强、工作电压低、应用靶材广等优点。

用反应直流磁控溅射制备化合物膜的过程是纯金属或合金在反应气氛中的 溅 射 沉 积过 程。此时,两个互相牵制的参数是靶的功率密度和反应气体的流率。在一定的放电条件下, 沉积物的化学配比取决于金属粒子和反应气体原子间的碰撞比。

然而,金属粒子和反应气体间的化学反应不仅发生在基片上,而且还发生在其它有溅射 靶材凝结的表面以及靶的环状侵蚀面上。根据靶的侵蚀区的情形,即被反应产物 沉 积 的 状态,反应直流磁控溅射有两种工作模式——金属性模式和反应模式。

所以,为了制取高质量的化合物薄膜且使其工艺稳定,必须了解反应直流磁控溅射所处 的状态,即处于何种工作模式。鉴别靶面状态的方法很多,国外研究者大多利用反应气体流 量与反应气体分压所呈的"滞后曲线"来判别(如图1)。

#### 一、实验装置

如图 2 所示为本实验所用的二极平面直流磁控反应溅射系统。在阴极靶面处的磁通密度 为340×10<sup>-4</sup>T。以制备氮化钛化合物膜为例,所用钛靶的尺寸为Φ80×5,纯度为99.9%。 真空室为圆柱形容器。采用K—200型油扩散泵加2X—4旋片泵机组抽气。在加液氮冷阱的 条件下,可获得6.65×10<sup>-3</sup>Pa的高真空。溅射的工质气体是高纯氩(99.99%),反应气体 是氮(99.99%)。全压力测量采用热偶规和ZJ—10中真空电离计。为了防止阴极紧固法兰

1989年12月21日收到

的材料被溅射,阴极外壳加有一个接地屏蔽罩。溅射放电电压和放电电流分别用伏特表和安 培表指示。



(a)反应磁控溅射过程中氮分压随氮流量变化的 "滞后"曲线



图 1

(b)反应直流磁控减射过程中氮分压随氮流量 汽化的理论曲绘



1. 真空室; 2.阳极; 3. 法靶(阴极); 4. 阴极屏蔽罩; 5.绝缘子; 6.代特表; 7.直流电源; 8.安培表; 9.绝缘于; 10. 基片架; 11.ZJ-10中真空规; 12.热偶规; 13. 旁路间; 14. 机械泵(ZX-4型); 15. 前置阀; 16. 插板阀; 17. 液氮阱; 18. 油扩散泵(K-200型): 19. 氟气袋; 20.氮气袋; V1、V2: 汽空微调针阀

1812 二級平面凸流反下 磁控減射系统[]

### 二、实验结果与分析

保持磁场强度(约340×10<sup>-4</sup>T)等参数恒定。首先通过微调针阀V<sub>1</sub>向真空室 充入 反应 气体氮,使钛靶表面完全氮化即靶完全为氮化钛化合物所覆盖; 然后关掉V<sub>1</sub>,打开V<sub>2</sub>向 真 空室充入氩气,分别在P<sub>Ar</sub>为1.33×10<sup>-1</sup>Pa和6.65×10<sup>-1</sup>Pa时进行放电溅射。放电过程中通过 调节调压变压器来改变放电电压V,同时从安培表上观测放电电流I的变化,结果得到如图3 所示的电流-电压特性曲线。

图 3 表明,两条曲线都起始于一条斜率为负值的直线,但接下去的变化却各不相同, PAr为1.33×10<sup>-1</sup>Pa时,随着电压的增加,电流沿着曲线B<sub>1</sub>C<sub>1</sub>增加; PAr为6.65×10<sup>-1</sup>Pa 时,随着电压的增加,电流先是沿着B<sub>2</sub>C<sub>2</sub>增加,到C<sub>2</sub>后突然变至D<sub>2</sub>点,然后又沿着D<sub>2</sub>E<sub>2</sub> 曲线变化。

很明显,  $\Lambda_1$ 、 $\Lambda_2$ 代表着两种氩压力下放电的着火电压,  $B_1$ 、 $B_2$ 为相应的 辉 光 放电电压。但是,与一般正常辉光放电过程不同,反应磁控溅射放电过程中电流和电压的关系可用 I=KVn表示 <sup>5</sup> 。式中K是常数,n表征着电子捕集的有效度,其值的大小主 要和靶材的发射特性、阴极结构及磁场有关。据图 3 中数据可以算出: $B_1C_1$ 段, I  $\approx 6.45 \times 10^{-22}$  V<sup>7\*83</sup>;

B<sub>2</sub>C<sub>2</sub>段, I≈7.78×10<sup>-11</sup>V<sup>7\*78</sup>; D<sub>2</sub>E<sub>2</sub>段, I≈1.06×<sup>10-10</sup>V<sup>3\*75</sup>。必须注意的是,随着 放电电压的增加,这个表达式的偏差就越大。可能是因为放电电压过大,靶面上方产生的感 生电流将会降低磁场对电子的捕集作用,从而使n值减小之故。

图 3 的结果可以从反应磁控溅射的动力学 理论上得到解释。对于直流溅射,阴极放电电 流I=J<sub>i</sub>+J<sub>e</sub>。J<sub>i</sub>为A<sub>r</sub><sup>+</sup>流,J<sub>e</sub>为靶面发射的二 次电子流,且J<sub>e</sub>=γ<sub>i</sub>J<sub>i</sub>, γ<sub>i</sub>为靶面的二次电子发 射系数,纯金属钛的Yi远远小于对应氯化物的 Yi。真正对溅射作出贡 献的只 是Li。 我 们 知 道,充入氮气后,钛靶表面被完全覆盖一层氮 化物。放电开始后,这些氯化物将被溅射掉, 但是氯压力的不同决定着Ji的不同,从而也就 决定着溅射速度的不同,当氩压力较小 (1.33×10<sup>-1</sup>Pa)时 用于溅射的J非常小,溅射 速度很低,所以靶表面上的氮化物不可能被溅 射出来,基底上也不会被镀上纯净的钛膜。电压 的增加只是增加了Ar<sup>+</sup>能量,从而增加了二次 电子发射系数γ<sub>i</sub>,相应地J<sub>a</sub>和I也跟着增加。但 J.没有变化,所以靶面一直呈氮化中毒状态,



放电的伏安特性为一光滑连接的曲线B<sub>1</sub>C<sub>1</sub>。当氫压力较高(6.65×10<sup>-1</sup>Pa)时,用于溅射的 J;较大,从而溅射速度高,靶表面的氮化物逐渐被剥离掉,当电压加到某一数值时(图 3 中的 C<sub>2</sub>点),靶表面呈完全金属态。由于纯金属钛的 $\gamma_i$ 远小于其氮化物的 $\gamma_i$ ,所以J<sub>4</sub>将降低许多 倍。J<sub>4</sub>的降低一方面引起了I的降低,另一方面又引起了等离子体阻抗的增加,从而 放 电 电 压也增加,出现了C<sub>2</sub>→D<sub>2</sub>突变。至此,我们也就不难理解曲线A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>C<sub>2</sub>D<sub>2</sub>E<sub>2</sub>的形状了。

山于P<sub>Ar</sub>为1.33×10<sup>-1</sup>Pa时的Ar<sup>+</sup>流密度小于P<sub>Ar</sub>为6.65×10<sup>-1</sup>Pa帕时的Ar<sup>+</sup>流密度,所 以放电时阴阳极间的等离子体阻抗是前者大于后者。为得到同一大小的电流I,前者所需要 的电压自然高于后者,这就是曲线B<sub>1</sub>C<sub>1</sub>高于曲线A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>C<sub>2</sub>D<sub>2</sub>E<sub>2</sub>的原因。

#### 三、结 论

根据以上两种氩压力下反应直流磁控溅射放电的电压一电流特性可知,制取TiN膜的稳定工艺为。

 1.选收合适的氩压力PAr,如果PAr太小,伏安特性曲线形状将如图3中的B<sub>1</sub>C<sub>1</sub>。需要 足够大的电流和电压才会发现C<sub>2</sub>→D<sub>2</sub>突变,即靶面才会被清洗干净,这既不经济又不安全。
一般取PAr为2.66×10<sup>-1</sup>Pa。

2.每次在通入反应气体氮之前,必须对钛靶表面进行溅射清洗。清洗干净的标志从实验仪器上反映是安培表指示突然下降,伏特表指示突然上升(即图3中的C₂→D₂突变)。

3 充入适量的反应气体氮(根据需要确定量的大小)后,维持放电 5 min 左右,发现安培表读数 I 和伏特表读数 V 确实没有变化,然后才打开挡板沉积薄膜。

保持参数Pb(本底真空度)、PAr、I、V及沉积时间T一致,制取的TiN膜的性能很稳

9

# 多层绝热出气特性的研究

邵敦荣 邵皓平 郑建耀

(浙江大学低温研究室)

主题词: 多层绝热、出气。

内容提要: 多层绝热体内吸附及溶解的气体要求在较短时间内释放排除,使残余气体的压力低于1.3×10<sup>-2</sup>Pa,以保证总传热量中气体传热尽可能减小。为此要求在多层绝热的抽真空过程 中能保持尽可能大的放气率。着重介绍了放气率的测量装置以及分析讨论了影响多层绝热放气的 各种因素。

多层绝热是低温绝热最有效的绝热形式。许多科学家广泛研究如何减少多层 绝 热 中 固 体、导热、辐射传热及气体导热的理论和实践问题。为减少气体导热,本文着重研究了多层 绝热的出气特性的若干问题。

要减少气体导热,应尽可能降低其压力,经计算得出,当压力低于10<sup>-2</sup>Pa时,多层绝热体内气体导热已远比其它两项导热小,可以忽略不计。因此我们往往控制多层绝热的真空度在10<sup>-2</sup>Pa以上,此时气体分子属自由分子流状态。

多层绝热体内要达到10<sup>-2</sup>Pa压力,特别是近百层多层材料组成的绝热体内要达到这样的 真空度并不是一件十分容易的事。要抽走这些多层材料内部吸收的气体会比抽走自由空间中 气体难得多。我们研究工作着重点就是放在如何加速制造加工时多层材料出气,以减少实际 使用时多层材料放气率。这是一项提高多层绝热性能,延长低温设备使用寿命,节约制造加 工工时的具有实际意义的工作。

#### 一、测量装置及程序

我们选用了图1所示的测量装置,其中序号1代表样品;2代表样品室,由不锈钢加工 而成;3代表四极分压力计,选用QJS—100型分压力计;4、6代表测压力用规管,选用热 偶及电离规;5代表恒定流导的圆柱毛细管;7是无油球阀;V<sub>1</sub>、V<sub>2</sub>、V<sub>3</sub>都是截止阀;T 代表温度计,用来测量样品温度;H是加热或冷却器,用来调节样品温度。整套装置除样品 室,四极分压力计之外都由玻璃烧结而成。

1989年12月25日收到。本课题得到浙江大学科学发展基金资助。

定(这已为实验结果所证实,可以参阅本人的硕士毕业论文)。P<sub>b</sub>、P<sub>Ar</sub>、T容易控制,但 要保持 I、V值每次一致,必须使靶面每次被清洗干净,即必须出现C<sub>2</sub>→D<sub>2</sub>突变。这也正是 本文已解决的问题。

尽管本文是以钛靶为例进行研究的,但其结果适用于几乎一切金属靶材。不同的靶材, 伏安特性曲线形状相似,但C₂→D₂突变出现时的电流和电压值不同。

本工作得到304组部分同志的热情帮助,在此一并致以谢意。

10