

离子束溅射铂膜沉积速率的温度效应

邵建达 范正修 王润文

(中国科学院上海光机所, 上海 201800)

提要 实验研究了离子束溅射铂膜的沉积速率与溅射功率、基片温度之间的关系。结果表明基片温度对沉积速率有明显的影响, 沉积速率随基片温度的上升而增大。利用吸附理论对此现象进行了探讨。

关键词 离子束溅射沉积, 铂膜, 沉积速率

1 引言

离子束溅射(IBM)沉积工艺, 是用离子束(Ar^+)轰击靶材, 使靶材粒子从靶的表面逸出, 形成蒸气流, 沉积到基片上形成薄膜^[1]。它与热蒸发相比, 具有溅射所得的粒子能量较高, 成膜质量好等优点。而且由于其薄膜的沉积速率可以控制到较慢的状态, 易于监控整个沉积过程, 这使得它在薄膜的许多基础研究中, 诸如岛状态生长、低损耗薄膜的沉积等研究中, 以及在优质超薄膜的沉积中成为一个十分理想的成膜手段。

在薄膜的成膜过程中, 影响薄膜最终的结构与物理特性的因素很多^[2], 其中基片温度的变化也是一个重要因素。基片温度的变化影响薄膜的最终结构特性, 是与薄膜的沉积过程中的沉积速率息息相关的。而铂这种材料由于是呈二维生长^[3], 这意味着在铂膜的最初生长阶段的岛状生长时, 这些小岛在岛的高度(膜厚)与岛的平面面积是成线性关系的, 所以在制备超薄膜的过程中, 这种材料有十分有利的条件。本文作为研究铂膜岛状生长研究的一部分, 首先研究了离子束沉积铂膜时沉积速率与基片温度之间的关系。其结果表明基片温度对沉积速率有明显的影响, 在沉积功率参数较高的情况下, 随基片温度的上升而增大; 但在沉积功率参数较低时, 其沉积速率有微小的波动。这些结果显示离子束溅射与蒸发沉积有着不同的沉积机理。

2 实验过程

图1是离子束溅射镀膜的真空中结构示意图, 所有的操作均由计算机完成。真空中安装一个离子束枪。离子束以约 60° 的入射角轰击靶材的表面, 基片则位于靶材表面的正上方, 以避免离子枪束的镜向反射位置, 以尽量避免二次电子等可能带来的影响。靶体使用了旋转结构, 调节正反两面的不同靶材, 可以用来溅射多层膜。

离子枪采用鞍形场(saddle field)型离子枪, 工作气体是氩气, 枪体采用水冷。靶与基片之间

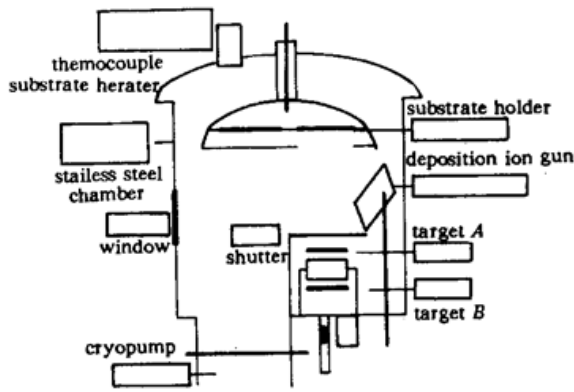


Fig. 1 Schematic diagram of the IBS system

设置一挡板,挡板由步进电机控制,沉积过程的开始与结束由挡板的启合为标志。

沉积时的本底真空为 5.32×10^{-5} Pa, 溅射过程中的 Ar 气压力为 0.133 Pa。

实验表明靶材在溅射一段时间后,在同样的沉积工艺条件下,由于靶材面形的改变,其溅射速率有一微小的变化。故在实验中的靶是可以转动的,以减少由于上述原因带来的速率变化。靶材采用纯度为 99.99% 的纯铂。

基底采用 K9 玻璃,其清洗采用超声波化学清洗

法。基底的加热采用电阻加热与热电耦测量。

沉积速率是由测得的厚度除以时间来确定的。厚度的测量采用 Talystep 台阶仪,该仪器标定的纵向分辨率为 0.5 nm。

3 实验结果

实验中测得的沉积速率,在每个温度下进行了二组不同的离子束沉积功率工艺参数的测量。这二组工艺参数分别为 $V_d = 2$ kV, $I_d = 200$ mA 与 $V_d = 1$ kV, $I_d = 100$ mA。图 2 是室温时的结果,对第一组参数的样品,共获 6 个点。对第二组参数,共获三个点。由这些点获得的拟合直线,其斜率即为沉积速率。

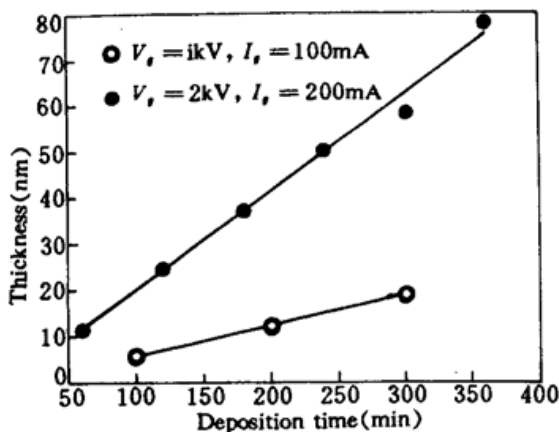


Fig. 2 Deposition rates of IBS Pt films deposited on K9 glass at room temperature with two sets of deposition parameters, $V_d = 1$ kV and $I_d = 100$ mA and $V_d = 2$ kV and $I_d = 200$ mA respectively. The rates are determined as the slope of the fitted lines

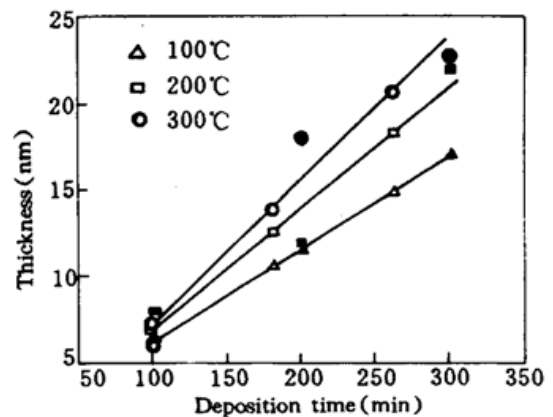


Fig. 3 Deposition rates of IBS Pt films deposited on K9 glass at temperature 100 °C, 200 °C and 300 °C respectively with $V_d = 1$ kV and $I_d = 100$ mA. The rates are determined as the slope of the fitted lines. Open symbols are the fit points of the corresponding full symbols (measured points)

在非室温基片沉积速率的测量中,对沉积参数为 $V_d = 2$ kV, $I_d = 200$ mA 的三种温度情况,其沉积速率仅由一点确定,即沉积了 20 min 时间后测得膜厚,膜厚与时间之比即被确定为沉积速率。但在沉积参数为 $V_d = 1$ kV, $I_d = 100$ mA 的情况下,仍由多点来获得。

图 3 是沉积参数为 $V_s = 1 \text{ kV}$, $I_s = 100 \text{ mA}$, 基片温度分别是 100, 200 与 300 °C 时的沉积速率测量结果。

从测得的结果来看, IBS 系统的沉积速率, 在两种不同的沉积能量工艺参数下, 当基片温度为室温及在 100 °C 左右, 均与沉积时间成良好的线性关系, 这是 IBS 沉积工艺的一个主要优点, 可以利用这个线性关系和较慢的速率实现薄膜厚度的精确控制。但在高温情况下, 发现其线性关系并不十分确定。如图 3 上的 200 °C 与 300 °C 的测量点十分明显地偏离了图中的拟合直线, 尤其是在高温 (300 °C) 时更甚, 这里可能存在有测量误差的原因, 但厚度测量误差本文认为不可能导致如此大的偏差。分析其中的原因, 不能排除在基片温度达到一定值后, 其生长的特性会发生不同于较低温度时的变化。也就是说其沉积速率与时间将不再是线性函数关系。在文献[4]中已给出了铂膜在 C 基底上的最初生长阶段, 即使在室温状态下, 其厚度与沉积时间是呈非线性关系的实验依据, 本文认为这种非线性关系在高温状态下, 可能将延续至整个薄膜的沉积过程, 其精确的分析有待细致的实验。这样本文利用厚度与沉积时间的比率来确定沉积速率有相当的误差存在, 在高温下如何来实时监控沉积速率是将来工作的一个方面。在没有更好的测试手段的情况下, 本文仍将时间平均的速率作为讨论的基础。

图 4 给出了基片温度与铂膜沉积速率之间的关系曲线。从图上可以发现, 在 $V_s = 2 \text{ kV}$, $I_s = 200 \text{ mA}$ 的沉积工艺参数下, 沉积速率是随基片温度的上升而增大。但对 $V_s = 1 \text{ kV}$, $I_s = 100 \text{ mA}$ 的功率工艺参数下, 沉积速率先是下降 (室温至 100 °C), 然后再上升的, 但大的沉积功率工艺参数对应于大的沉积速率。

表 1 则是在二组不同的沉积功率工艺参数下, 在不同基片温度下获得的沉积速率的具体数据。

Table 1 The measured values of deposition rate of IBS Pt films deposited on K9 glass at different temperatures and with different deposition parameters V_s and I_s

T_s (°C)	V_s (kV)	I_s (mA)	Deposition rate (nm/min)
22	2	200	0.210
	1	100	0.063
100	2	200	0.250
	1	100	0.056
200	2	200	0.283
	1	100	0.070
300	2	200	0.292
	1	100	0.080

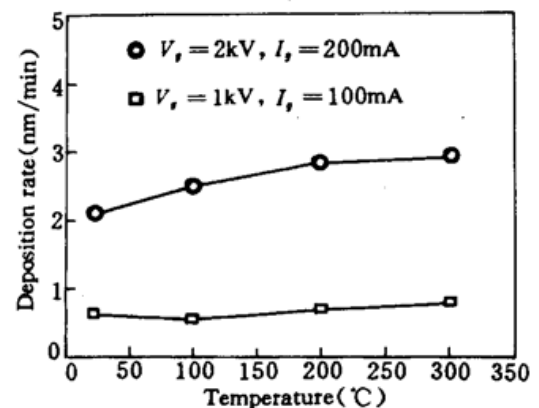


Fig. 4 The deposition rate of Pt films versus substrate temperature. Graphs are shown for sputtering parameters (V_s , I_s) of (2 kV, 200 mA) and (1 kV, 100 mA) respectively

4 讨 论

众所周知, 在热蒸发与电子束的沉积过程中, 由于基底温度的上升导致反蒸发几率的上升, 其沉积速率是随基片温度上升而下降的。而本文的实验结果则显示了离子束溅射沉积过程的完全不同的现象, 这个现象就本文作者所知, 迄今未能发现明确的理论阐述。本文认为可以

利用沉积过程的物理与化学吸附理论来定性地进行分析。

薄膜的沉积过程是吸附周围沉积材料的蒸发粒子或溅射粒子的过程。吸附的发生是由于固体表面和存在于气体或蒸气分子周围的力场之间相互作用的结果。吸附可以这样分类:如果仅包含范德瓦尔斯力,则为物理吸附;如果同时也发生电子的参与和交换则为化学吸附。物理吸附分子的吸附能量为 0.1 eV 至 0.5 eV,化学吸附能量为 1 eV 至 10 eV。而蒸发粒子所具有的热能一般在 0.1 eV 至 0.2 eV 之间,溅射粒子所具有的动能则为 1 eV 至 10 eV 之间。显而易见,在这两种沉积过程中,热蒸发粒子对应的沉积过程主要将是物理吸附所引起的一个吸附过程;而溅射粒子的高能量,有可能打破基片表面的化学键,而引起一定范围的化学键重组,其对应的沉积过程将主要是由化学吸附引起的一个吸附过程,作为一种假设,这一结论还有待于其它诸如俄歇电子谱、X 射线能谱分析等结果的证实。由此,非激活的物理吸附在各种温度下都能进行,但由于其吸附力是较小的范德瓦尔斯力,一旦基片的温度上升导致某些吸附粒子的动能超出束缚能,反蒸发过程就不可避免地产生,这就是热蒸发的沉积速率一般随基片温度上升而下降的原因。而化学吸附跟其它化学反应一样,通常是一种激活过程,以有限的速率进行着,该速率随温度的升高而增加。这就是溅射沉积速率随基片温度的增加而上升的原因,也是离子束溅射的沉积速率一般较小的原因所在。

更详细地了解基片温度的变化可能给薄膜的生长带来的影响,将结合如电导率测量、高分辨率透射电镜的具体形貌观测等其它各种手段进行分析。

参 考 文 献

- 1 J. M. E. Harper. *Thin Film Processes*. J. L. Vossen *et al.*. New York: Academic press, 1978. 175
- 2 K. L. Chopra. *Thin Film Phenomena*. New York: McGraw-Hill Company, 1969. 137
- 3 Shi Xu, B. L. Evans. Nucleation and growth of ion beam sputtering metal films. *J. Mater. Sci.*, 1994, 27 : 3108
- 4 B. L. Evans, Shi Xu. The nucleation and growth of thin films. *SPIE*, 1990, 1324 : 90

Deposition Rate of IBS Deposited Pt Films at Different Substrate Temperatures

Shao Jianda Fan Zhengxiu Wang Runwen

(*Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800*)

Abstract The investigation of the paper includes the measurements of the deposition rate of Pt films deposited by ion-beam sputtering at different deposition parameters and temperatures. It was found that deposition rate increases with the increase of the substrate temperature. Using the physical and chemical adsorption theory, we discussed this phenomenon.

Key words Ion-beam sputtering, Pt films, deposition rate