

EBSD 研究高纯金溅射靶材的微观组织与织构

阳岸恒, 朱 勇, 邓志明, 谢宏潮, 张国全, 吴 霏
(贵研铂业股份有限公司 稀贵金属综合利用新技术国家重点实验室, 昆明 650106)

摘 要: 溅射靶材的微观组织均匀性、晶粒尺寸大小及晶粒取向分布对溅射性能有着直接的影响。采用电子背散射衍射(EBSD)技术对制备的高纯 Au 溅射靶材不同区域的微观组织、织构组分和晶界取向差进行了研究。结果表明, 高纯金靶材整体晶粒尺寸分布均匀, 平均尺寸 192.5 nm, 边沿及中心晶界取向差分布比较相似, 组织均匀性良好, 对溅射高质量薄膜十分有利。

关键词: 金属材料; 高纯金; 溅射靶材; 电子背散射衍射; 取向差; 织构

中图分类号: TG146.3⁺1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-0676(2014)03-0045-04

Investigation on Microstructure and Texture in High Pure Gold Sputtering Targets by EBSD

YANG Anheng, ZHU Yong, DENG Zhiming, XIE Hongchao, ZHANG Guoquan, WU Fei
(State Key Laboratory of Advanced Technologies for Comprehensive Utilization of Platinum Metals,
Sino-Platinum Metals Co. Ltd., Kunming 650106, China)

Abstract: The function of sputtering targets is directly affected by the homogeneity of microstructure, grain size and orientation distribution. The microstructure and texture in the different regions of high pure gold sputtering targets is analyzed by EBSD. According to studying result, the grain size and microstructure of the prepared target is uniform, average grain size is 192.5 nm. The misorientation distribution of edge and center in gold target is quite similar. All of these are beneficial for high quality sputtered film.

Key words: metal materials; high-purity gold; sputtering targets; EBSD; misorientation; texture

随着集成电路芯片特征尺寸不断缩小, 晶圆的尺寸逐步加大, 为了保证薄膜质量及成品率, 溅射靶材朝着高纯度、晶粒细化、组织结构均匀化、大型化的方向发展。研究^[1]表明, 晶粒尺寸和取向对靶材的性能有很大影响, 主要表现在: ① 随着晶粒尺寸的增大, 薄膜沉积速率趋于降低; ② 在一定的晶粒尺寸范围内, 晶粒取向越一致越好, 薄膜沉积速率高和薄膜厚度均匀性好; ③ 当靶材晶粒尺寸超过合适的晶粒尺寸范围时, 必须严格控制靶材的晶粒取向。因此, 对于靶材的晶粒取向、晶粒尺寸等的微观结构分析就显得尤为重要。

相对来说, X射线衍射对靶材晶粒取向的测定得到的是较为宏观信息, 而电子背散射衍射(EBSD)

技术是进行快速而准确的晶体取向测量和相鉴定的强有力的分析工具, 可给出靶材微区均匀程度、晶粒尺寸及分布、晶粒取向分带等, 广泛的应用于晶体取向, 微织构分析, 相鉴定, 真实晶粒尺寸测量, 微区应变分析等领域^[2-4]。本文采用EBSD技术对高纯金靶材的微观结构, 特别是晶粒取向和晶粒尺寸分别进行了研究。

1 实验

采用 5 N 高纯海绵金通过中频熔炼浇铸、大塑性变形多向冷轧、精密机加工得到靶材后, 取样进行表面机械磨抛后, 采用电解抛光的方法去除样品

收稿日期: 2013-10-30

基金项目: 国家科技支撑计划(2012BAE06B05)。

第一作者: 阳岸恒, 男, 工程师, 研究方向: 金基蒸发材料的生产与研发。Email: yanganheng@sina.com

表面应力层,制得实验样品。采用 EDAX 公司 EDS-EBSD 一体化系统进行 EBSD 实验。

在放大倍数为 10000 倍的条件下,选择高纯金靶材边沿及中心部分表面 $38\text{ }\mu\text{m}\times 7\text{ }\mu\text{m}$ 大小的分析区域,步长为 $0.02\text{ }\mu\text{m}$ 进行 EBSD 扫描。所有扫描区域经 EBSD 系统采集数据后,用 TSL OIM Analysis 软件进行数据处理获得组织重构图。

通过 EBSD 可以获得试样每一点的取向信息,从而得出不同点或区域的取向差异信息,同种晶粒间的取向关系用取向差表示,使用 EDAX TSL OIM Analysis 分析统计时定义取向差角度在 $2^{\circ}\sim 15^{\circ}$ 之间

的为小角度晶界,获得样品的晶界取向差分布图。

2 结果与讨论

2.1 微观组织重构分析

TSL OIM Analysis 软件处理后得到的组织重构图如图 1 所示,可以看出,2 个样品晶粒均由细小的等轴晶粒组成,大部分晶粒尺寸约 $100\sim 200\text{ nm}$,2 种样品内部均存在部分晶粒尺寸明显偏大的晶粒,约在 $300\sim 500\text{ nm}$ 。

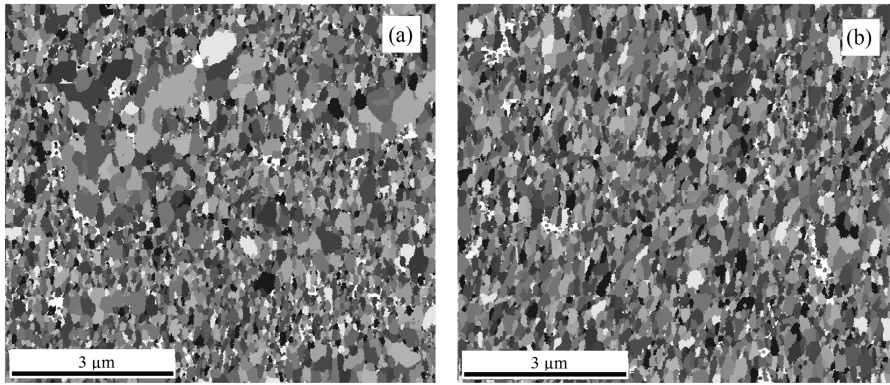


图 1 金靶材的边沿(a)和中心(b)的晶粒重构图
Fig.1 The grain boundary maps of edge (a) and center (b) in gold target

图 2 为样品的晶粒柱状分布图,计算得到的金靶材平均晶粒尺寸列于表 1。经软件分析统计,边沿及中心部分的平均晶粒尺寸(直径)分别为 206 和 179 nm,靶材中心及边沿晶粒尺寸标准偏差基本一

样,表明靶材整体晶粒尺寸达到亚微米级并且分布均匀,有利于提高溅射速率,得到厚度分布均匀的薄膜。

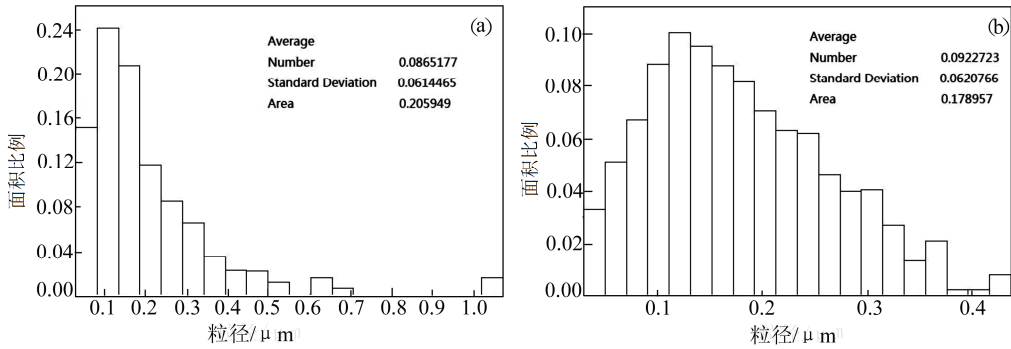


图 2 金靶材的边沿(a)和中心(b)晶粒分布柱状图
Fig.2 The figures of grain size distribution of edge (a) and center (b) in gold target

表 1 金靶材晶粒尺寸

Tab.1 Grain sizes of gold target		
试样区域	平均晶粒尺寸/nm	标准偏差/nm
边沿	206	61
中心	179	62
整体	192.5	—

2.2 取向差分析

图 3 为高纯金靶材边沿和中心部分晶界取向差分布图。可以看出，溅射靶材边沿和中心部分的取向差角度分布范围较广，取向差峰值在 45°附近，大量晶粒的取向差值为 30°至 60°之间，样品存在少

量的小角度晶界，边沿及中心部分小角度晶界分别为 17%、13%。这是由于高纯金再结晶温度较低，在大塑性变形多向冷轧后，靶材内部晶粒尺寸达到亚微米级，大量的滑移线及亚结构在晶粒内部堆积，晶粒内部出现取向差，形成小角度晶界，但晶粒破碎后成为大量形核核心，并且畸变能较高，处于热力学的不稳定状态，在轧制过程中微观组织同时发生了再结晶转变，塑性变形储存能释放，引发晶界迁移，小角度晶界逐步转为等轴再结晶晶粒大角度晶界。2 个不同区域晶界取向差分布的总体趋势相同，取向差角度分布比较相似，显示靶材边沿和中心部分取向差角度分布均匀性良好。

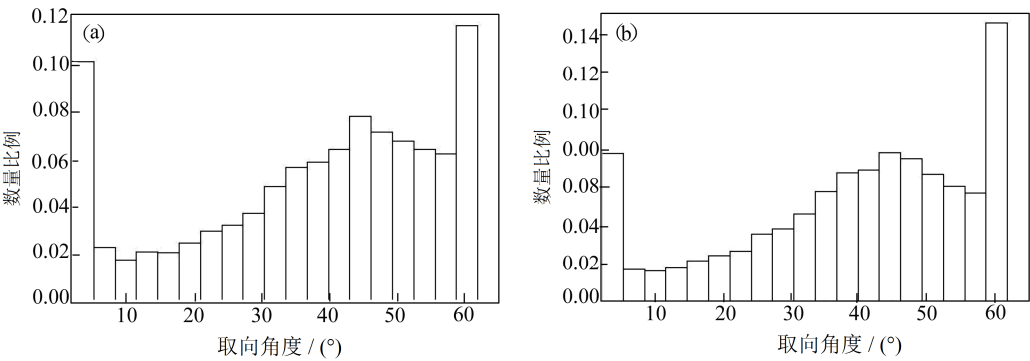


图 3 金靶材边沿(a)和中心(b)的晶界取向差分布图

Fig.3 The misorientation distribution of edge (a) and center (b) in gold target

2.3 织构分析

金是面心立方的金属，层错能较高，位错比较容易进行交滑移，一般轧制后具有{110}+{112}的织

构^[5]。图 4 为样品的反极图。

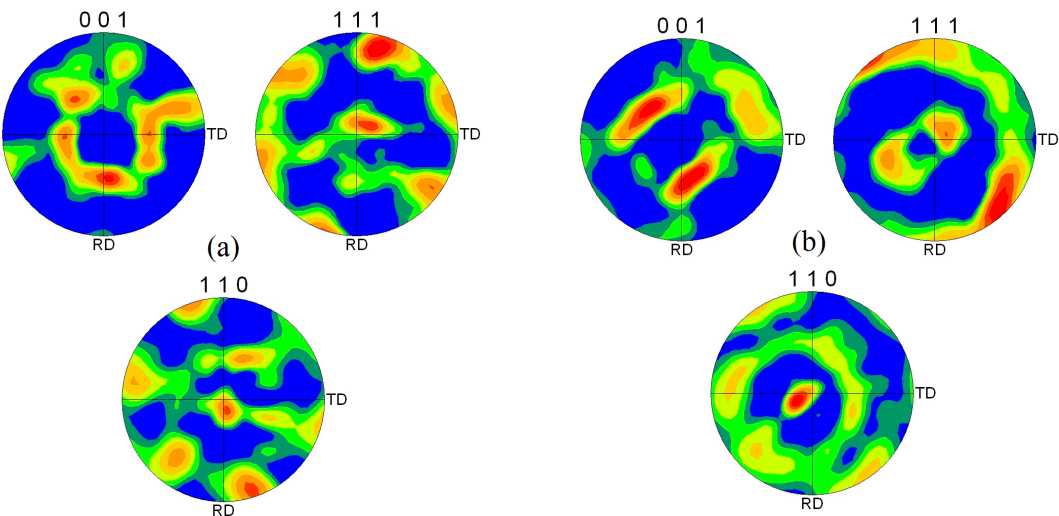


图 4 金靶材的边沿(a)和中心(b)的极图

Fig.4 The pole figures of edge (a) and center (b) in gold target

从图 4 可以看出, 2 个样品均存在微弱的织构。根据分析可知, 图 4(a)主织构为 $\{110\}<\bar{2}21>$, 密度值为 3.0, 次织构为 $\{110\}<001>$, 密度值为 2.5; 图 4(b)样品中主织构为 $\{110\}<\bar{1}10>$, 密度值为 3.2, 次织构为 $\{110\}<\bar{1}11>$, 密度值为 1.9。边沿和中心的织构取向含量都极为接近, 各组分的含量差异仅为 12%左右, 总体来看, 边沿和中心的织构组分比较相似, 表明溅射面的织构比较均匀。

3 结论

本文采用 EBSD 分析技术, 对高纯金靶材的微观组织特点、织构及晶粒取向差分布进行了初步研究, 通过分析得到结论:

(1) 大塑性冷变形法所制备高纯金靶材平均晶粒尺寸为 192.5 nm, 尺寸标准偏差较小, 靶材整体晶粒尺寸分布均匀, 边沿及中心晶界取向差分布比较相似; 多向轧制可以大大消除了某一方向上的变形织构, 高纯金靶材边沿及中心部分仅存在微弱织构, 边沿和中心的织构取向含量都极为接近, 总体来看, 靶材的织构比较均匀, 靶材整体组织均匀性良好, 对溅射高质量薄膜十分有利。

(2) 研究表明, EBSD 技术是检测和分析溅射靶材的微观组织均匀性、织构组分和晶粒取向差分

布的有效手段, 可为靶材的微观组织和织构变化的表征分析提供技术支持。

参考文献:

- [1] Fukuyo Hideaki, Sawamura Iehiroh, Okabe Takeo. Aluminum or aluminum alloy sputtering target: European, EP 0, 853,136A1[P]. 1997-07-02.
- [2] 杨平. 电子背散射衍射技术及其应用[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2007.
- [3] 陈绍楷, 李晴宇, 苗壮, 等. 电子背散射衍射(EBSD)及其在材料研究中的应用[J]. 稀有金属材料与工程, 2006, 35(3): 500-504.
Chen S, Li Q, Miao Z, et al. EBSD and its applications in materials research[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2006, 35(3): 500-504.
- [4] 刘庆. 电子背散射衍射技术及其在材料科学中的应用[J]. 中国体视学与图像分析, 2006, 10(4): 205-210.
Liu Q. EBSD technique and its applications in materials science[J]. Chinese Journal of Stereology and Image Analysis, 2006, 10(4): 205-210.
- [5] 毛卫民. 金属材料的晶体学织构与各向异性[M]. 北京: 科学出版社, 2002.