

磁控溅射后的铂靶表面形貌分析

李思懿, 闻 明*, 管伟明, 沈 月, 王传军

(昆明贵金属研究所 云南贵金属实验室有限公司, 昆明 650106)

摘 要: 通过分析磁控溅射沉积镀膜后的靶材表面形貌及金相组织, 探究了磁控溅射过程中靶材表面的变化趋势。采用场发射扫描电镜观察了磁控溅射后铂靶材表面形貌, 采用共聚焦显微镜观察了靶材金相组织。结果表明, 靶材的溅射表面形貌呈现规律性变化。靶材中心部位因靶原子反向沉积(反溅)而呈现松散的团簇状聚集形貌; 在靶材溅射刻蚀程度较高的部位则呈现明显的凹凸不平状态; 随溅射刻蚀程度逐渐降低, 靶材边缘处呈现较为平缓的凹凸形貌。此外, 靶材溅射面因获得入射离子的部分能量而造成局部升温, 晶粒再结晶生长, 导致靶材溅射表面的晶粒尺寸要大于靶材芯部。
关键词: 金属材料; 磁控溅射; 铂靶材; 表面形貌; 晶粒

中图分类号: TG146.3⁺¹ 文献标识码: A 文章编号: 1004-0676(2022)04-0019-05

Surface morphology analysis of platinum targets during magnetron sputtering

LI Si-xie, WEN Ming*, GUAN Wei-ming, SHEN Yue, WANG Chuan-jun

(Kunming Institute of Precious Metals, Yunnan Precious Metals Laboratory Co. Ltd., Kunming 650106, China)

Abstract: By using field emission scanning electron microscope and confocal microscope, the changes in the surface morphology and metallographic structure of the platinum targets during magnetron sputtering were investigated. The results showed that the sputtering surface morphology varied regularly. The central part of the target presented a loose cluster-like aggregation due to the redeposition of platinum atoms. For the part with a high degree of sputtering of the target, obvious uneven morphology was observed. With the gradual reduce in degree of sputtering, the edge of the target displayed a relatively gentle concave-convex morphology. In addition, local temperatures in the sputtering surface rose because of the energy of the incident ions, leading to the recrystallization and growth of grains. As a result, the grain size of sputtering surface was larger than that of the target core.

Key words: metallic materials; magnetron sputtering; platinum target; surface morphology; crystalline grain

磁控溅射是一种常用的物理气相沉积(PVD)镀膜方法, 具有高速、低温、低损伤的特点。随着对磁控溅射技术的研究不断深入, 人们逐渐发展了脉冲溅射及中频溅射等技术^[1-2]改进传统磁控溅射技术中存在的不足, 如反应磁控溅射过程中出现的阳极消失、阴极中毒及放电打弧等现象导致溅射过程难以控制等问题^[3-4]。如今, 磁控溅射技术已成为薄膜制备领域最重要的镀膜方法之一^[5-7]。磁控溅射技术在工业生产和科学研究领域均得到广泛应用, 如

在现代机械加工领域, 利用磁控溅射技术在工件表面镀制功能膜、超硬膜等^[8-9]; 在光学领域, 利用磁控溅射技术制备增透膜、低辐射膜、隔热膜等^[10-11]; 在微电子领域^[12]和磁记录领域^[13]磁控溅射技术也发挥着重要作用。磁控溅射技术中, 提高靶材利用率一直是研究重点。磁控溅射系统的靶阴极具有特殊的磁场结构, 利用磁场对带电粒子的约束, 增加离子密度和能量来提高溅射效率, 但外加磁场的同时由于磁力线分布的不均匀性就使得溅射区域集中

收稿日期: 2022-02-07

基金项目: 云南贵金属实验室科技计划(YPML-2022050217); 云南省科技计划项目中央引导地方科技发展资金计划(202207AA110009); 国家重点研发计划(2017YFB0305503); 云南省国际合作计划(2014IA037); 云南省创新团队项目(2019HC024)

第一作者: 李思懿, 女, 硕士, 助理工程师。研究方向: 稀贵金属靶材及薄膜。E-mail: lisixie@ipm.com.cn

通信作者: 闻 明, 男, 博士, 研究员。研究方向: 稀贵金属靶材、表面改性。E-mail: wen@ipm.com.cn

于靶面的局部区域^[4],造成平面型靶材表面非均匀性消耗,这极大地限制了靶材利用率提高。

对靶溅射后的表面形貌及结构进行分析,明确溅射时靶材表面形貌的变化趋势,对理解靶材溅射过程,提高靶材的利用率具有重要意义。本文通过观察磁控溅射后的铂靶表面不同部位的形貌及结构变化,探讨溅射后靶材表面形貌及结构的演变规律。

1 实验

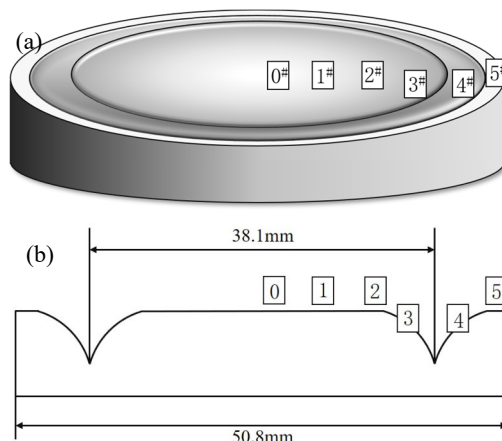
1.1 实验材料

采用纯度(质量分数)为 99.99% 的铂做为原料,制成直径 50.8 mm,厚度 2.5 mm 的铂溅射靶材。

1.2 实验及测试方法

利用磁控溅射沉积系统(沈阳科仪,TRP-450)进行直流(DC)磁控溅射镀膜。溅射参数为:溅射功率 200 W,溅射气压 4 Pa,放电气体为高纯(体积分数 $\geq 99.999\%$)氩气,总溅射时长为 240 min。溅射后的铂靶材溅射面形貌示意图如图 1 所示。为便于后续实验分析说明,从靶材中心向边缘方向依次划定区域,标记编号。其中 0#、1#为靶材中心区域,2#、3#、4#为靶材环形溅射区域,5#为靶材溅射边缘区域。

采用场发射扫描电镜(FEI, Versa3D)对镀膜后的铂靶材溅射面刻蚀形貌进行观察;采用共聚焦显微镜(Carl Zeiss, Smartproof 5)对镀膜后靶材溅射面的金相组织进行观察。



(a). 立体图(Stereogram); (b). 截面图(Sectional view)

图 1 铂靶材溅射形貌示意图

Fig.1 Schematic diagram of the sputtering morphology of platinum target

2 结果与讨论

2.1 刻蚀形貌

溅射后的铂靶表面有一环状刻蚀槽,该刻蚀槽最深处终将发展为靶材击穿部位。因此,这一环状刻蚀槽直接决定了靶材的利用率。从图 1(b)溅射后靶材的溅射截面图可以看出该刻蚀槽最深处是以靶材中心为圆心,直径为 38.1 mm 的圆环。铂靶材溅射后的不同部位表面的扫描电镜图像如图 2 所示。

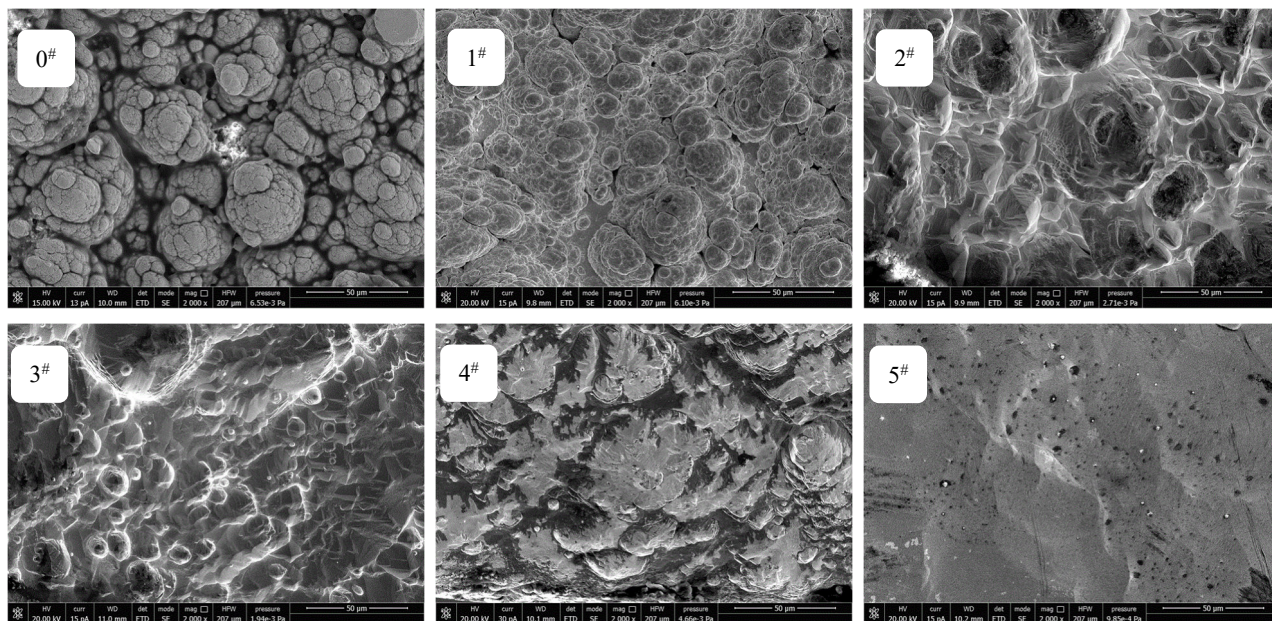
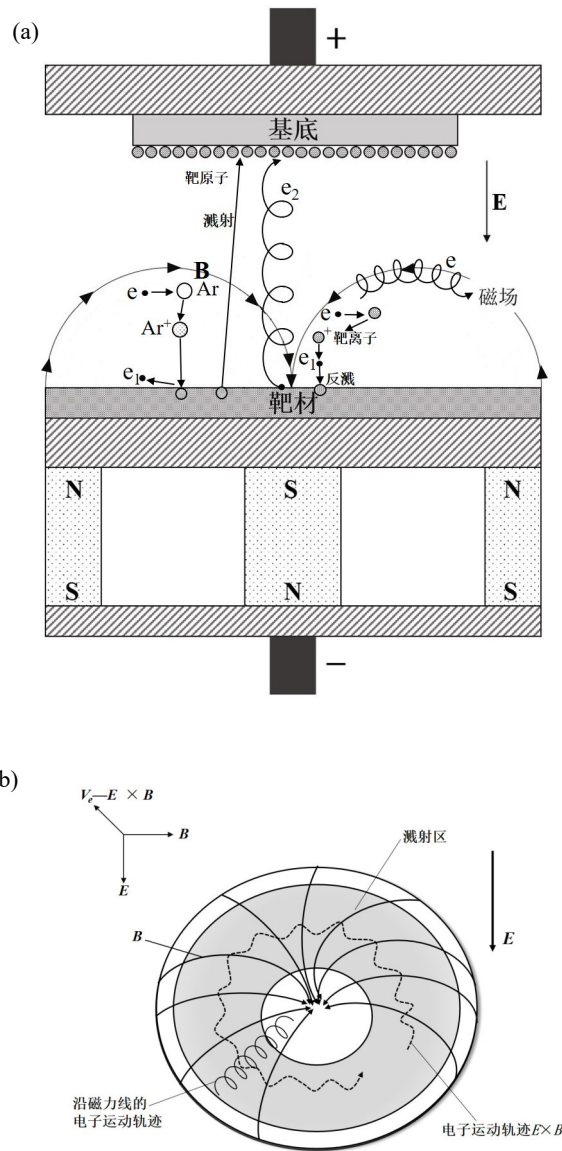


图 2 铂靶材溅射面不同区域扫描电镜图像

Fig.2 SEM images of the sputtering surface of platinum target

从图2可看出,在靶材中心部位(0#和1#)有分布较为均匀的松散的团簇状结构。这是由溅射出的靶原子重新反向沉积在靶表面形成的,通常被称为反溅。在靶材环状溅射区域(2#~4#),靶材表面受氩离子轰击最为剧烈,因此表面呈现较为明显的凹凸不平状形貌,该形貌为典型溅射形貌,与靶材表面晶粒结构对应一致。当过渡到靶材边缘区域5#后,溅射面的形貌有逐渐平缓的趋势。

图3为磁控溅射原理图,图3(a)显示了磁控溅射镀膜过程原理。磁控溅射时,靶表面的原子一部分会被溅射沉积到阳极基片上。此外,还可能:一、被散射回阴极;二、被电子或亚稳态原子碰撞电离,产生的靶离子在电场作用下加速返回阴极^[15]。这些离子在阴极靶面上又被二次电子中和成为原子,最终造成靶原子重新反向沉积在阴极靶表面上,这是反溅的过程。磁控溅射过程中,溅射与反溅射两个过程将持续进行。磁控溅射源的特殊结构设置是靶材中心区、环状溅射区及靶材边缘处的溅射表面形貌具有显著差异的根本原因。在靶材中心区,带电粒子在磁场和电场作用下做匀加速直线运动,且由于电子密度较低,离子碰撞靶面溅射效率较其他部位更低,因此,该部位反溅过程占主导,反溅返回阴极靶表面的原子经不断堆积就形成了均匀且松散的团簇状结构。在环状溅射区内,碰撞产生的二次电子向 $E(\text{电场}) \times B(\text{磁场})$ 所指的方向漂移,被束缚于靶表面的特定等离子体区域内并以螺旋形的形式做圆周运动(图3(b))。这一环状区域内靶表面被荷能离子轰击溅射效率较高,其表面形貌以典型的溅射形貌为主,且溅射出的凹凸不平形貌与靶材表面晶粒结构对应。该区域内最终形成溅射刻蚀最深处的凹槽(直径38.1mm圆形),决定了溅射靶材的利用效率。在靶材边缘处同样会发生溅射与反溅过程,但因电子密度较低,溅射速率与反溅射沉积速率均较低,因此靶材表面形貌既没有明显的反溅聚集堆积形貌,溅射的凹凸不平状形貌也较为平缓。由此可知,磁控溅射后靶材表面各部位受磁控溅射源结构分布影响,溅射与反溅速率不完全一致,造成溅射后靶材表面形貌呈现出较大差异。在实际溅射过程中,为提高溅射靶材的利用率,可对磁控溅射源的磁场与电场结构进行特殊设计,增大靶表面束缚二次电子的等离子体区域面积,增加氩离子与靶材表面的碰撞机率。



(a). 磁控溅射镀膜系统结构示意图

(Schematic diagram of the magnetron sputtering system structure);

(b). 靶面磁场及电场示意图

(Schematic diagram of the magnetic field and electric field on target surface)

图3 磁控溅射原理图^[14-15]

Fig.3 Schematic diagram of the magnetron sputtering^[14-15]

2.2 金相结构

进一步观察了靶材在溅射后的金相组织,结果如图4所示。将铂靶溅射表面的晶粒尺寸与对应区域靶材芯部的晶粒尺寸进行了对比,结果列于表1。

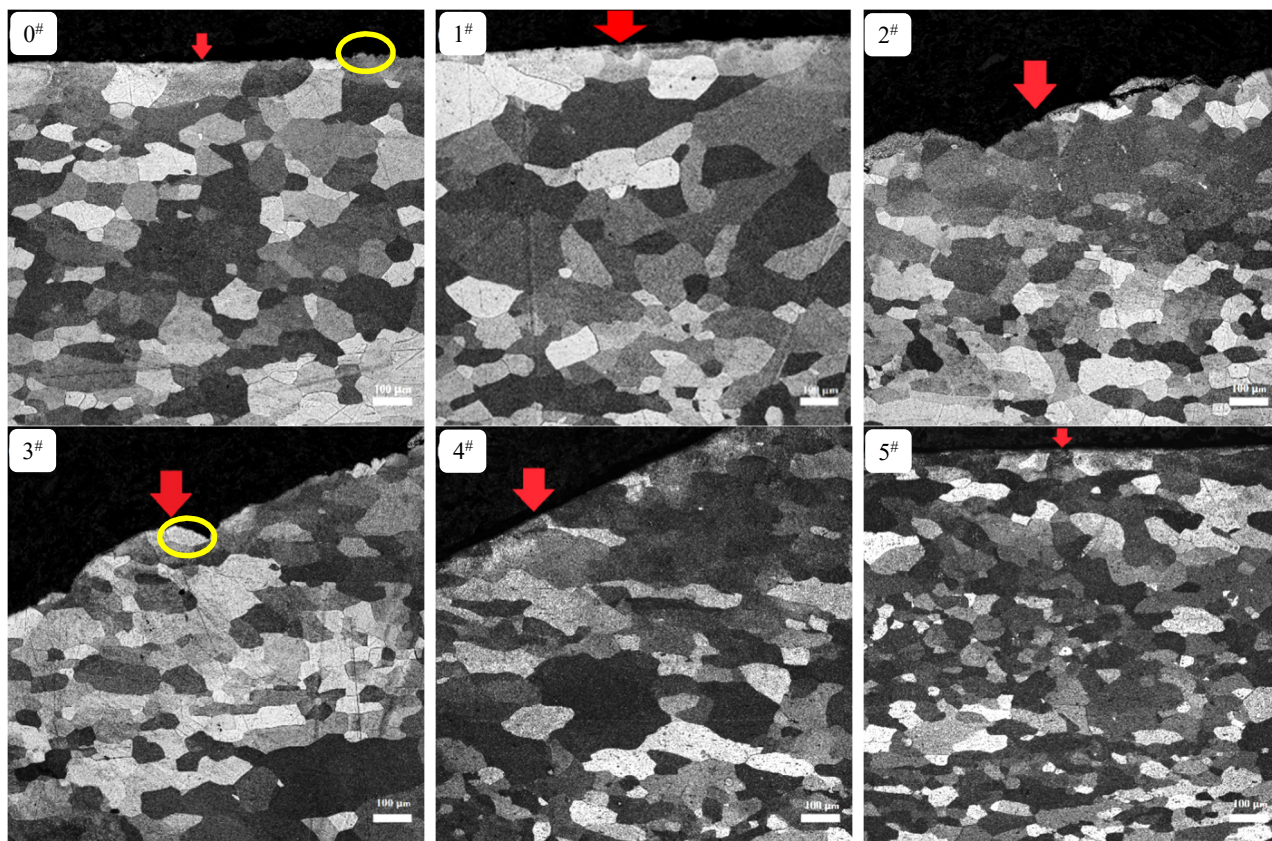


图 4 铂靶溅射面不同区域金相组织(箭头所指为溅射面)

Fig.4 Metallographic structure of the sputtering surface of platinum target (Arrow indicates the sputtering surface)

表 1 铂靶材表面与对应芯部区域的晶粒尺寸对比

Tab.1 Comparison of the grain size between the surface and core of Pt target

/μm

位置	0 [#]	1 [#]	2 [#]	3 [#]	4 [#]	5 [#]
靶材表面	179.16±39.61	191.52±56.88	144.39±20.97	137.04±38.55	161.72±58.05	117.77±50.64
靶材芯部	68.77±32.97	58.93±16.80	53.36±15.31	49.68±16.36	53.45±10.89	43.42±10.93

从图 4 可以看出,靶材中心区域(0[#]和 1[#])内,晶粒较为均匀规整,接近溅射面处呈现轻微凸起状态,与图 2 中 0[#]和 1[#]溅射表面反溅堆积的团簇状结构对应。由表 1 可知,这一部位靶材的溅射表面的晶粒尺寸约是靶材芯部晶粒尺寸的 3 倍。图 4 中 2[#]、3[#]、4[#]表明,随溅射速率逐渐增大,溅射面高低起伏趋势逐渐增大,同时,溅射表面形貌与晶粒结构对应一致。该区域靶材溅射表面的晶粒粒径尺寸同样约是靶材芯部晶粒尺寸的三倍。从图 4 中 5[#]可知,随着电子密度降低,靶表面溅射程度逐渐降低,靶材边缘处溅射面高低起伏状态逐渐趋于平缓,且晶粒再次恢复均匀规整状态。

综上所述,磁控溅射后,靶材中心、溅射区及靶材边缘处的金相结构差异较大。但有类似的变化规律,即接近靶材溅射表面的晶粒尺寸比靶材芯部

的晶粒尺寸更大。这可能是因为受溅射影响,入射离子所带的部分能量传递到靶表面上致使其局部升温^[15],在温度场作用下靶表面晶粒再结晶生长^[16],致使靶材表面的晶粒尺寸大于靶材芯部晶粒。

3 结论

1) 受磁控溅射源结构及分布影响,靶材表面的不同部位具有不同的溅射与反溅速率,影响了溅射后的靶材表面形貌及结构:在靶材中心部位,反溅射过程占主导,在靶表面形成均匀松散的团簇状结构;在靶表面溅射区域内,溅射过程进行较为剧烈,靶材表面呈现凹凸不平的典型溅射形貌;而靶材边缘处靶材表面溅射形貌较为平缓。

2) 磁控溅射后,接近靶材溅射表面的晶粒尺寸

要明显大于靶材芯部晶粒尺寸。这是由于溅射过程中,入射离子的部分能量传递到靶表面的原子上造成靶表面局部升温,使靶材溅射面晶粒再结晶生长。

参考文献:

- [1] SARAKINOS K, ALAMI J, KONSTANTINIDIS S. High power pulsed magnetron sputtering: A review on scientific and engineering state of the art[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2010, 204(11): 1661-1684.
- [2] KELLY P J, ARNELL R D. Magnetron sputtering: A review of recent developments and applications[J]. *Vacuum*, 2000, 56: 159-172.
- [3] 余东海, 王成勇, 成晓玲, 等. 磁控溅射镀膜技术的发展[J]. *真空*, 2009, 46(2): 19-25.
- YU D H, WANG C Y, CHENG X L, et al. Recent development of magnetron sputtering processes[J]. *Vacuum*, 2009, 46(2): 19-25.
- [4] 王秩伟, 龚恒翔, 李雪, 等. 溅射法制备 TiO_2 薄膜过程中靶中毒现象的消除及样品表征[J]. *纳米科技*, 2007, 4(6): 5.
- WANG Z W, GONG H X, LI X, et al. Elimination of target poisoning in the process of TiO_2 thin films prepared by sputtering and characterization of films[J]. *Nanoscience & Nanotechnology*, 2007, 4(6): 5.
- [5] LU Y M, HWANG W S, YANG J S, et al. Properties of nickel oxide thin films deposited by RF reactive magnetron sputtering[J]. *Thin Solid Films*, 2002, 420/421: 54-61.
- [6] PENG J, CHEN G Q, SONG Y C, et al. Study on electrical performance of metal copper films deposited by magnetron sputtering on polyimide flexible substrates[J]. *Acta Physica Sinica*, 2014, 63(13): 138101.
- [7] 沈月, 余登德, 王书明, 等. 磁控溅射沉积钌薄膜的微观结构及生长过程[J]. *贵金属*, 2020, 41(3): 44-52.
- SHEN Y, YU D D, WANG S M, et al. Microstructure and growth of ruthenium films deposited by magnetron sputtering[J]. *Precious Metals*, 2020, 41(3): 44-52.
- [8] THORNTON J A, TABOCK J, HOFFMAN D W. Internal stresses in metallic films deposited by cylindrical magnetron sputtering[J]. *Thin Solid Films*, 1979, 64(1): 111-119.
- [9] 蔡珣. 磁控溅射 Ti-Si-N 纳米复合超硬膜的研究[J]. *功能材料信息*, 2009, 4(1): 15-17.
- CAI X. Study on the superhard Ti-Si-N nanocomposite coating prepared by magnetron sputtering[J]. *Functional Materials Information*, 2009, 4(1): 15-17.
- [10] 金炯, 董树荣, 王德苗. 射频反应磁控溅射制备低辐射薄膜[J]. *真空科学与技术学报*, 2006, 26(1): 28-31.
- JIN J, DONG S R, WANG D M. Growth of low-emissivity films by RF magnetron reactive sputtering[J]. *Journal of Vacuum Science and Technology*, 2006, 26(1): 28-31.
- [11] 徐均琪, 杭凌侠, 惠迎雪. 非平衡磁控溅射无氢 DLC 增透膜的研制[J]. *真空*, 2005, 42(5): 26-29.
- XU J Q, HANG L X, HUI Y X. Development of non-hydrogen DLC antireflective films by unbalanced magnetron sputtering (UBMS) process[J]. *Vacuum*, 2005, 42(5): 26-29.
- [12] 王一晴, 郭俊梅, 管伟明, 等. 镍铂合金溅射靶材在半导体制造中的应用及发展趋势[J]. *贵金属*, 2016, 37(3): 87-92.
- WANG Y Q, GUO J M, GUANG W M, et al. Application and development trend of NiPt alloy sputtering target in semiconductor manufacturing[J]. *Precious Metals*, 2016, 37(3): 87-92.
- [13] 张仁耀, 郭俊梅, 闻明, 等. 贵金属钌的制备, 性能及应用研究进展[J]. *材料导报*, 2021, 35(21): 6.
- ZHANG R Y, GUO J M, WEN M, et al. Research progress on preparation, properties and application of precious metal ruthenium[J]. *Materials Reports*, 2021, 35(21): 6.
- [14] 徐万劲. 磁控溅射技术进展及应用[J]. *现代仪器*, 2005(6): 1-10.
- XU W J. Recent developments and applications in magnetron sputtering [J]. *Modern Instruments*, 2005(6): 1-10.
- [15] 田民波, 李正操. 薄膜技术与薄膜材料[M]. 北京: 清华大学出版社, 2006: 227-242, 251-259.
- [16] 胡赓祥, 蔡珣, 戎咏华. 材料科学基础[M]. 上海: 上海交通大学出版社, 2010: 206-210.