

辅助离子束对孪生磁场中频反应溅射等离子体特性的影响

望咏林, 伍建华, 刘宏燕, 颜悦

中国航发北京航空材料研究院透明件研究所, 北京 100095

摘要 在自行研制的离子束辅助孪生磁场中频反应溅射设备中制备光学氧化钛薄膜, 利用郎缪尔静电探针研究等离子体特性变化, 同时测定基片表面的伏安($I-V$)特性。结果表明, 随离子束功率密度不断提高, 等离子体电子密度不断增加, 悬浮负电位绝对值减小, 溅射阴极电压下降; 基片表面经历从富电子向富阳离子转变, 基片正电位不断提高; 辅助离子束为 109 W 时, 基片表面处于电中性等离子体平衡态。

关键词 孪生磁场; 中频溅射; 离子束; 等离子体

磁控反应溅射是工业上制备均匀致密且成分可控 TiO_2 薄膜的最有效方法, 但靶面中毒和阳极消失引起的沉积速率低下、薄膜致密度不足以及折射率下降是磁控反应溅射制备光学 TiO_2 薄膜的主要问题^[1]。反应磁控溅射法产生的粒子能量约为十几电子伏^[2], 有利于制备致密的光学 TiO_2 薄膜。金属 Ti 原子与 O 原子在基片、阳极和阴极溅射靶表面发生氧化反应, 在基片表面生成 TiO_2 薄膜的同时, 阳极和阴极靶表面也被绝缘 TiO_2 覆盖, 导致阳极消失和靶面中毒。氧化反应工艺点剧烈变化, 薄膜质量和稳定性变差^[3]。为了解决以上问题, 研究者进行了多种改进技术方法的尝试, 如交替阴极和阳极罩的中频反应溅射, 隔离溅射靶和基片气氛^[4], 脉冲进气^[5]和增大抽气速率延长反应过渡区域^[6]

等。其中, 孪生磁场中频反应溅射技术用于解决阳极消失和靶中毒效果显著^[4-5], 在工业生产上逐渐得到广泛应用。

离子束辅助孪生磁场反应溅射方法是在孪生磁场反应溅射工艺的基础上将离化的氩和氧混合离子束引入到生长薄膜表面, 离子与沉积原子发生氧化反应和物理碰撞的能量注入, 使得薄膜密度增加, 结构更加致密, 有利于低温条件下获得致密的高折射率光学氧化钛薄膜; 同时离子束增强后的等离子体离化度增加、溅射电压降低, 薄膜沉积速率显著提高。其工艺原理如图 1 所示。

在反应溅射过程中, 合理控制辅助离子束的能量, 可以获得最佳的等离子体环境和薄膜结构。离子束能量偏低时溅射原子迁移动能不足, 薄膜结构

收稿日期: 2020-04-29; 修回日期: 2020-11-02

作者简介: 望咏林, 高级工程师, 研究方向为光电功能薄膜材料制备及应用, 电子信箱: wangyonglin1980@126.com

引用格式: 望咏林, 伍建华, 刘宏燕, 等. 辅助离子束对孪生磁场中频反应溅射等离子体特性的影响[J]. 科技导报, 2021, 39(9): 61-65; doi: 10.3981/j.issn.1000-7857.2021.09.007

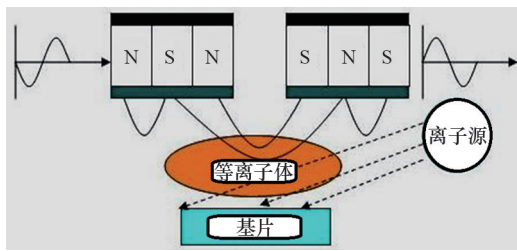


图1 离子束辅助孪生磁场中频反应溅射原理示意

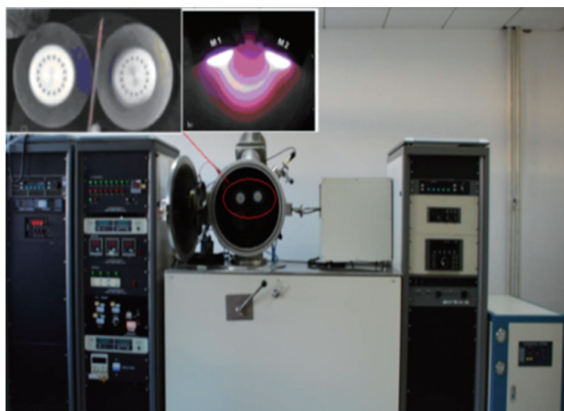
较为疏松;离子束能量过高发生二次溅射的离子刻蚀,造成薄膜损伤。辅助离子束对等离子体特性的影响尚未见诸报道。本研究在自制离子束辅助孪生磁控反应溅射装置上系统研究离子束流对等离子体特性的影响。

1 实验

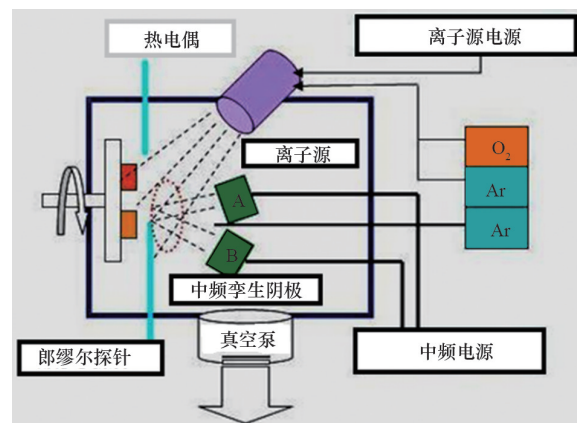
在自行研制的离子束辅助孪生磁场反应溅射系统上进行了系列工艺实验研究。如图2所示,A和B溅射阴极靶构成了闭合孪生磁场,在50 kHz中频电场的驱动下交替产生等离子体;其中A和B在一个电场周期内交替工作。多孔阳极层离子源作为辅助离子束的发生装置,Ar和O₂通过离子源

离化后入射到基片表面,与基片表面沉积原子发生氧化反应和能量传递;离子束的另一个重要作用是对孪生磁场产生的等离子体进行二次离化,极大增强等离子体的离化程度,从而进一步提高薄膜溅射速率。为了减少O₂与溅射靶表面可能引起的过度氧化反应,在A和B靶中间处通入Ar气体。该部分气体既作为工作气体参与溅射,同时也作为保护气体阻止活性氧向靶表面扩散。工艺参数见表1。

采用自制郎缪尔静电探针测量基片表面等离子体参数,如图2(b)所示。在等离子体辉光中,电子的运动速度远远大于离子运动速度,因此,置于等离子体中的探针相当于淹没在富电子环境中,表面富集电子形成了负电位并逐渐达到平衡状态,此时电位称为悬浮电位。如果在探针末端施加从负到正的连续变化电压,就可获得等离子体的伏安($I-V$)特性曲线。如图3所示, $I-V$ 特性曲线主要包括离子饱和区、过渡区和电子饱和区。根据曲线可求得以下等离子体参数:等离子体空间电位 V_{sp} 、悬浮电位 V_f 、饱和电子密度 n_e 、电子温度 T_e 、和电子能量分布函数电子密度分布函数(EEDF)^[7-8]。这里主要研究悬浮电位 V_f 和饱和电子密度 n_e 。



(a) 设备实物图

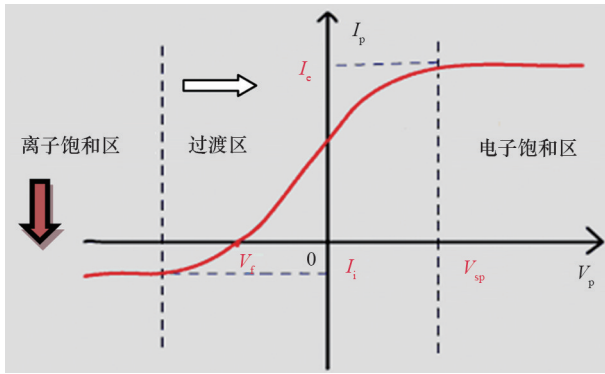


(b) 设备结构原理

图2 离子束辅助孪生中频磁控反应溅射系统示意

表1 TiO₂薄膜的制备参数

| 工艺参数 | 溅射距离/mm | 阴极磁场强度/G | 本地压强/Pa | 工作压强/Pa | 氧分压/Pa | 基片温度/℃ | 基片电位 | 溅射功率密度/(W·cm ⁻²) | 离子束功率密度/(W·cm ⁻²) |
|------|---------|----------|----------------------|----------------------|----------------------|--------|------|------------------------------|-------------------------------|
| 设定值 | 80 | 350 | 3.0×10 ⁻³ | 3.0×10 ⁻¹ | 2.1×10 ⁻² | 室温-200 | 悬浮 | 5.66 | 0~2.21 |

图3 郎缪尔静电单探针 I - V 特性曲线

在过渡区域,探针电位与等离子体电位相差不大,此时改变探针电位对探针电流的影响非常明显。当探针电压等于等离子体空间电位 V_{sp} 时,电子恰好无法到达探针表面,此时探针回路电流为零。在饱和电子区域,探针电位 (V_p) 远远大于等离子体空间电位 (V_{sp})。此时,离子受等离子体鞘层排斥电场的作用无法到达探针表面,只有电子能够被探针收集,这些电子就是到达鞘层表面的基片附近的电子,其数目由式(1)得出

$$\frac{dn_e}{dt} = \frac{1}{4} n_e \bar{v}_e \quad (1)$$

式中, n_e 为电子密度; \bar{v}_e 为电子平均热运动速度。

显然,在忽略探针对等离子体扰动的影响时,电子数目由等离子体的电子密度和电子热运动速度决定,与施加在探针表面的鞘层电场大小无关。探针能够探测的最大电流密度就是等离子体的饱和电子电流密度,即

$$I_e = \frac{1}{4} en_e \bar{v}_e \quad (2)$$

等离子中的电子密度表示为

$$D_e = \frac{I_e}{eS} \quad (3)$$

式中, S 为探针面积; e 为电子电量。

2 结果与讨论

磁控反应溅射工艺中,辅助离子束具有增加等离子体密度,降低工作电压的作用。离子束辅助中频孪生磁场反应溅射制备 TiO_2 薄膜工艺中,离子束

流密度变化对工艺过程的影响尚待研究。工艺过程主要由等离子体特性决定,因此,有必要研究辅助离子束对等离子体特性的影响。

实验中,中频电源输出电流 $I=2.0$ A,辅助离子束功率连续变化时等离子体电子密度和悬浮电位见图4,随着辅助离子束功率的逐渐增加,束流强度不断增强,等离子体中的电子密度相应提高。离子束功率从 0 W 增加到 300 W 时,电子密度从 $3.675 \times 10^9 \text{ cm}^{-3}$ 增加到 $5.267 \times 10^9 \text{ cm}^{-3}$ 。这说明辅助离子束可以显著提高气体离化率,增加等离子体电子密度,这是引入离子束对反应磁控溅射进行辅助增强的目的之一。辅助离子束为氩氧混合离子束流,随着束流密度的增加,电子密度因离化增强而增大,阳离子密度也同步增大,因此,探针悬浮电位的变化就是负电子和阳离子相互竞争的结果。悬浮电位随离子束流的增加逐渐趋向于中性零电位,这说明离子束改变了探针表面的离子和电子比例,离子密度增加的比例高于电子。辅助离子束流增加,等离子体复合概率增大,电子密度并不呈现线性增加,而是逐渐趋向平衡态,对应的探针悬浮电位逐渐减小并趋于平衡。

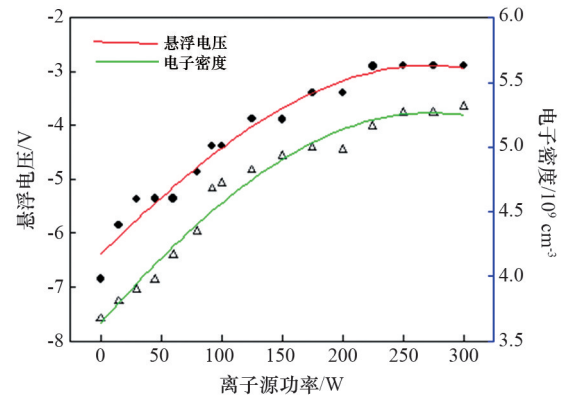


图4 等离子体电子密度和探针悬浮电位随离子束功率变化

探针表面处于等离子体中心,距离磁控阴极靶表面很近,电子受孪生磁场约束呈现螺旋状运动。由于电子质量 ($9.11 \times 10^{-28} \text{ g}$) 远小于氩离子质量 ($6.69 \times 10^{-23} \text{ g}$),其运动速率远大于氩离子,到达探针表面并被检测的概率大大增加,此时的电子密度 (10^9 cm^{-3}) 远大于阳离子密度。因此,辅助离子束

为 300 W 时的探针表面仍然处于富电子状态。

阴极溅射电压值随离子束流增加逐渐下降, 呈现类玻尔兹曼分布(图 5), 这与等离子体电子密度和悬浮电位存在着对应关系。Kim 等^[9]也发现离子束能够显著改善工作气体离子化率, TiO_2 的直流溅射电压随离子束流密度增加逐渐下降, 固定功率时薄膜沉积速率因溅射电流增加而提高。

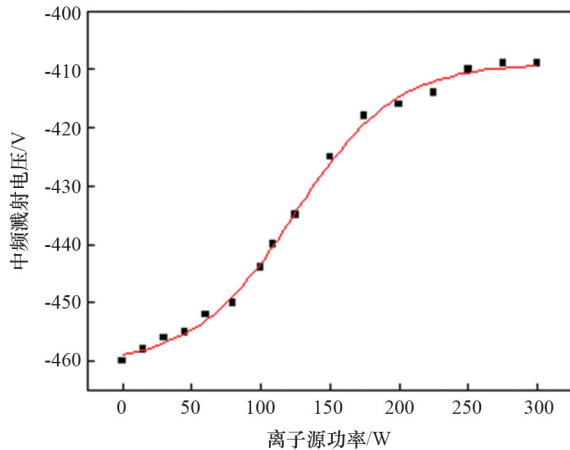


图 5 中频磁控溅射电压随辅助离子束变化

通过研究基片 ($\phi 50 \text{ mm}$) 电压和电流在等离子体中随辅助离子束功率变化, 如图 6 所示, 基片表面的电压从 1.64 V 升高到 3.36 V, 对应的电流从 -2.54 mA 变化到 0.91 mA。随着离子束流强度的增加, 基片表面经历从富电子到富阳离子的转变, 基片正电位数值不断提高。离子束功率为 109 W 时, 基片表面达到了电中性等离子平衡态, 单位时间内到达的电子和离子数目相等。因此, 在绝缘基片上反应溅射制备 TiO_2 薄膜, 将反应工艺过程控制在等离子平衡态附近能够使基片保持电中性, 避免电荷累积出现放电弧光击穿现象, 可有效提高镀膜工艺稳定性和薄膜质量。

探针表面处于负电位, 而基片表面处于正电位。等离子中电子质量小, 受孛生磁场的约束呈现螺旋运动, 平均自由程很短。阳离子质量大, 受孛生磁场影响较小, 呈直线运动, 平均自由程较长。电子密度从等离子体到基片表面迅速下降, 而阳离子密度改变不大。基片表面出现了从富电子向富阳离子的转变点, 即等离子电中性平衡态, 而等离子体辉光中心区域的探针则不存在平衡态。

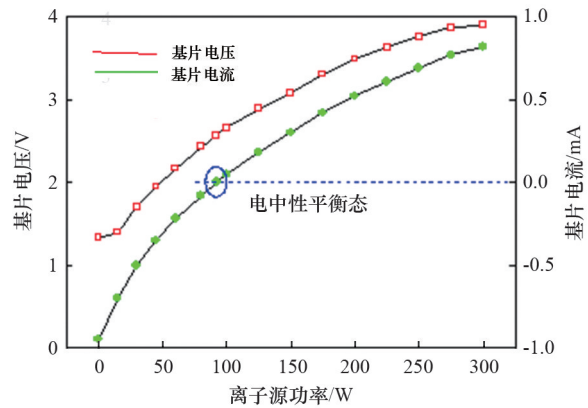


图 6 基片表面电压和电流随辅助离子束功率变化

3 结论

1) 辅助离子束可以显著提高磁控反应溅射工艺的等离子体电荷密度, 随着离子束流密度增加, 电子密度不断增加, 悬浮电位因阳离子束流注入而不断下降, 但富电子的特性没有改变。

2) 固定溅射功率时, 辅助离子束流能够降低阴极靶面的电压, 有效减少二次热电子对基片表面的热辐射损伤, 有利于在塑料基片上实现低温镀膜工艺。

3) 辅助离子束流改变了基片表面的 I - V 特性, 离子束流增加, 基片表面从富电子到富阳离子转变, 表面电位不断提高。

参考文献 (References)

- [1] 徐万劲. 磁控溅射技术进展及应用[J]. 现代仪器, 2005 (5): 1-5.
- [2] Bunshah R F. Handbook of deposition technologies for films and coatings[M]. New Jersey: Noyes Press, 1994: 11-15.
- [3] Vossen J L, Kern W. Thin film processes II[M]. New York: Academic Press, 1991: 115-118.
- [4] Howson R P, Danson N, Safi I. Rate reactive sputtering using gas pulsing: A technique for creation of films onto large flat substrate[J]. Thin Solid Films, 1999, 351: 32-36.
- [5] Martin N, Bally A R, Hones P, et al. High rate and process control of reactive sputtering by gas pulsing: The Ti-O system[J]. Thin Solid Films, 2000(377-378): 550-556.

- [6] Safi I, Howson R P, Danson N. Recent aspects concerning DC reactive magnetron sputtering of thin films: A review[J]. Surface and Coatings Technology, 1998, 127(2-3): 103-128.
- [7] Ruzic D N. Electric probes for low temperature plasma [M]. New York: Academic Press, 1994: 125-128.
- [8] 邓新绿. 等离子体实验与诊断研究生课程讲义[M]. 大连: 大连理工大学出版社, 2001: 12-18.
- [9] Kim S H, Hwangbo C K. Influence of Ar ion-beam assistance and annealing temperatures on properties of TiO₂ thin films deposited by reactive DC magnetron sputtering [J]. Thin Solid Films, 2005(475): 155-159.

Influence of ion beam assistance on plasma of twin magnetron MF reactive sputtering

WANG Yonglin, WU Jianhua, LIU Hongyan, YAN Yue

Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China

Abstract Optical titanium dioxide film is deposited with the ion beam assistant twin magnetron MF reactive sputtering equipment. The variation of reactive plasma is monitored by Langmuir probe and the $I-V$ curve is also tested simultaneously. The results demonstrate that the assistant ion beam plays an important role in enhancement of electrical charge density in the plasma region. With the increase of ion beam power assistance, the electron density increases and both minus floating potential and reactive sputtering voltage decrease. The plus potential on the surface of the substrate increases during the variation from electron-rich to ion-rich state. The substrate steps into the plasma electric neutrality state when the ion beam assistance power supply is 109 W.

Keywords twin magnetron; MF sputtering; ion beam; plasma ●



(责任编辑 王丽娜)