

doi: 10.3969/j.issn.1001-3849.2024.03.001

硅衬底温度对电子束蒸发钛薄膜性能的影响

李兆营*, 李萌萌

(安徽光智科技有限公司, 安徽 滁州 239000)

摘要: 采用电子束蒸发法在硅衬底表面制备 Ti 薄膜。采用台阶仪、原子力显微镜、反射率测试仪、四探针电阻测试仪和应力测试仪分析了在不同衬底温度下所得 Ti 薄膜的厚度、表面粗糙度、镜面反射率、方块电阻和残余应力。结果表明,随着衬底温度从 25 °C 升高到 200 °C, Ti 薄膜的厚度、方块电阻和残余应力逐渐降低;表面粗糙度先减小后增大,镜面反射率则先升高后降低。

关键词: 电子束蒸发; 硅衬底温度; 钛薄膜; 方块电阻; 残余应力; 表面粗糙度; 镜面反射率

中图分类号: TN305.8 **文献标识码:** A

Effect of silicon substrate temperature on properties of Ti films prepared by electron beam evaporation

Li Zhaoying*, Li Mengmeng

(Vital Optics Technology Co., Ltd., Chuzhou 239000, China)

Abstract: Ti films were prepared on surface of silicon substrate by means of electron beam evaporation. The thickness, surface roughness, specular reflectance, square resistance, and residual stress of Ti films obtained at different silicon substrate temperature were analyzed by step profiler, atomic force microscope, reflectivity tester, four probe resistance tester, and stress tester, respectively. The results showed that the thickness, square resistance, and residual stress of Ti films are decreased gradually with the increasing of silicon substrate temperature from 25 °C to 200 °C. The surface roughness decreases first and then increases while the specular reflectance increases first and then decreases with the increasing of silicon substrate temperature.

Keywords: electron beam evaporation; silicon substrate temperature; titanium film; square resistance; residual stress; surface roughness; specular reflectance

金属钛(Ti)薄膜由于其优异的物理化学性能而受到了广泛关注。电子束蒸发法因具有设备成本低、可控的蒸发速率及易制备多组分薄膜等优点^[1-4],成为制备Ti薄膜的常用方法。

利用电子束蒸发法沉积薄膜时,影响薄膜质量的主要工艺参数中,本底真空度、蒸发材料的纯度及真空腔的清洁度容易控制,而蒸发速率和衬底温度对薄膜性能的影响较为显著,因此成为控制薄膜质

量的主要因素。Cai等^[5]发现Ti薄膜的表面粗糙度会随着薄膜厚度和蒸发速率的增加而增加。邹鹏辉等^[6]发现,蒸发速率的提高会使Ti薄膜的结构变得更加致密,从而减小了薄膜的方阻。李兆营^[7]发现Ti薄膜的表面粗糙度和方阻均随着蒸发速率的增加而减小。目前电子束蒸发法制备Ti薄膜时,主要关注蒸发速率对薄膜性能的影响,而本文在不同衬底温度下(25 °C~200 °C)采用电子束蒸发法在Si(100)

收稿日期: 2023-06-18

修回日期: 2023-07-02

作者简介: 李兆营(1989—),男,硕士,工程师, email: lzy11189@126.com

衬底上制备了具有相同的生长速度和目标厚度的Ti薄膜,并测试了薄膜的各项性能,从而确定电子束蒸发Ti薄膜时最优的衬底温度。

1 Ti薄膜制备与测试方法

1.1 Ti薄膜的制备

采用电子束蒸发法制备Ti薄膜,以直径200 mm的Si(100)晶圆为衬底,以纯度99.99%的圆柱型钛颗粒为蒸发源。坩埚采用系统自带的六穴坩埚盘,材质为无氧铜。

电子束蒸发法制备Ti薄膜时,将本底真空度抽至低于 1.0×10^{-3} Pa,固定蒸发速率为0.7 nm/s,蒸发距离为50 cm,电子枪电压为10 kV,衬底温度为25 °C、100 °C、150 °C和200 °C。

1.2 测试方法

采用台阶仪测试薄膜的实际厚度。采用Dimension Edge型(德国Bruker公司)原子力显微镜(AFM)测试薄膜的三维表面形貌及表面粗糙度(R_a),测试模式为轻敲模式,可生成 $3 \mu\text{m} \times 3 \mu\text{m}$ 的扫描图像。采用光源波长633 nm的KLA F5X型测试仪测试薄膜的镜面反射率(Ref)。采用四探针法测试薄膜的方块电阻(R_{sq}),型号为KLA RS55TCA。采用KLA Flex5400型应力仪测试薄膜的残余应力(δ_f),结果由式(1)计算得出^[8-9]:

$$\delta_f = \frac{E_s t_s^2}{6(1-\nu_s)t_f} \left(\frac{1}{R} - \frac{1}{R_0} \right) \quad (1)$$

式中: E_s 、 t_s 和 ν_s 分别为衬底的杨氏模量、厚度和泊松比; t_f 为薄膜的实际厚度; R 为衬底镀膜后的曲率半径; R_0 为衬底未镀膜时的曲率半径。

2 结果与讨论

2.1 硅衬底温度对Ti薄膜厚度的影响

真空蒸发系统自带的膜厚监控仪可以实现对薄膜厚度的在线实时监控,因此每次实验时都会将目标膜厚设定为100 nm,当监测厚度达到设定值后,蒸发系统停止工作。图1显示了硅衬底温度对Ti薄膜厚度的影响。从图1可以看出,Ti薄膜的实际厚度与衬底温度具有相关性,并且随着硅衬底温度的升高而降低。文献[10]在研究基底温度对电子束蒸发制备氧化铝薄膜的影响时,也得到了同样的结果。

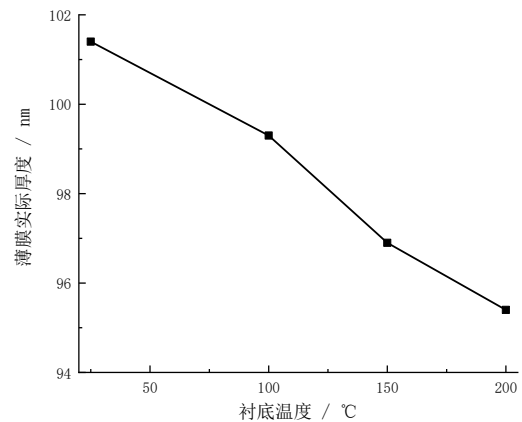


图1 硅衬底温度对Ti薄膜厚度的影响

Fig.1 Effect of silicon substrate temperature on the thickness of Ti films

膜厚监控仪是根据石英晶体的压电效应来控制膜厚的。在石英晶体表面附着薄膜时,薄膜质量的变化会导致石英晶体的谐振频率发生变化。按式(2)计算出晶振片上的厚度^[11]:

$$d_f = - \frac{N \rho_q \Delta f}{f^2 \rho_f} \quad (2)$$

式中: d_f 是目标膜厚; Δf 是石英晶体谐振频率的变化值; ρ_f 是膜层密度(对既定材料是已知的,为定值); f 、 N 、 ρ_q 分别是石英晶体的固有谐振频率、频率常数、密度。

根据式(2)计算 d_f 时, f 、 N 、 ρ_q 、 ρ_f 均为定值。每次镀膜时, d_f 都是一致的,即 Δf 也是一致的,进而可知每次镀在石英晶体表面的薄膜质量也是一致的,衬底表面得到的薄膜质量 m 也是一致的。衬底上薄膜质量 m 除以薄膜体积(衬底面积 S 与薄膜实际厚度 t_f 的乘积)可得到薄膜的实际密度 ρ 。

$$\rho = \frac{m}{S t_f} \quad (3)$$

随着硅衬底温度的升高,薄膜的实际厚度逐渐降低,说明膜层实际密度在逐渐增大,膜层更加致密。同时也说明了实际生产过程中得到的膜层实际密度 ρ 并不一定与 ρ_f 一致,且随着工艺参数的变化, ρ 不再是定值。而膜厚监控仪在计算薄膜厚度时,膜层密度采用的是定值,导致计算出的目标厚度与实际膜厚不一致。

2.2 硅衬底温度对Ti薄膜表面形貌的影响

图2和图3分别为不同硅衬底温度下Ti薄膜的AFM形貌图和表面粗糙度。可以看出,硅衬底温度从25 °C上升到150 °C时,Ti薄膜表面颗粒大小均匀

且界面清晰,表面粗糙度逐渐减小。衬底温度升到 200 °C 时,Ti 薄膜表面颗粒粒径变得粗大,表面粗糙度也随着增大。衬底温度在 25 °C~150 °C 范围升高时,蒸发出的 Ti 原子可以获得更多的能量,更容易在衬底表面实现迁移;因此,Ti 原子在衬底表面的成

核位置增多并生长,使薄膜表面的厚度分布更加均匀,表面粗糙度减小。衬底温度继续升高至 200 °C 时,各个位置的晶粒开始横向生长,不同晶粒开始接触并结合成为一个大晶粒,导致表面粗糙度增大。这是薄膜岛状生长模式的显著特征^[12-14]。

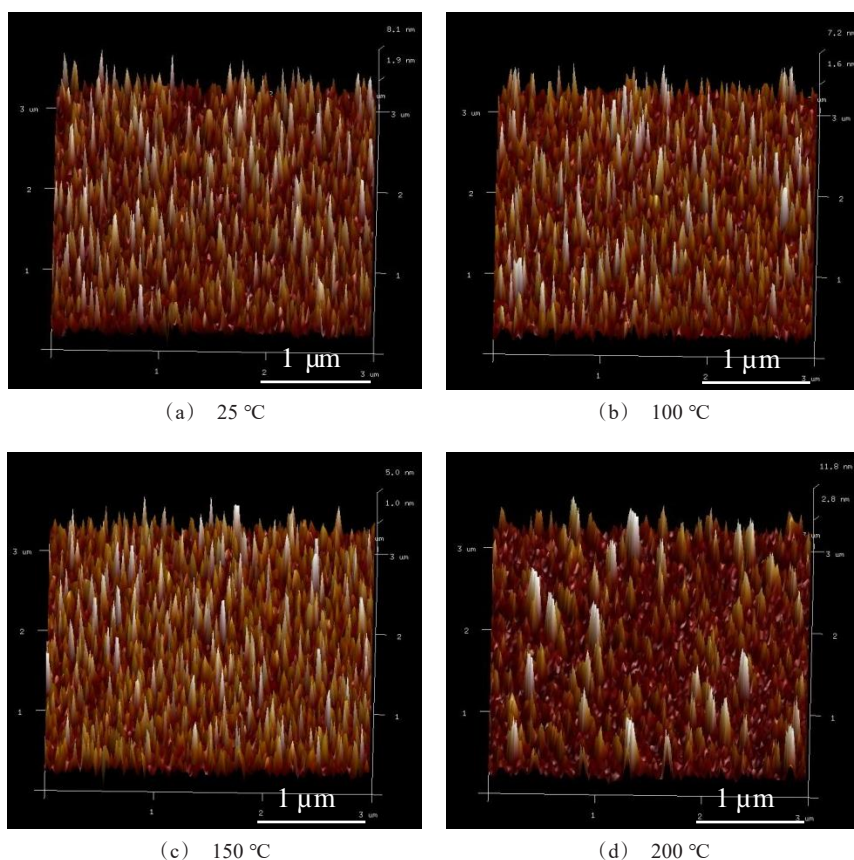


图 2 硅衬底温度对 Ti 薄膜 AFM 形貌的影响

Fig.2 Effect of silicon substrate temperature on AFM morphologies of Ti films

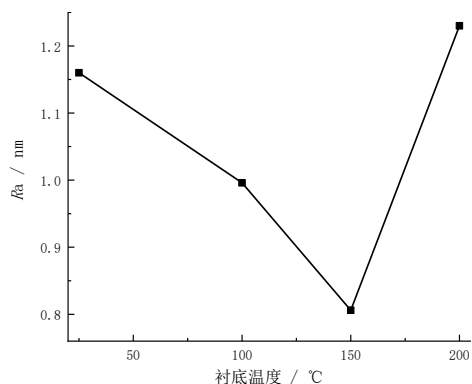


图 3 硅衬底温度对 Ti 薄膜表面粗糙度的影响

Fig.3 Effect of silicon substrate temperature on surface roughness of Ti films

2.3 硅衬底温度对 Ti 薄膜镜面反射率的影响

镜面反射率的大小可以反映出薄膜表面的平坦程度。薄膜表面越平坦,后续刻蚀工艺的刻蚀均匀性越好,器件的良率就越高。镜面反射率的大小与薄膜表面粗糙度有极大的相关性,粗糙度越小,镜面反射率越高^[15-16]。图 4 显示了硅衬底温度对 Ti 薄膜反射率的影响。从图 4 可以看出,Ti 薄膜的镜面反射率随着硅衬底温度升高先升高再降低,与粗糙度变化趋势正相反。由于光源照射到薄膜表面时会发生漫反射,导致镜面反射率降低。衬底温度升高(25 °C~150 °C)时,粗糙度降低,薄膜表面更加平滑,镜面反射率升高;衬底温度继续升高(200 °C)

时,粗糙度增大,漫反射程度更加强烈,导致镜面反射率降低。

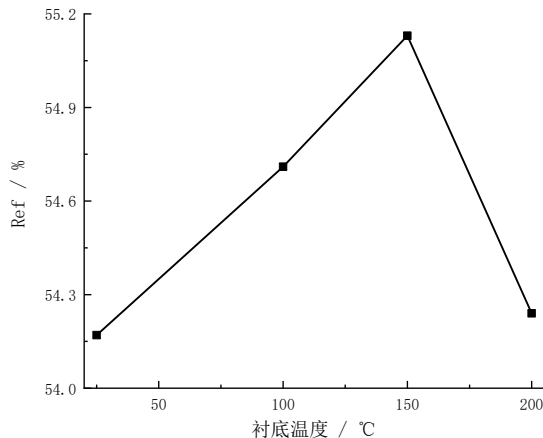


图4 硅衬底温度对Ti薄膜反射率的影响

Fig.4 Effect of silicon substrate temperature on reflectivity of Ti films

2.4 硅衬底温度对Ti薄膜方块电阻的影响

Ti薄膜作为导线膜层时,其方块电阻越低,器件的能耗也越低。图5显示了硅衬底温度对Ti薄膜方块电阻的影响。从图5可以看出,Ti薄膜的方块电阻随硅衬底温度的升高而降低。随着硅衬底温度的升高,薄膜的实际厚度降低使薄膜的结构更加致密,从而导致载流子浓度提高,导电性提高,方块电阻降低^[6]。另一方面晶粒逐渐长大并融合,晶界减少,有利于载流子的迁移,也可以使方块电阻降低。

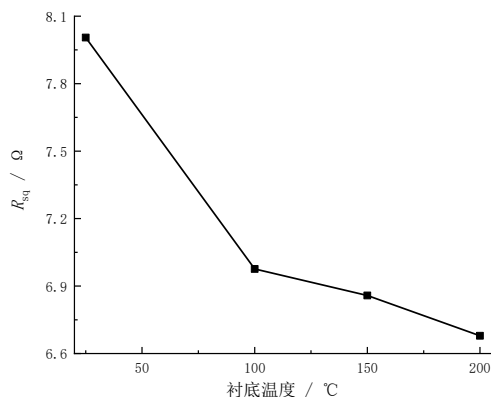


图5 硅衬底温度对Ti薄膜方块电阻的影响

Fig.5 Effect of silicon substrate temperature on square resistance of Ti films

2.5 硅衬底温度对Ti薄膜残余应力的影响

薄膜的残余应力越小,则薄膜结构的稳定性越高,性能稳定性也越好。图6显示出薄膜残余应力

为负值,说明残余应力性质为压应力^[17],且应力绝对值随着硅衬底温度的升高而逐渐减小。

残余应力的大小由热应力和内应力共同决定。其中蒸发镀膜前后的温度差决定了热应力的大小^[18],而薄膜生长过程中的各种缺陷则决定了内应力的大小。随着衬底温度的升高,蒸发镀膜前后的温度差增大,热应力随之增大^[19],而残余应力却逐渐降低,说明内应力在逐渐减小,且内应力的减小幅度大于热应力的增大幅度。在目标膜厚与蒸发速率均一致的情况下,薄膜生长时间也是一致的。硅衬底温度升高时,蒸发出的Ti原子活性更强,晶粒长大融合,降低了晶粒之间的相互作用和缺陷密度,导致薄膜的内应力大幅度减小^[20]。

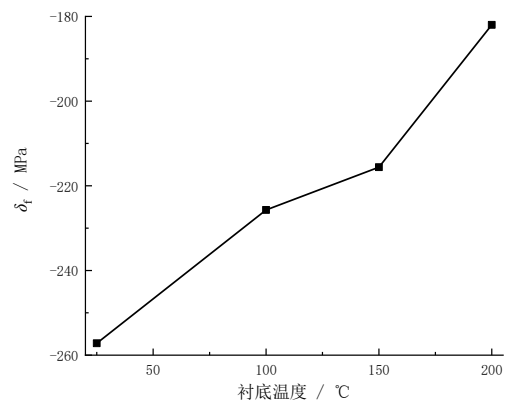


图6 硅衬底温度对Ti薄膜残余应力的影响

Fig.6 Effect of silicon substrate temperature on residual stress of Ti films

3 结论

在不同的硅衬底温度下制备了Ti薄膜,对薄膜的实际厚度、表面形貌、镜面反射率、方块电阻及残余应力进行了表征,结果如下:

(1)随着硅衬底温度从25 °C升到200 °C,Ti薄膜的实际厚度逐渐降低,薄膜更加致密。

(2)硅衬底温度从25 °C上升到150 °C时,Ti薄膜的表面粗糙度逐渐减小;当硅衬底温度升高到200 °C时,Ti薄膜的表面粗糙度增大;镜面反射率的变化趋势则相反。

(3)Ti薄膜的方块电阻与残余应力均随着硅衬底温度的升高而降低。

参考文献

[1] Savaloni H, Farid-shayegan F. Film thickness depen-

- dence on the optical properties of sputtered and UHV deposited Ti thin films [J]. Vacuum, 2010, 85(3): 458-465.
- [2] 邹鹏辉, 陈舒恬, 高建峰, 等. 电子束蒸发金膜速率分析[J]. 固体电子学研究进展, 2013, 33(5): 462-465.
- [3] 付学成, 瞿敏妮, 权学玲, 等. 电子束蒸镀快速沉积铜膜研究[J]. 真空与低温, 2023, 29(1): 5-11.
- [4] Oks E M, Tyunkov A V, Yushkov Y G. Ceramic coating deposition by electron beam evaporation[J]. Surface & Coatings Technology, 2017, 325: 1-6.
- [5] Cai K Y, Muller M, Bossert J, et al. Surface structure and composition of flat titanium thin films as a function of film thickness and evaporation rate[J]. Applied Surface Science, 2005, 250(1-4): 252-267.
- [6] 邹鹏辉, 黄念宁, 彦硕, 等. 电子束蒸发速率对 Ti/GaAs 肖特基势垒特性的影响[J]. 固体电子学研究进展, 2015, 35(5): 502-505, 511.
- [7] 李兆营. 蒸发速率对硅衬底电子束蒸发钛薄膜性能的影响[J]. 电镀与涂饰, 2023, 42 (1): 31-34.
- [8] 姜国利, 王江涌. 应力测量方法[J]. 材料科学, 2016, 6 (1): 11-25.
- [9] Laconte J, Iker F, Jorez S, et al. Thin films stress extraction using micromachined structures and wafer curvature measurements [J]. Microelectronic Engineering, 2004, 76 (1-4): 219-226.
- [10] 王松林, 杨崇民, 张建付, 等. 基底温度对电子束蒸发制备氧化铝薄膜的影响[J]. 应用光学, 2013, 34(5): 764-767.
- [11] 赵双琦, 刘桂礼, 李东, 等. 石英晶片镀膜频率监控技术研究[J]. 真空科学与技术学报, 2008, 28(5): 437-440.
- [12] 李兆营, 公衍生, 田永尚, 等. 沉积温度对射频磁控溅射 TiN 薄膜结构和表面形貌的影响[J]. 电镀与涂饰, 2013, 32 (12): 39-41.
- [13] 杨岭, 潘应君, 郑世恩, 等. 石墨表面磁控溅射钛膜的结构与工艺参数研究[J]. 电镀与精饰, 2023, 45(3): 11-17.
- [14] 王槐乾, 姜宏伟, 王方标, 等. 工艺参数对磁控溅射 TiN 膜结构的影响[J]. 电镀与精饰, 2019, 41(12): 20-24.
- [15] 刘英光, 韩笑, 郝将帅. 晶界几何结构对纳晶 ZnO 材料导热过程的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2021, 50 (3): 924-931.
- [16] 朱京涛, 岳帅鹏, 涂昱淳, 等. 氮气反应溅射制备软 X 射线 Co/Ti 多层膜[J]. 光学精密工程, 2015, 23(1): 10-14.
- [17] 李坤, 熊玉卿, 王虎, 等. 蒸发速率对 ZnS 薄膜性能的影响[J]. 真空, 2021, 58(2): 15-19.
- [18] 虞益挺, 苑伟政, 乔大勇. 曲率测量技术在微机电系统薄膜残余应力测量中的应用[J]. 机械工程学报, 2007, 43 (3): 78-81.
- [19] 郝帅, 崔碧峰, 房天啸, 等. 基底温度和离子源能量对薄膜应力的影响[J]. 激光与光电子学进展, 2018, 55(9): 458-464.
- [20] 赵广宇, 徐莉, 范杰, 等. 衬底温度对电子束沉积 ZnSe 薄膜性能影响研究[J]. 光子学报, 2021, 50(6): 217-224.