



专题

开展磁控溅射镀膜探索研究性实验课程的尝试

王 奇, 王艳辉, 牟宗信, 赵纪军

(大连理工大学 物理学院 三束材料改性教育部重点实验室, 辽宁 大连 116023)

摘 要:磁控溅射镀膜实验涵盖了理工科大学生所认知的真空、高电压、材料制备等知识。结合大连理工大学国家级物理实验教学示范中心在探索研究性实验方面积累的教学经验与方法、等离子体物理国家重点学科的知识储备以及三束材料改性教育部重点实验室自主开发、手动操作的磁控溅射镀膜设备的优势,尝试将磁控溅射镀膜用于大学探索研究性实验教学。介绍了开展此实验所需的知识构成与设备模块,阐述了实验的设计思想与方法、开展实验的前期准备、课堂组织、注意事项,分析了课程实施的主要困难,并给出了解决方案。

关键词:探索研究性实验;镀膜技术;磁控溅射

中图分类号:G642.423;O484.1;O539

文献标识码:B

文章编号:1005-4642(2017)04-0034-05

开发研究性、探索性教学实验,提高学生综合素质和创新能力,是当前物理实验教学改革的一个重要方面^[1]。研究性实验的主导思想是使物理实验教学与专业研究接轨,使现代科技进步的成果渗透到传统的经典课程内容之中,使学生在物理实验过程中经历与科研工作相似的过程^[2]。目前光纤技术^[3]、磁共振技术^[4]、核物理技术^[5]、光学信息处理技术^[6]以及光谱技术、真空技术、传感器技术等现代科研手段已经被各高校引入到物理实验教学之中。大连理工大学物理实验教学中心是国家级实验教学示范中心,近年来,实验中心充分利用学校丰富的学科建设和科学研究资源,建立了可广泛推广并有助于本科生创新能力培养的有效途径,成功地将一些具备学科前沿性和挑战性的科研内容引入物理实验教学,如低温气体放电等离子体和诊断技术、三维成像技术、激光内雕、太阳能电池等,这些内容在拓宽学生的知识面,培养他们综合实验能力方面起到了重要作用。

磁控溅射是物理气相沉积,被用于制备金属、半导体、绝缘体等多种材料,且具有设备简单、易于控制、镀膜面积大和附着力强、高速、低温、低损伤等优点^[7]。为了适应科学技术和工业发展的

需要,目前很多理工科高校已经开展了与薄膜制造技术相关的基础理论课程,如真空技术、材料科学、高电压技术等,具备了开展薄膜沉积实验课程的理论基础。但是由于受诸多客观条件限制,相关的实验研究课程开设较少。大连理工大学拥有等离子体国家重点学科与三束材料改性教育部重点实验室。三束材料改性实验室侧重发展载能束材料加工产业化新技术与先进等离子体源技术,研究载能粒子作用下的材料表面、界面问题及相关材料制备与改性工艺。实验室拥有多台薄膜沉积、干法刻蚀等与载能束相关的机台。其中,一些早期制造的设备,工艺水平已经不能满足最新科研的特征尺度或精度,而这些设备多为手动操作,且设备各模块集成化程度低、可视度高,非常适合应用于大学生或者研究生实验教学。如果将其用于大学生物理实验教学,既能充分利用设备资源,又能提升学生的知识水平和科研能力^[8]。本文结合大连理工大学国家级物理实验教学示范中心在探索研究性实验方面积累的教学经验与方法、等离子体物理国家重点学科的优势力量以及三束材料改性教育部重点实验室拥有的设备特点和科研、工程技术人员的技术储备,介绍了开展磁控溅

收稿日期:2016-08-05; **修改日期:**2016-10-10

基金项目:国家自然科学基金青年基金项目(No. 11405022);大连市高层次人才创新支持计划项目(No. 2016RQ020);辽宁省高等教育教学改革研究项目;大连理工大学教改基金项目(No. ZHD201503);教育部教指委教改项目(No. 01-201601-26)

作者简介:王 奇(1982—),男,河北邯郸人,大连理工大学物理与光电工程学院三束材料改性教育部重点实验室工程师,博士,主要从事低温等离子研究。



射镀膜技术探索研究性实验的思路、方法以及初步尝试。

1 实验内容设计

该探索研究性实验教学的内容是用磁控溅射设备制备工件上的 TiN 薄膜并进行相关研究。磁控溅射以磁场约束和延长电子的运动路径,提高了工作气体的电离率,显著提高了溅射效率和沉积速率。TiN 是一种新型的多功能金属陶瓷材料,它的熔点高、硬度大、摩擦系数小,是热和电的良导体。尤其特别的是,TiN 涂层呈现金黄色,并且随着 N 含量的降低将呈现金黄、古铜、粉红等颜色,很适合用于大学的探索研究性实验教学。本实验主要让学生获得并探索研究以下几方面内容知识:

1) 获得真空镀膜技术的基本知识

真空镀膜技术是利用物理、化学手段将固体表面涂覆 1 层特殊性能的薄膜,从而使固体表面具有耐磨损、耐高温、耐腐蚀、抗氧化、防辐射、导电、导磁、绝缘和装饰等许多优于固体材料本身的优越性能,达到提高产品质量、延长产品寿命、节约能源和获得显著经济效益的作用^[9]。因此真空镀膜技术被誉为最具发展前途的重要技术之一,并已在高新技术产业化的发展中展现出诱人的市场前景,如航空、航天、电子、信息、机械、石油、化工、环保、军事等领域。溅射镀膜的原理是稀薄气体异常辉光放电产生的等离子体在电场的作用下,对阴极靶材表面进行轰击,把靶材表面的分子、原子、离子及电子等溅射出来,被溅射出来的粒子带有一定的动能,沿一定的方向射向基体表面,在基体表面形成镀层。

磁控溅射与其他镀膜技术相比具有如下特点:可制备成靶的材料广泛,几乎所有金属、合金和陶瓷材料都可以制成靶材;在适当条件下多元靶材共溅射方式,可沉积配比精确恒定的合金;在溅射的等离子体中加入 O_2 , N_2 或其他活性气体,可沉积形成靶材物质与气体分子的化合物薄膜;通过精确地控制溅射镀膜过程,容易获得均匀、高精度的膜厚;通过离子溅射靶材料物质由固态直接转变为等离子态;溅射镀膜速度快,膜层致密,附着性好等特点,很适合于大批量、高效率工业生产。近年来磁控溅射技术发展很快,具有代表性的方法有射频溅射、反应磁控溅射、非平衡磁控溅

射、脉冲磁控溅射、高速溅射等。

2) 了解材料科学,尤其是晶体结构变化体现出迥异的外部特征

随着 N 含量的增加,TiN 薄膜呈现出不同的外观颜色以及不同的物理、化学性能。TiN 薄膜材料在微电子器件中作为扩散阻挡层、耐摩擦磨损材料、光电材料等,也常常被作为一种典型的沉积材料来对比各种沉积技术的优劣。纯金属 Ti 的晶体为 bcc 或 hcp 结构,随 N 含量的增加,转变为 fee 结构的化合物。在转变之间存在许多的中间相。当 N 成分增加时,价电子数目增加,TiN 颜色变成亮黄色,其他的各种物理、机械性能也发生显著变化,非化学比例的 TiN 有大量的空位,导致各种特性有非常大的变化,比如 TiN 的颜色依赖于 N 成分,随 N 含量的增加,颜色从灰色的 Ti 变成亮黄色,然后依次为金黄色、褐色、青铜色和红色^[10]。

3) 探索研究外部参量对实验结果(薄膜性能)影响的重要性

作为一种非平衡的物理、化学过程,各种沉积方法具有不同的放电特性,由此影响薄膜的特性。研究表明,放电气体成分、放电电压、基体温度和偏压等基本参量是影响薄膜结构、性能的主要因素。本实验可以进一步拓展,研究放电气压、 N_2 和 Ar 气流比例或者电压等外部条件对于薄膜厚度的影响规律,并使用台阶仪进行测量。

此课程的设置,既能使学生掌握基本的真空、材料、物理领域的基础知识,又能提高他们对科学研究性实验的兴趣,培养探索性科研与撰写论文的初步能力。

2 实验过程

2.1 实验前期准备

以 6 人组成科研小组的形式进行实验。

首先,给学生布置预习要求,引导学生查阅文献,了解学习相关的知识及仪器各部件的工作原理、设计思想等。因为涉及的知识面较宽,6 名同学分工合作,分成 3 组查阅调研。第 1 组调研真空知识,包括真空的概念及实现手段,机械泵、罗茨泵、扩散泵的原理及构造知识;第 2 组调研电气知识,包括脉冲电源、磁场线圈控制知识,等离子体的产生原理;第 3 组调研材料学以及工艺气体知识,包括 TiN 涂层材料的性质与用途,Ar 在溅

射镀膜工艺中的广泛使用等;然后再汇总,共同学习、讨论。

其次,让学生到实验室熟悉仪器设备(图 1),对仪器各模块有初步的感性认识。设备主要的模块有溅射镀膜腔室、真空系统、冷却水、反应气体、高压电源、控制系统、电加热等。其中,溅射镀膜腔室中包含溅射靶、挂件旋转底座等;真空系统包含机械泵、罗茨泵、油扩散泵及规管、阀门等;反应气体有 Ar , N_2 , O_2 。

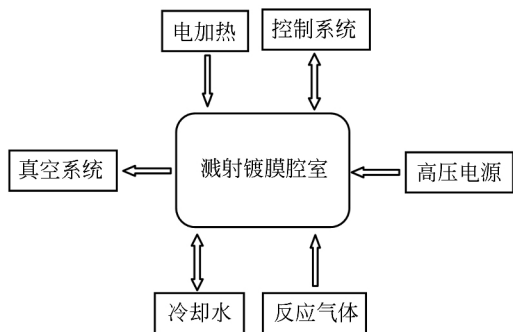


图 1 磁控溅射设备的主要模块

第三,研究制定初步的实验方案、实施办法,充分考虑提出实验中的注意事项及如何应对突发事件。在实验开展过程特别注意的事项主要涉及冷却水、高压电、压缩/工艺气体等辅助系统。例如,虽然对整个设备都做了接地处理,但是在课堂还必须放置绝缘棒,以做好触电挽救预案。另外,对学生来讲,比较陌生的应该是高压的 N_2/Ar 气瓶以及减压阀。因为其中的气压最高值可以达到 12 MPa,如果操作不当可能会导致气瓶开关飞出、气体的软管部分被撑爆等,所以一般由教师来操作气瓶及减压阀的开关。减压完成后,学生可以操作流量计等设备。

2.2 实验课堂组织

探索研究性实验的主体是学生,课堂上先请学生大致讲述他们的设计方案,对于学生设计中出现的问题,教师以问题的形式提出,引导学生思考,然后教师再给出必要的讲解。对仪器各模块的介绍,更侧重设计思想及应用领域。

首先向学生讲解真空镀膜广泛的应用领域与原理,尤其介绍与生活紧密结合的太阳能电池、眼睛框架、钻头等实例,先让学生有感性认识。对于设备本身(图 2,3)的讲解,采用由主及次的方法,先介绍真空镀膜机的主机台构成,可以打开镀膜

腔室观看里面的工件挂座、钛靶、加热装置等。接下来向学生展示磁控溅射镀膜机的外围附属设备,包括冷却循环水、控制电柜和高压电柜、真空泵以及气路连接、空气压缩机及各路阀门。讲解这些外围设备的作用、必要性、先后开关顺序及操作注意事项;讲解常用的真空技术的知识以及机械泵、罗茨泵、油扩散泵的结构及原理;讲解工艺气体(Ar 和 N_2)、高压气瓶及减压阀、流量计等原理及部件。



图 2 放电腔室、电弧靶、底座转架等实物图



图 3 部分真空系统(扩散泵、罗茨泵)实物图

讲解完成之后,启发学生按照流程进行实验操作,在学生操作的过程中要注意发现错误,及时引导。

首先要打开外围的辅助设备,启动冷却水以及压缩空气。需要注意:要检查水流动情况是否正常,确保水压达到 0.2 MPa 以上,然后查看压缩空气压强需要达到 0.5 MPa 以上。将待镀膜的工件放置在腔室中,并固定至基座上。然后启发学生打开控制柜电源,并依次打开机械泵、扩散泵、罗茨泵。需要注意三级泵的开启顺序,等管路真空达到一定值(0.5 Pa 左右)以下才可开扩散泵,扩散泵需进行预热。

启发学生依次加热真空室,打开基座旋转架,送 Ar 气清洗腔室。需要注意的是,如果省掉清洗环节,薄膜可能会因为氧化作用而呈现异样颜色。

清洗完成后,可以依次送入工艺气体,开偏压进行镀膜工艺。在溅射镀膜过程中,可以通过观察窗看到辉光产生。在此需要提醒学生,观察窗的挡板不能长时间打开,以免将观察窗镀膜。如果时间允许,部分学生可以尝试不同的气体成分比例来获得不同颜色/组分的薄膜。另外,此设备也可以进行纯 Ti、TiO₂ 的薄膜制备,给学生发挥自己创新能力的空间。

镀膜完成后,依次关闭多弧靶电压与基座偏压以及气体流量计等。等达到放气要求后,依次关闭真空系统,取出样品,关闭相应阀门及电源系统,关闭压缩机与循环水系统。然后,采用台阶仪测量样品不同位置的厚度,并做误差分析。另外,对于时间充足的学生,可以尝试通入不同的 N₂ 流量,以获得不同颜色的薄膜。以图 4 中的工件为例,某参量下镀 TiN 薄膜后观察到明显的金色涂层。

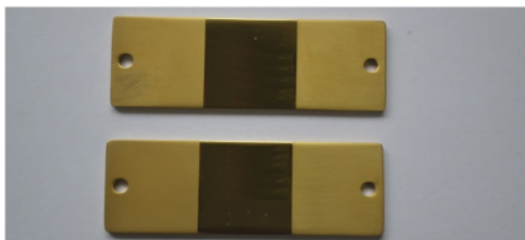


图 4 镀 TiN 薄膜工件图片

2.3 实验课后总结

实验课后总结包括结果分析与讨论,介绍引导学生使用科学研究用的数据处理软件、误差分析、撰写研究论文等。其中,研究论文的撰写是重中之重。

普通的大学物理实验都是采用实验报告的格式,而探索性实验采用科研论文的撰写格式。论文内容包括:题目、作者、摘要、正文 4 个部分。正文分为以下 4 个部分:引言、实验内容与方法、实验步骤与数据、实验结论与讨论。

2.4 初步结果及面临的困难和解决方案

对于大学生来讲,目前开展磁控溅射镀膜探索研究性实验主要面对的问题及拟解决方案分列如下:

与基础性的大学物理实验相比,本实验面临的首要困难是涉及的知识面广,如上述的真空、高电压、材料,甚至等离子体等。对于此,很有必要制作具有丰富动画效果的课件,提前共享在学生

的平台系统,供学生提前学习。从另外一方面讲,本实验可以较大范围地拓展学生的知识面,深化学习过的相关理论知识。

其次,磁控溅射设备的危险性。本实验涉及到了压缩空气、高压电源,如果不按要求操作,很有可能带来危险。这也是一把双刃剑,在充分讲解与严格的规范前提下,可以使学生对科学研究有比较严肃的认识,养成严谨的操作习惯。

另外,对于膜厚的测量手段,目前主要采用台阶仪,这也是国内外实验室通用的测量手段,缺点是镀膜完成后需取样另行测量,不能有效地实时监测。为了解决这一问题,实验室已经购买了英福康公司生产的微天平,将其安装在此装置上,使用晶振片来实现膜厚的实时监测。

3 结束语

基于大连理工大学等离子体物理国家重点学科优势、三束材料改性教育部重点实验室自主开发的磁控溅射镀膜设备,以及国家级物理实验教学示范中心在探索研究性实验方面积累的教学经验与方法,本文介绍了开设课程所需要的软硬件条件与知识体系、课程设计思路与方法,讲述了实验的前期准备、课堂组织流程以及面临的困难和相应解决办法,探索了推广开展此探索研究性实验的可行性。通过初步探索性地开展此课程,并结合具体的描述与讨论,我们认为在有条件的高校将磁控溅射镀膜设备推广于大学探索研究性实验具有可行性。

参考文献:

- [1] 张剑荣. 构建研究型实验教学平台 实施研究性实验教学[J]. 中国大学教学, 2014(7): 84-87.
- [2] 余虹,秦颖,王艳辉,等. 大学物理实验 [M]. 2 版. 北京:科学出版社, 2015: 2-3.
- [3] 田庆国,崔宇明,张红霞. 光纤技术理论教学与实验教学改革初探[J]. 实验室科学, 2011, 14(6): 59-61.
- [4] 李玲,余后强. 《磁共振原理与设备》教学实验研究[J]. 电脑知识与技术, 2014, 10(6): 1259-1262.
- [5] 屈国普,郭兰英. 核物理与核技术专业的核物理实验课程的现状及改进[J]. 核电子学与探测技术, 1999, 19(3): 239-241.
- [6] 王中平,谢宁,张宪峰,等. 原子力显微镜实验的教学研究[J]. 物理实验, 2015, 35(5): 24-29.

- [7] 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.
- [8] 任峰,李美亚,蔡光旭,等. 离子注入技术在大学研究型实验教学中的开展[J]. 物理实验,2014,34(3):23-28.
- [9] 王福贞. 真空镀膜技术的进展[C]//第 11 次全国热处理大会论文集. 太原,2015:1153-1159.
- [10] 牟宗信. 非平衡磁控溅射沉积系统放电特性和沉积 TiN_x 薄膜应用研究[D]. 大连:大连理工大学,2005:24-25.

Primary attempt for carrying out exploratory experiment course on magnetron sputtering

WANG Qi, WANG Yan-hui, MU Zong-xin, ZHAO Ji-jun

(Key Laboratory of Materials Modification by Laser, Ion and Electron Beams of Ministry of Education, School of Physics, Dalian University of Technology, Dalian 116023, China)

Abstract: Knowledges, including vacuum, high voltage, materials preparation were all involved in the magnetron sputtering experiment. This course was carried out based on the teaching experience and methods of the National Physics Experiment Teaching Demonstration Center, the knowledge system of National Key Disciplinary of Plasma Physics of Dalian University of Technology, and the manual-operated magnetron sputtering equipment made by the Key Laboratory of Materials Modification by Laser, Ion and Electron Beams of Ministry of Education. In this paper, the knowledge composition and equipment module was recounted. The design idea, the preparation, the class organization and the preliminary results were described. Moreover, the main difficulties and the corresponding solutions were also given.

Key words: exploratory experiment; thin film technique; magnetron sputtering

[责任编辑:任德香]

(上接第 29 页)

Measurements of the horizontal component of geomagnetic field

HU Xiao-peng, ZHOU Jin

(School of Physics, Nanjing University, Nanjing 210093, China)

Abstract: The horizontal component of geomagnetic field was measured using a dynamical method. By changing the value and direction of the current in a circuit, the harmonic vibration periods of a magnetic needle were measured in a hybrid magnetic field, consisting the horizontal component of geomagnetic field and an additional one from a Helmholtz loop. By plotting the data, the critical current was obtained when the net magnetic field on the needle was zero. Then the horizontal component of geomagnetic field was determined.

Key words: geomagnetic field; Helmholtz loop; compensation method; vibration

[责任编辑:尹冬梅]