

使用螺旋线圈,在磁控管靶正前方的等离子体室中能够产生附加 RF 或微波放电。此微波放电属于分布的电子回旋共振类型。电感耦合放电是 RF 激发的目的。然而,不能排除,电容模至少部分地引起了 RF 等离子体的产生。尽管附加放电须用磁控管溅射放电引燃,但它是自持放电,因为在溅射放电停止的情况下,它还在继续燃烧。用附加放电电离工作介质,并用这种方法大大增强了溅射放电。虽然 RF 和微波附加放电有着相同的功能,但在由它们增强的磁控管放电之间有一定的差别。

本项工作表明:①无 RF 等离子体增强情况下,磁控管放电中基体电流密度  $i_s$  随氩压强  $p_{Ar}$  的变化大约在  $p_{Ar} = 0.5\text{Pa}$  时显示出最大值,如果采用 RF 等离子体增强,则完全可以排除到较低气压时  $i_s$  的降低。②在存在附加 RF 放电情况下,特别低气压下和短距离  $d_{s-t}$  (基体与靶的距离)上,  $i_s$  剧烈增大。在  $p_{Ar} = 0.05\text{Pa}$  和  $d_{s-t} = 55\text{mm}$  情况下,当提供给附加放电的 RF 功率为 400W 时,这种增大高达 1 个数量级。③  $i_s$  随  $p_{Ar}$  和  $d_{s-t}$  增大而减小。例如,在  $p_{Ar} = 0.1\text{Pa}$  和  $p_{Ar} = 400\text{W}$  时,  $i_s$  值在  $d_{s-t} = 125\text{mm}$  时比在  $d_{s-t} = 55\text{mm}$  时低 1/2。

RF 放电与磁控管溅射放电相结合,目前正用来增加气体和溅射原子的电离。这样的系统能很好地运行在 0.1Pa 或更高一些的气压下,即运行在磁控管放电能自持和无磁场时能够简单地产生附加 RF 放电的条件下。本工作清楚表明,如果在存在磁场情况下产生附加 RF 或微波放电,则可将电离增加到 10 倍。在围绕螺旋线圈(激发附加放电)的 SmCo 磁体的磁场具有与磁控管磁场相同取向的情况下,可达到最大电离。这种溅射系统也运行在低于 0.1Pa 的低压下,气压甚至还可降低到磁控管溅射放电不能自持的水平。在用微波等离子体维持磁控管溅射放电,并使用了具有 100mm 直径 Cu 靶的磁控管的这种系统中,已达到了 0.007Pa 的最低溅射压强。这些结果使得人们能够在强的离子辅助下低压溅射沉积生长薄膜。

豫民摘译自 J. Vac. Sci. Technol., 1997; A15(4):1999 荒禾较

PECVD 涂镀 碳氟化合物  
用脉冲 PECVD 涂镀柔韧 丝涂层 薄膜  
碳氟化合物丝涂层

李兵

04841

美国麻省理工学院化学工程系的 Scott 等,提出了一种用碳氟化合物材料涂镀细丝的处理方法,这种材料柔韧而保形。这个工艺能调节薄膜的化学成分,以达到与 PTFE(聚四氟乙烯)块类似的化学剂量和性质。

将未稀释 HFPO(六氟丙烯氧化物)以  $23\text{cm}^3/\text{min}$  的流量流入电极间容积为  $261/\text{cm}^3$  的平行板反应器中,进行了 PECVD(等离子体增强化学气相沉积)。利用了 1Torr 的反应器压力。所加的频率为 13.56MHz 的 RF 或者是脉冲式的,其工作循环周期为 10ms 接通时间和 400ms 断开时间,或者是连续加上的。加到平行板电极的 RF 功率密度对连续的 PECVD 为  $0.49\text{W}/\text{cm}^2$ ,而对于脉冲的 PECVD 为  $2.7\text{W}/\text{cm}^2$ 。连续 RF 实验的较低功率密度是沉积所

要求的,因为在较高功率密度下会发生蚀刻。薄膜沉积在  $25\mu\text{m}$  直径的不锈钢丝上,钢丝的端部电接地并与用背部水冷却保持在  $293\pm 3\text{K}$  的下面电极热接触。在四周备有支柱的铝环用来悬挂下面电极上方的  $0.5\text{cm}$  丝基体。另外,利用脉冲 PECVD 涂镀了轴直径为  $45\mu\text{m}$  的锥形铍探针(其端点细到  $5\mu\text{m}$ )。探针为电浮动的并置放在电极之间的中心处。探针支架放在为 PTFE(聚四氟乙烯)板块上打的孔内,从而允许铍制轴悬挂在下面电极上方  $1\text{cm}$  处。

利用 ESEM(环境扫描电子显微术)测量了所有的薄膜厚度。此外,XPS 和 FTIR 光谱术用来确定相同条件下硅晶片上沉积的薄膜的化学成分。为了得到  $\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_2$ 、 $\text{CF}$  和  $\text{C-CF}$  分量的积分面积,解褶积了 XPS 谱线的形状。假设每个分量都具有  $60/40$  的高斯/洛伦兹谱线形状,其最大值的一半处的全宽度固定为  $2\text{eV}$ 。那么就可获得预计的和实验的薄膜 XPS 谱的良好相关性。另外,对于  $\text{CF}$  和  $\text{C-CF}$  分量,允许中心结合能量变化  $\pm 0.2\text{eV}$ ,而同时保持其它的不变。对于 FTIR 实验,将正常的透射模式应用到沉积的硅晶片上。椭圆率测量法用来确定薄膜的折射率。

涂镀的薄膜必须具有的最重要的性能之一就是物理应力下的结构完整性。由于在植入期间的处理和生物医学系统内的物理应力,材料的柔韧性是很重要的。为了定性地评价涂层的柔韧性和影响它的因素,采用了  $10\mu\text{m}$  厚碳氟化合物涂层沉积的直径  $25\mu\text{m}$  的两种不锈钢丝样品。对于一种样品,由连续的 PECVD 产生沉积薄膜。对另一种样品,利用脉冲 PECVD 产生沉积薄膜。沉积条件的不同导致了薄膜化学成分的不同。在连续 PECVD 薄膜的碳 ISXPS 谱中, $292\text{eV}$  处的峰象征着  $\text{CF}_2$  结合环境。去褶积显示, $\text{CF}_2$  峰只能占 1 谱面积的  $32\%$ ,而代表  $\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}$  和  $\text{C-CF}$  的其它峰分别占  $23\%$ 、 $22\%$  和  $23\%$ 。从这些面积导出的  $\text{F/C}$  比值为  $1.55$ 。反之,脉冲 PECVD 薄膜包含较高百分数( $65\%$ )的  $\text{CF}_2$  以及较低百分数(分别为  $16\%$ 、 $10\%$  和  $9\%$ )的  $\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}$  和  $\text{C-CF}$ 。较高浓度的  $\text{CF}_2$  导致了  $1.88$  的  $\text{F/C}$  比值。

正如在 ESEM 结果中所观察到的那样,成分的不同与结构的完整性明显不同有关。对于这种分析,用涂镀的细丝制作了  $800\mu\text{m}$  直径的环。也检验了使用刀片切割的剖面。尽管在制作  $800\mu\text{m}$  直径的环时连续 PECVD 沉积的薄膜破碎和分离,但脉冲沉积样品没有显示出结构损坏的迹象。沿整个环路未观察到破裂或脱落。而且,剖面图显示出清晰的切口。没有由于脆性而破碎的痕迹。因此证明从脉冲 PECVD 沉积的薄膜是柔韧的,而连续 PECVD 薄膜是脆性的。由于脉冲 PECVD 涂层的柔韧性质,将使电和生物性能测量变得极为方便,并增大了在技术上应用的可能性。

有许多因素都可影响脉冲 PECVD 薄膜的机械柔韧性。这些包括薄膜形貌及薄膜与基体之间热膨胀系数的配度。在用来涂镀不锈钢细丝的脉冲和连续 PECVD 工艺中,估计生长速率为  $10\pm 2\text{\AA}/\text{s}$ ,并且由于电极的背部冷却,假设不锈钢丝温度是类似的。由于类似的生长速率和温度,两种涂镀丝样品的形貌和热失配度不可能有明显区别。然而,用 XPS 和 FTIP 观测到的两种涂层的化学成分极为不同。

总之,脉冲 PECVD 是一种沉积碳氟化合物聚合物薄膜的有前途的方法,其  $\text{CF}_2$  份额比常规连续 PECVD 的高得多。因此,脉冲 PECVD 薄膜在化学性质上更类似于整体 PTFE。已获得了数  $\mu\text{m}$  的薄膜厚度和非平面基体的覆盖层。采用丝环证明了脉冲 PECVD 涂层的柔韧性。这种柔韧性是对连接微电子学或生物应用中的集成电路互连线的涂层的一个关键要求。已证明了具有复杂形状和小总体尺寸的其他生物器件的涂层。由于沉积是在室温下

进行的,所以它们适用于对热敏感的基体,比如聚合管道。也已证明,脉冲 PECVD 能够控制碳氟化合物聚合薄膜的分子结构,而且可将连续随机网格分析应用到这些材料上。

李兵摘译自 J. Vac. Sci. Technol., 1997; A15(4): 1814 凡夫校

5/ 9-11  
装置和产品

加速器 离子源

TL5:3,3

PIG

加速器用的离子源

GSI ECR

康平红

加速器装置(UNILAC)通常是脉冲的,脉冲重复率为  $50\text{s}^{-1}$ 。因此,或者离子源以一种脉冲方式运行,或者在 ECR(电子回旋共振)离子源(它一般以直流方式运行)的情况下,宏观脉冲是由一个静电断续器产生的。由实验确定占空系数。最大脉冲宽度小于  $6\text{ms}$ 。为了注入到同步加速器 SIS,需要低得多的占空系数( $0.3\text{s}^{-1}$ ,  $300\mu\text{s}$ )。然而,要将同步加速器充满到空间电荷极限,就需要比以  $50\text{s}^{-1}$  运行的 UNILAC 实验强得多的脉冲电流。

PIG(彭宁源)和各种强流源(CHDRDIS, MUCIS, MEWA)将束馈入到 Widerøe 结构,该结构具有  $11.41\text{keV/u}$  的比输入能量,而 ECR 以  $2.5\text{keV/u}$  的比输入能量注入到 RFQ(射频四极直线加速器)。这个比输入能量与可用的引出和后加速电压确定了源所要求的电荷态。例如, Widerøe 结构处的参考离子束要求电荷态  $u^{10+}$  ( $m/q < 24$ ),而对于 ECR 注入器,所要求的电荷态为  $u^{28+}$  ( $m/q < 8.5$ )。

对于彭宁离子源, GSI 现有最丰富的经验。该源或者以所要元素的气体形式运行,或者假如这种元素不是现有的,就采用溅射技术。这样,大多数元素都可得到了。某些情况下,有必要对用作溅射电极的材料进行特殊处理。

源的寿命依赖于特定的运行模式,象负载载环,但需在 1-3 天之内。这种源的典型故障是:①加热灯丝被损坏;②溅射电极材料被耗光;③溅射电极与阳极之间的短路使溅射是不可能的。在这些故障下就必须更换源,这将中断束时间大约 1h,直到束又在靶上为止。

尤其对于同步加速器注入,要求更强的电流。为增加 PIG 源的输出电流,已采取了一些措施,或正在试验台上进行研究。①短脉冲运行。由于源在较小的占空系数下运行,就可施加较高的脉冲功率,从而产生较高输出离子电流。这种方法仅能用于 SIS 注入。②现有最重溅射气体的使用。通常,氦用作溅射气体。用氦代替氦,溅射粒子的输入电流就会增加。这种方法可用于低占空系数以及  $50\text{s}^{-1}$  的运行模式。③使用脉冲供气系统将有可能增加较高的电荷态。④较高的引出电压将提高输出离子电流。然而,如果引出电压太高,就会出现火花,降低可靠性。⑤要把放电体积向引出缝抽空,则提出了用交叉  $E \times B$  场。

彭宁源技术数据如下:阳极室,  $8\text{mm} \varnothing \times 50\text{mm}$ ; 阴极, 间接加热; 反阳极, 冷的; 引出缝,