

消除磁控溅射 Cr 薄膜应力环状缺陷的工艺优化

付学成¹ 陈亮² 王英^{1*} 杜鸿基^{2*} 史凯旋¹

(1. 上海交通大学 先进电子材料与器件平台 上海 200240; 2. 北京维开科技有限公司 北京 101300)

Process Optimization for Eliminating Stress Ring Defects in Magnetron Sputtered Cr Films

FU Xuecheng¹, CHEN Liang², WANG Ying^{1*}, DU Hongji^{2*}, SHI Kaixuan¹

(1. Center for Advanced Electronics Materials and Devices, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China; 2. Beijing Vikaitech Ltd, Beijing 101300, China)

Abstract To address the issues of periodic concentric circular fringes and stress ring defects observed in the magnetron sputtering deposition of Cr thin films, this paper proposes a process optimization strategy combining working pressure regulation with dual-target co-sputtering. The effects of various working pressures and target configurations on stress distribution were systematically investigated and compared through experiments. The results indicate that increasing the working pressure and introducing a dual-target confocal facing sputtering configuration can significantly enhance the scattering of sputtered particles during transport, thereby effectively mitigating the bombardment of high-energy particles on the substrate. The optimized process successfully eliminated the concentric circular fringe defects on the film surface and significantly improved the uniformity of stress distribution, providing a reproducible technical pathway for the fabrication of high-quality chromium thin films.

Keywords Magnetron sputtering, Chromium thin film, Concentric ring patterns, Stress regulation, Stress uniformity

摘要 针对磁控溅射沉积 Cr 薄膜中出现的周期性同心圆条纹及应力环状缺陷问题, 文章提出了一种通过工作气压调控结合双靶共溅射的工艺优化方案。通过系统实验对比了不同气压及靶位布局对应力分布的影响。结果表明, 提升工作气压并引入双靶共焦正对溅射技术, 可显著增强溅射粒子在输运过程中的散射作用, 有效减弱高能粒子对基片的轰击。优化后的工艺成功消除了薄膜表面的同心圆条纹缺陷, 并显著改善了应力分布的均匀性, 为高质量铬薄膜的制备提供了可重复的技术路径。

关键词 磁控溅射 铬薄膜 同心圆条纹 应力调节 应力均匀性

中图分类号: TB43

文献标识码: A

doi: 10.13922/j.cnki.cjvst.202602018

物理气相沉积(PVD)技术,特别是直流磁控溅射(DC Magnetron Sputtering),因其高沉积速率、低温工艺适应性以及优异的膜基结合力,被广泛应用于金属互连、耐磨涂层及光学薄膜的制备^[1-5]。然而,随着器件特征尺寸的微缩和晶圆尺寸的增大,薄膜的均匀性控制——包括厚度、微观结构及残余应力等成为制约良率的关键因素^[6-10]。

近期实验观察发现,在静态或仅作自转的衬底

上溅射沉积金属铬(Cr)薄膜后,利用形状测量激光显微系统进行表面形貌表征时,会出现明显的周期性同心圆明暗条纹;同时应力测试也揭示了薄膜内部存在显著的环状应力分布。这种现象并非个例,这可能与磁控溅射源环形的电磁场构型及粒子输运过程密切相关。本文通过调控工作气压与引入双靶共溅射技术,增加溅射粒子在沉积过程中的散射作用,使到达基片的粒子流能量减弱,从而有效降

收稿日期: 2026-02-22

基金项目: 国家自然科学基金重大项目子课题(62090052)

* 联系人: E-mail: wangying@sjtu.edu.cn; jdu@vikaitech.com

低高能轰击引起的应力,同时使应力分布均匀性得到显著改善,成功减少了薄膜的同心圆条纹缺陷,并通过多物理场耦合分析,定量解释这一现象的成因。

1 实验部分

1.1 实验设备

实验采用北京维开科技有限公司的 M600 多靶磁控溅射镀膜系统沉积铬薄膜,如图 1。该设备具备 4 个靶枪,靶枪对称布局。配有直流(DC)和射频(RF)电源各两个,靶枪电源可以相互切换。靶枪和工件台夹角约 45° ,工件台转速 $0\sim 10\text{ r/min}$ 可调,满足 200 mm 的样品沉积薄膜。设备的抽气通道口与工作气体入口采用对称设计,能够通过平衡腔体气流,减少气体分布不均导致的等离子体分布不均,从而提升薄膜均匀性^[11]。

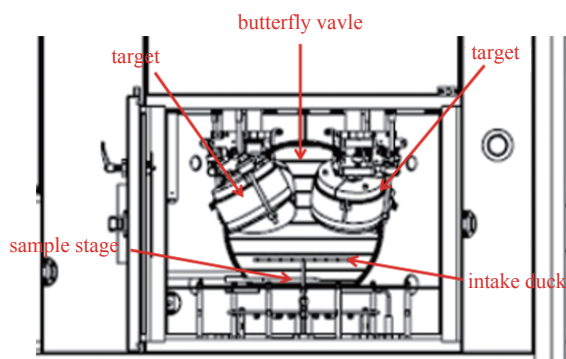


图1 维开磁控溅射沉积系统结构示意图

Fig. 1 Schematic diagram of ViKaitech magnetron sputtering deposition system

1.2 实验耗材

为了对比不同工艺条件下沉积金属铬薄膜样品的应力,实验准备 3 片清洗干净的 200 mm P 型 (100) 单面抛光的单晶硅片。溅射使用直径 100 mm 纯度 99.999% 的铬靶材由中晟恒安提供。

1.3 薄膜样品的制备

为了消除应力环缺陷,本研究通过调控工作气压及引入双靶共溅射技术,对沉积过程中的粒子输运进行了系统性干预。实验制备了三类典型样品:样品 A (0.15 Pa , 单靶)、样品 B (0.40 Pa , 单靶) 及样品 C (0.40 Pa , 双靶),具体工作如下:

硅片传进工艺腔前,先用应力仪测试硅片的初始曲率分布图,并保存数据。磁控溅射沉积铬膜的工艺条件分别如下:

实验一:本底真空为 $1.0\times 10^{-4}\text{ Pa}$,单靶直流溅射功率为 400 W ,Ar 流量为 20 mL/min (标准状态),工作气压 0.15 Pa ,靶材距离样品中心的距离约 12 cm ,工件台旋转速度为 6 r/min 。沉积薄膜前预溅射 3 min ,对铬靶材表面进行清理。溅射铬膜的工艺时间是 10 min ,沉积薄膜的过程中,工件台不加热,制备的薄膜样品命名为 A。

实验二:本底真空,单靶直流溅射功率与实验一相同,Ar 流量增加到 60 mL/min ,工作气压 0.40 Pa ,溅射铬膜的工艺时间是 10 min ,制备的薄膜样品命名为 B。

实验三:在实验二工作气压的基础上,将单靶直流溅射改为双靶共焦正对直流溅射如图 2(b)。溅射

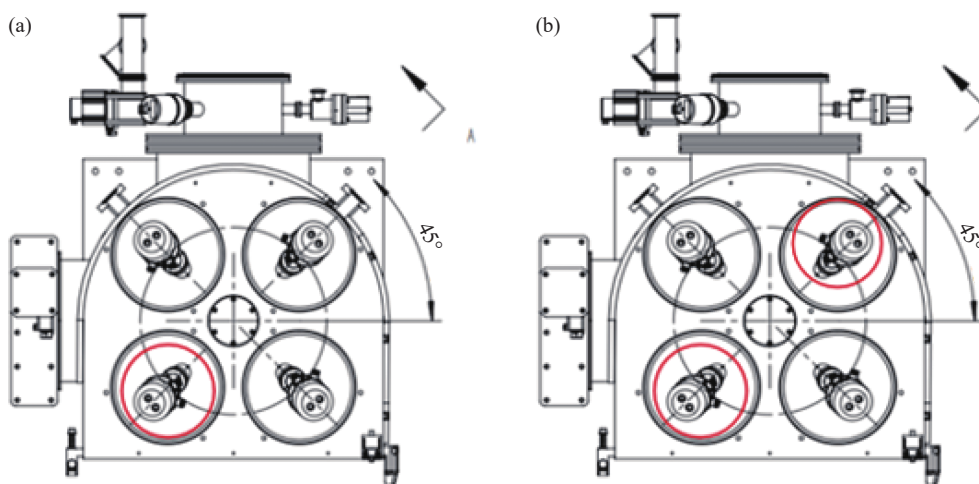


图2 单靶与双靶材共溅射工作靶位俯视图(标红)。(a)单靶溅射工作靶位(标红),(b)双靶溅射工作靶位(标红)

Fig. 2 Single-target and dual-target co-sputtering working target position top view (circled in red). (a) Working target for single-target sputtering (circled in red), (b) working target positions for dual-target sputtering (circled in red)

铬膜的工艺时间是 5 min, 制备的薄膜样品命名为 C。

在每次沉积样品时, 放置陪片测试薄膜厚度, 作为沉积样品薄膜厚度的参考值。

2 检测与表征

KLA-P7 台阶仪测量 A, B, C 三样品陪片的铬膜厚度, 形状测量激光显微系统 VK-X3000 测量样品表面纹理, FSM-500TC 薄膜应力仪器测量制备薄膜样品的应力分布情况, 具体结果如下。

2.1 样品表面纹理测试

采用相移干涉法(PSI)测量样品表面纹理, 扫描范围设定为 $17500\ \mu\text{m} \times 17500\ \mu\text{m}$, 为了确保充分捕捉干涉信号变化, 步长设置为 50 nm, 每个样品分别测试上、中、下 3 个点。测量样品 A、B、C 表面形貌如图 3, 图 4, 图 5。

2.2 薄膜样品应力测试

台阶仪测得 A, B, C 三样品陪片的铬膜厚度约

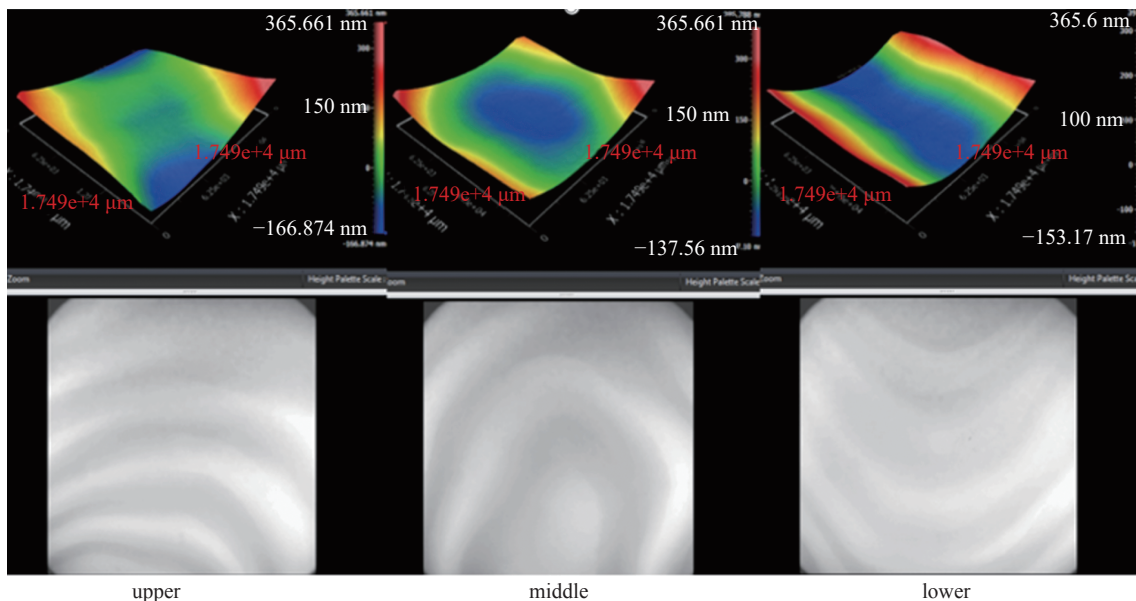


图3 相移干涉法(PSI)测量样品 A 表面形貌图

Fig. 3 Surface topography map of sample A measured by phase shifting interferometry (PSI)

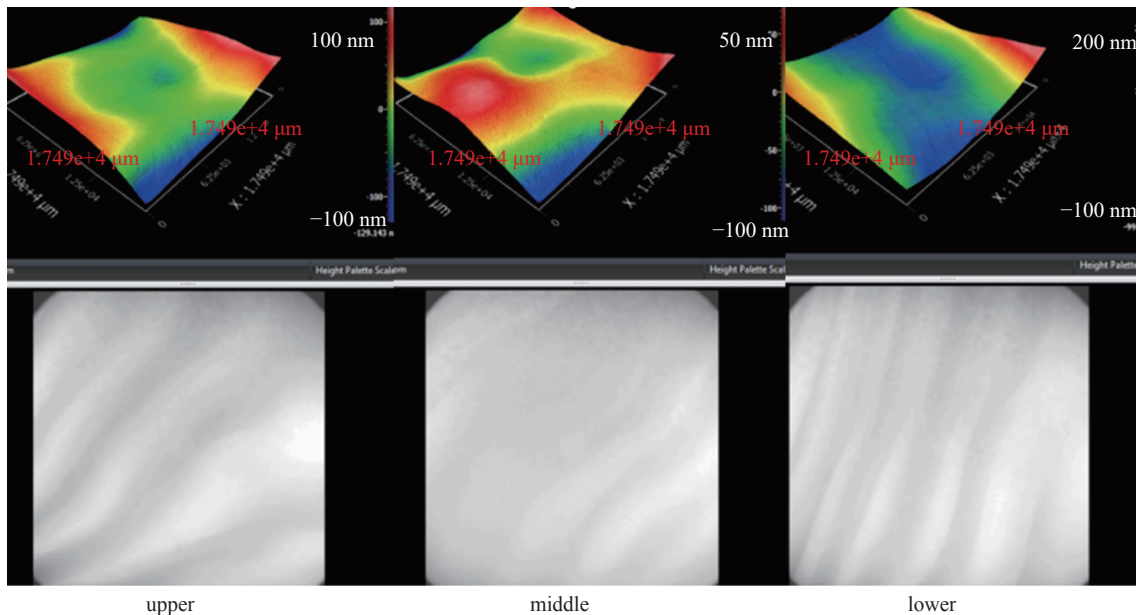


图4 相移干涉法(PSI)测量样品 B 表面形貌图

Fig. 4 Surface topography map of sample B measured by phase shifting interferometry (PSI)

为 202 nm, 205 nm, 199 nm。将仪器设定恒温 26℃, 避免热漂移干扰影响测量精度。调用沉积铬膜前 A、B、C 硅片初始曲率分布图, 并输入样品沉积铬膜的

厚度。将待测样品分别利用定位销精确定位, 仪器设定自动切换 650 nm 与 780 nm 双波段激光进行 Map 全场扫描, 测量结果如图 6, 图 7, 图 8。

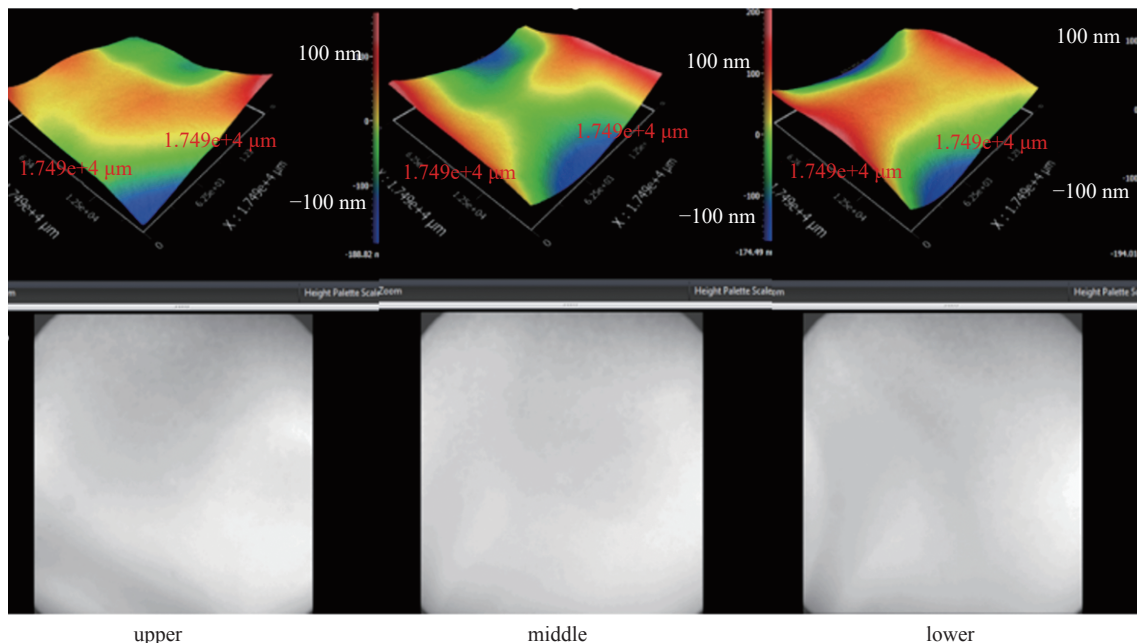


图5 相移干涉法(PSI)测量样品 C 表面形貌图

Fig. 5 Surface topography map of sample C measured by phase shifting interferometry (PSI)

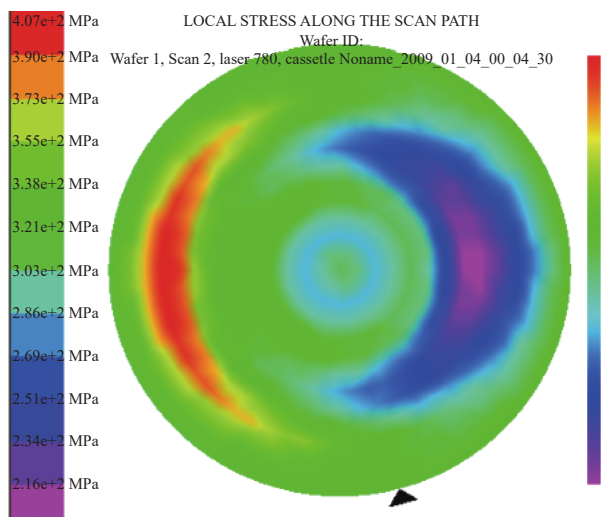


图6 样品 A 的应力分布结果

Fig. 6 The results of the stress distribution of sample A

3 实验结果分析与讨论

3.1 表面形貌与同心圆条纹分析

由图 3-图 5 可以看到: 通过对不同工艺条件下制备的铬薄膜进行表面形貌表征, 可以观察到工艺参数对环状缺陷影响显著。在 0.15 Pa 的较低工作压力下, 样品 A 表面呈现出极为明显的周期性同心

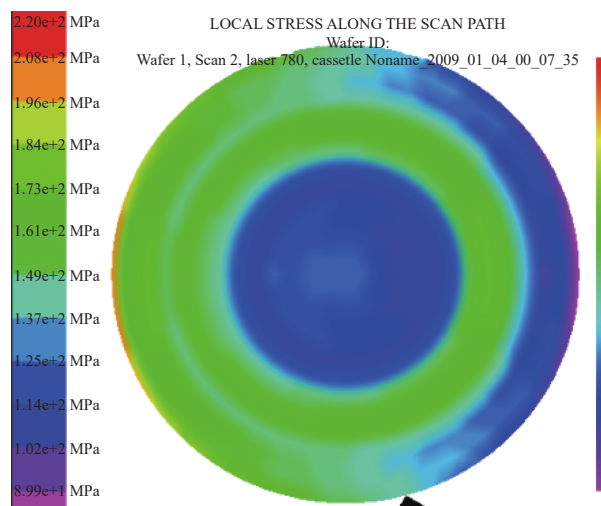


图7 样品 B 的应力分布结果

Fig. 7 The results of the stress distribution of sample B

圆明暗条纹。从物理光学机制分析, 这种明暗相间的条纹本质上是牛顿环(Newton's Rings)等厚干涉图样。这可能是由于铬薄膜内部存在旋转对称的非均匀分布应力场, 这种应力梯度会驱动硅片衬底发生穹顶状(Dome-shaped)或非球面弯曲。当发生弯曲的晶圆表面置于干涉仪的平面参考镜下时, 两者之间形成了一个空气劈尖, 对于中心波长为 λ 的

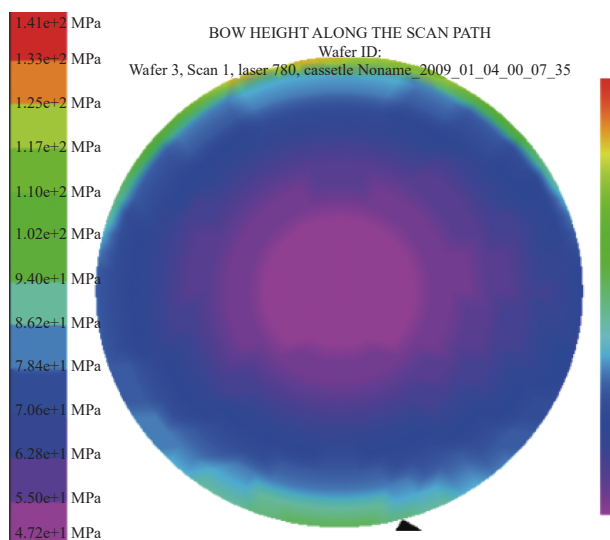


图8 样品 C 的应力分布结果

Fig. 8 The results of the stress distribution of sample C

入射光, 其干涉条纹满足以下关系: $r_m = \sqrt{m\lambda R_{\text{curv}}}$

其中 r_m 为第 m 级条纹半径, R_{curv} 为曲率半径^[12-14]。条纹密度直接反映了局部斜率的大小, 即条纹越密集, 说明衬底弯曲越严重, 该区域的应力梯度越大。

由测试结果可以得出, 在 0.15 Pa 低气压环境下, 溅射粒子经历的碰撞较少, 保持了较高的动能和强烈的方向性, 直接导致了能量分布的非均匀性。当工作气压提升至 0.40 Pa 时, 虽然仍能观察到条纹, 但其对比度和清晰度较样品 A 显著降低。造成这种结果的原因可能是, 在磁控溅射腔体中, 粒子的输运特性由平均自由程 λ 由工作气压决定的, 由平均自由程计算公式 $\lambda = \frac{k_B T}{\sqrt{2} \pi d^2 p}$ 。其中: k_B 是玻尔兹曼常数 (1.3806×10^{-23} J/K)。 T 是气体的热力学温度。考虑到溅射过程中等离子体的热效应, 气相分子的实际温度往往高于室温, 但在进行定量基准对比时, 本文统一采用 $T = 300$ K 这一标准设定。 d 是粒子的动力学直径。对于工作气体 Ar, 其标准的硬球碰撞直径取值为 $d = 0.34$ nm。 p 是腔体内的静态工作气压。将气压代入实验参数, 可以求得不同气压下 Ar 原子的平均自由程。

在 0.15 Pa 较低压工艺下: $\lambda_{0.15} = \frac{1.38 \times 10^{-23} \times 300}{\sqrt{2} \times 3.14 \times (0.34 \times 10^{-9})^2 \times 0.15} \approx 53.53$ mm, 当工作气压升高到 0.40 Pa 时, $\lambda_{0.40} = \frac{1.38 \times 10^{-23} \times 300}{\sqrt{2} \times 3.14 \times (0.34 \times 10^{-9})^2 \times 0.40} \approx 20.07$ mm。上述计算结果表明, 气压从 0.15 Pa 提升至 0.40 Pa, 使得气体分子的平均碰撞间距从 53.5 mm 骤降至 20.1 mm。这一数值

的变化在量级上深刻改变了溅射粒子的输运行为^[15], 即增加工作气压提升了粒子间的碰撞频率, 从而增强了气相散射效应, 使粒子流方向随机化并降低了能量。

为了衡量溅射粒子在输运过程中的受碰撞程度与平均自由程的关系, 引入无量纲参数 Kn , $Kn = \frac{\lambda}{L}$ 其中 L 为系统的特征长度, 在本实验设备中为靶材到样品中心的距离(靶基距), 取值 $L = 120$ mm。当 $p = 0.15$ Pa 时, $Kn = 53.53/120 \approx 0.446$ 。

在流体力学分类中, 当 Kn 处于 0.1 到 10 之间时, 系统属于“过渡流”范畴, 且高度偏向于“自由分子流”边缘。在这种模式下, 溅射出的 Cr 原子及反射的 Ar 原子在到达衬底前, 平均经历的碰撞次数极少(平均不到 2 次)根据动力学 Persistence 速度矢量保持性理论, 高能粒子在经过少数几次小角度散射后, 仍能保持其大部分初始动能和强烈的方向性^[16]。

这意味着, 靶材刻蚀槽产生的环状高能粒子束流几乎是“保真”地投射在衬底表面。这种“准弹道输运”(Quasi-ballistic Transport)导致了衬底径向能量输入的极大不均, 从而“刻画”出了明晰的应力环缺陷。当 $p = 0.40$ Pa 时, $Kn = 20.07/120 \approx 0.167$ 。此时, Kn 值显著下降, 意味着粒子输运进入了更深层次的碰撞受限区。溅射粒子在穿过 12 cm 的输运空间时, 平均会经历约 6 次碰撞 ($120/20.1$)。从碰撞动力学分析, 每一次碰撞都会导致粒子动能的显著衰减及运行方向的随机化。

引入双靶共焦正对溅射并维持高压工艺后, 薄膜表面的同心圆条纹基本消失, 形貌趋于平整均匀。这可能是由于双靶共焦溅射出来的铬原子在迁移到衬底前通过更多的碰撞, 进一步改变了原来的粒子流分布, 并通过空间碰撞重叠进一步抹平了局部沉积差异。

3.2 薄膜应力测试结果分析

应力仪的扫描结果(图 6-图 8)显示, 样品 A 的应力分布极不均匀, 呈现出明显的环状高应力区, 最高应力达到约 407 MPa。这一现象可能是圆形磁控靶材的“刻蚀槽(Race Track)”效应与原子喷丸(Atomic Peening)效应^[17-19]耦合共同作用的结果。

不同于理想的点源或平面蒸发源, 磁控溅射阴极通过正交电磁场将等离子体约束在靶表面的特定轨道上, “刻蚀槽”形成环形发射源(Ring Source),

根据 Holland 和 Behrndt 的经典真空沉积理论, 假设刻蚀槽半径为 R_s , 靶基距为 h , 对于正对靶材的平面衬底, 其径向位置 r 处的沉积厚度 $t(r)$ 服从以下分布规律^[20]:

$$t(r) \propto \frac{h(h^2 + r^2 + R_s^2)}{(h^2 + r^2 + R_s^2 + 2rR_s)^{3/2}} \quad (1)$$

由公式(1)可以看出, 沉积厚度和沉积通量对几何参数 h/R_s 具有高度敏感性。当 45° 夹角倾斜溅射时, 工件台近靶材端沉积速率远大于远靶材端。在溅射过程中, 工件台旋转, 使得样品近靶材端和远靶材端沉积通量趋于平均, 但无法弥补样品边缘与中间区域沉积通量的差异。这种厚度与通量的差异是后续产生局部应力梯度与形貌畸变的几何基础。

图 5, 图 6 出现的环状应力分布可能是本质上是“原子喷丸”效应^[21]在非均匀通量下的宏观表现。金属铬属于高熔点金属 ($T_m = 2180 \text{ K}$), 在室温沉积条件下, 其同系温度 $T_s/T_m < 0.2$ ^[22], T_s 为沉积过程中衬底的实际温度, T_m 为沉积材料的熔点。当 $T_s/T_m < 0.2$ 时, 达衬底表面的铬原子获得的能量不足以克服扩散势垒, 导致表面扩散作用极弱^[23]。在溅射过程中, 部分氩离子 (Ar^+) 在靶材表面被中和并发生弹性反射, 形成高能中性氩原子。这些高能粒子轰击正在生长的薄膜表面, 将表面原子“敲击”进入晶格间隙。这种行为会引起晶格畸变和体积膨胀, 从而产生巨大的压应力, 这种压应力的大小与轰击粒子的动量通量密切相关。由于靶材的“刻蚀槽”是高能粒子的主要发射源, 且反射粒子的角分布具有方向性, 导致衬底上不同径向位置受到的轰击强度存在显著差异^[24]。样品距离靶材较近的区域接收到的高能粒子通量最大, 且入射轰击角度较小, 动量传递效率最高。这导致该区域的薄膜极其致密, 压应力最大。样品距离靶材较近的区域, 粒子入射角增大, 自阴影效应 (Self-shadowing) 增强, 原子喷丸效果减弱^[25]。薄膜微观结构趋于疏松 (柱状晶间隙增大), 压应力降低。这种径向上的能量输入梯度 $\frac{dE}{dr}$ 直接映射为薄膜微观结构的梯度, 最终在宏观上形成了明显的环形应力分布。

当工作气压增大时, 增加了溅射粒子与背景气体的碰撞频率, 削弱了原子喷丸效应的强度及方向敏感性, 样品 B 的最高应力下降至 220 MPa , 图 6 的应力环状分布较图 5 变得相对模糊。样品 C 引入

双靶共焦技术后, 最大应力降至 131 MPa 且应力环状分布特征基本消失。这可能是由于双靶正对共溅射不但改变了原有的单一“环形源”分布, 同时通过两个粒子流在空间上的线性叠加与碰撞重叠, 抹平了径向能量梯度, 实现了全场应力的均匀化分布。

4 结论

结论: 本研究证实了磁控溅射 Cr 薄膜表面的同心圆条纹本质上是由于环状非均匀应力场引起衬底微弱形变而形成的干涉图样。通过提高工作气压, 利用背景气体对溅射粒子的散射作用, 可初步缓解高能粒子轰击引起的局部应力积累。在此基础上引入双靶共焦正对溅射技术, 通过多粒子流的空间线性叠加与碰撞重叠, 进一步抹平了沉积通量的径向梯度。最终, 优化工艺成功消除了薄膜的应力环缺陷, 实现了全场应力分布的高度均匀化, 为磁控溅射工艺中的应力调控提供了有效解决方案。

参考文献

- [1] Wasa K, Hayakawa S. Handbook of sputter deposition technology[M]. William Andrew Publishing, 1992: 46–48
- [2] Li W, Xiong C, Li X, et al. Effect of magnetron sputtering Ti-doped NbN coating on corrosion and scaling behavior of H62 brass[J]. *Ceramics International*, 2026, 52(1): 1178–1190
- [3] Chen W, Wang X, Tan K, et al. Design of pulsed DC magnetron sputtering power supply with adjustable igniting voltage[J]. *Vacuum*, 2026, 114778(243): 1–11
- [4] Sobetskii A, Mosinoui F L, Caramarin S, et al. Deposition and characterization of Cu-Enhanced high-entropy alloy coatings via DC magnetron sputtering[J]. *Applied Sciences*, 2025, 15(4): 1917–1917
- [5] Margono M, B D D, Dwi T W, et al. Hardness and microstructure of TiN coating on aluminum alloy with DC sputtering[J]. *Materials Science Forum*, 2024(1122): 11–18
- [6] Kang L. Microstructural and residual stress homogenization of titanium sputtering targets for OLED 6G applications through controlled rolling and heat treatment[J]. *Materials*, 2025, 18(21): 4965–4965
- [7] Schoderböck P, Ploner K. Residual stress depth profiling based on a triaxial stress model: the principal stress gradients in magnetron - sputtered molybdenum films[J]. *Journal of Applied Crystallography*, 2024, 58(1): 60–70

- [8] Wang Y, Li X, Yan X, et al. Effects of film thickness on the residual stress of vanadium dioxide thin films grown by magnetron sputtering[J]. *Materials*, 2023, 16(14): 1–10
- [9] Yin H, Han J, Xing Y, et al. Influence of pulsed DC sputtering power on the quality and residual stress of AlN films on Si (100) substrates[J]. *Crystal Research and Technology*, 2022, 57(5): 1–11
- [10] Mohammad M, S S M. Study of residual stress in reactively sputtered epitaxial Si-doped GaN films[J]. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 2022, 150: 1–9
- [11] Yan L R, Liang R R. Science principles and engineering technology of microelectronics manufacturing, 4th ed[M]. Beijing: Publishing House of Electronics Industry, 2012: 313
- [12] Puchert M K, Timbrell P Y, Lamb R N, et al. Thickness-dependent stress in sputtered carbon films[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 1994, 12(3): 727–732
- [13] Abadias G, Guerin P. In situ stress evolution during magnetron sputtering of transition metal nitride thin films[J]. *Applied Physics Letters*, 2008, 93(11): 111908
- [14] Shugurov A R, Panin A V. Mechanisms of stress generation and relaxation in thin films and coatings[J]. *AIP Conference Proceedings*, 2014, 1623: 575–578
- [15] Liu Q, Cai Z. Study on the characteristics of gas molecular mean free path in nanopores by molecular dynamics simulations[J]. *International Journal of Molecular Sciences*, 2014, 15(7): 12714–12730
- [16] Kovačič K, Bajt S, Šarler B. Numerical analysis of knudsen number of helium flow through gas-focused liquid sheet micro-nozzle[J]. *Fluids*, 2024, 9(12): 273–288
- [17] Windischmann H. Intrinsic stress in sputtered films[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum Surfaces and Films*, 1991, 9(4): 2431–2444
- [18] Kalyanasundaram N, Wood M, Freund J B, et al. Stress evolution to steady state in ion bombardment of silicon[J]. *Mechanics Research Communications*, 2008, 35(1-2): 50–56
- [19] Vink T J, Walrave W, Daams J L C, et al. Stress, strain, and microstructure in thin tungsten films deposited by dc magnetron sputtering[J]. *Journal of Applied Physics*, 1993, 74(2): 988–995
- [20] Swann S, Collett S, Scarlett I R. Film thickness distribution control with off - axis circular magnetron sources onto rotating substrate holders: Comparison of computer simulation with practical results[J]. *Journal of Vacuum Science and Technology*, 1990, 8(3): 1299–1303
- [21] Windischmann H. Intrinsic stress in sputter-deposited thin films[J]. *Critical Reviews in Solid State and Material Sciences*, 1992, 17(6): 547–596
- [22] Blachman G A. dc bias-sputtered aluminum films[J]. *Journal of Vacuum Science and Technology*, 2000, 10(1): 299–311
- [23] Anders A. A structure zone diagram including plasma-based deposition and ion etching[J]. *Thin Solid Films*, 2010, 518(15): 4087–4090
- [24] [Zhu G, Yang Y, Xiao B, et al. Evolution mechanism of sputtered film uniformity with the erosion groove size: integrated simulation and experiment[J]. *Molecules*, 2023, 28(22): 7660–7673
- [25] Zhu G, Xiao B, Chen G, et al. Study on the deposition uniformity of triple-target magnetron Co-sputtering system: numerical simulation and experiment[J]. *Materials*, 2022, 15(21): 7770–7770