

镀料粒子脱靶方式对纯铝镀层微观组织的影响

杨超, 王戎, 郝娟, 王迪, 蒋百灵

(西安理工大学 材料科学与工程学院, 陕西 西安 710048)

摘要: 传统磁控溅射的镀料粒子碰撞溅射脱靶后具有较低的离化率和沉积动能, 致使制备的纯金属镀层极易形成带有微空隙的柱状结构, 降低了镀层的致密性和膜基结合力。针对此问题, 在磁控溅射环境下将阴阳极间的电流提升至气体放电伏安特性曲线中的弧光放电过渡区时, 受靶面晶界和缺陷处电子逸出功低于晶粒内的影响, 靶面微区会形成电子逸出的自增强效应, 并产生弧光放电现象。弧光放电使靶面微区熔融, 该区域的镀料粒子将以熔融喷溅的方式脱靶, 凭借熔融喷溅的高产额特性提高镀料粒子的碰撞离化率, 为实现镀层组织的调控打下基础。实验结果发现: 本研究采用高频振荡脉冲电场, 在逐步提升靶电流的过程中, 靶面的微观形貌会由不规则的凹坑状形貌逐渐转变为圆形熔坑和沟壑状形貌, 说明镀料粒子的脱靶方式由碰撞溅射逐渐转变为熔融喷溅。靶电流为 2 A 时, 镀料粒子主要以碰撞溅射脱靶, 制备的纯 Al 镀层呈现出典型的柱状组织, 而在柱状组织间存在着微小间隙。靶电流增大至 14 A 时, 镀料粒子以熔融喷溅脱靶为主, 大量离化的镀料粒子可在基体偏压电场下加速沉积, 提高了镀料粒子的扩散能力, 弱化了镀层柱状生长的倾向, 易使镀层形成致密的组织。同时, 镀层的沉积速率和膜基结合力也会有明显提升。

关键词: 磁控溅射; Al 镀层; 熔融喷溅; 组织调控; 沉积速率

中图分类号: TG174.444

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2021)01-0304-07

传统磁控溅射技术因镀料粒子离化率低、沉积动能小, 导致镀层组织致密性差、膜基结合力弱, 严重影响了镀层的使用寿命^[1,2]。在分析其原因时发现, 传统磁控溅射技术的镀料粒子以碰撞溅射方式脱靶, 对于同种靶材而言, 镀料粒子的脱靶数量和能量主要取决于 Ar⁺碰撞靶面时的密度和动能。众所周知, 在磁控溅射环境下, 真空腔内的 Ar 原子难以完全离化, 加之多数材料的溅射产额普遍小于 1 和能量传递比约为 1%^[3], 脱靶的镀料粒子往往具有不足 5 eV 的能量且数量远低于 Ar 原子, 大幅降低了其在阴极鞘层区内的碰撞离化率。因此, 多数电中性的镀料粒子难以通过电场或磁场作用改变其沉积轨迹, 再受阴影遮挡效应影响, 镀层极易形成带有微小空隙的柱状结构。而且, 低活性的镀料粒子难以通过扩散填补组织间的空隙, 制约了镀层组织致密性的提高, 也影响了镀层的膜基结合力。

为了提高镀料粒子的离化率以改善镀层的组织结构, 高功率脉冲磁控溅射技术(HPPMS)应运而生^[4-7]。该技术采用脉冲放电模式, 通过向阴阳极间施加近千伏电压提高真空腔内 Ar 原子的离化率, 引起 Ar⁺对阴极靶面的高密度轰击, 成比例增加镀料粒子碰撞溅射

脱靶的数量和能量, 提高了镀料粒子的碰撞离化率^[8,9]。同时, 该技术为避免高功率放电引起的靶面过热熔融, 沉积过程通常采用极小的占空比(<5%)来缓解靶面的冷却压力。Ghasemi^[10,11]等人的研究结果证实, 利用 HPPMS 技术制备的镀层在组织致密性和膜基结合力等方面较传统磁控溅射镀层均有一定提升。但也发现, 极小的占空比会导致镀层沉积速率大幅降低, 加之近千伏的靶材负电压将会吸引部分离化的镀料粒子再次返回靶面^[12], 致使镀层的沉积速率进一步降低, 严重影响镀层的沉积效率。

针对以上问题, 在对气体放电伏安特性曲线^[13]的深入研究中发现, 在辉光放电区和电弧放电区之间存在一个弧光放电过渡区(即微弧放电区), 若能诱发气体微弧放电, 微弧放电将会使镀料粒子的脱靶方式由低离化的碰撞溅射转变为高离化的熔融喷溅。基于此, 本研究提出通过改变镀料粒子的脱靶方式以提高其离化率, 并对镀层的组织进行调控的研究方案。由气体放电伏安特性曲线可知, 微弧放电区具有较辉光区 10 倍以上的电流密度, 在磁控溅射环境下, 电流密度的提高增加了 Ar⁺轰击靶面的频次, 靶面电子逸出的数量随之大幅提高。此时, 在靶面晶界和缺陷微区处的

收稿日期: 2020-03-05

基金项目: 国家自然科学基金(51571114)

作者简介: 杨超, 男, 1987年生, 博士, 西安理工大学材料科学与工程学院, 陕西 西安 710048, E-mail: yangch@xaut.edu.cn

电子逸出功低于晶粒内的影响下^[14], 靶面微区产生明显的焦耳热, 热量的产生又加速了电子逸出, 即引发电子逸出的自增强效应, 自此靶面微区将引发微弧放电。而微弧放电将产生高密度的等离子体, 迅速使靶面微区达到镀料粒子熔融喷溅的临界温度, 并借助熔融喷溅的高产额特性提升镀料粒子的脱靶数量, 以此提高其碰撞离化率。

本研究采用自行研发的高频振荡脉冲电场, 并通过对其电场参量的调控, 诱发镀料粒子由碰撞溅射脱靶向熔融喷溅脱靶转变。该电场的特点是电流峰值最高可达 200 A、电场脉宽为毫秒级、电压振荡周期为微秒级(图 1), 可利用电流和脉宽的匹配使靶面微区满足熔融喷溅的温度要求, 利用高频振荡技术调控电子逸出的强度, 抑制靶面微弧放电向电弧放电的自发融合。凭借镀料粒子熔融喷溅的高产额特性, 不仅能够提高镀层的沉积速率, 还可提高镀料粒子在阴极鞘层区内的碰撞离化率, 而离化的镀料粒子可在基体偏压电场作用下克服阴影效应影响, 形成致密的镀层组织。同时, 熔融喷溅脱靶过程不需要高电压的维持, 减少了镀料离子返回靶面造成的损失, 也可提高镀层的沉积速率。由于低熔点的金属 Al 靶容易诱发熔融喷溅现象, 并且 Al 镀层具有良好的耐腐蚀性, 可用于基体的表面防护, 因此本实验利用高频振荡脉冲电场制备多组纯 Al 镀层, 探索该电场下靶电流对镀料粒子脱靶方式的演变规律, 研究镀料粒子熔融喷溅后对其属性和镀层组织的影响机理。

1 实验

实验在磁控溅射环境下, 构建高频振荡脉冲电场, 负极加载于磁控阴极靶材, 正极加载于真空腔体。靶材选取纯度 99.99% 的圆形 Al 靶, 直径为 180 mm。通过调整阴极磁场排布将靶材表面刻蚀区域的面积控制在约 60 cm²。实验基体选择 P 型(100)单晶 Si 片和 304 号不锈钢片, 其中 Si 片基体用于镀层微观结构的观察, 不锈钢片基体用于镀层力学性能和膜基结合力的检测。实验前分别使用丙酮和乙醇溶液对基体进行超声波清洗 15 min, 清洗完成后用纯 N₂ 吹干并放置于真空腔内, 靶基距设定为 240 mm, 基体的放置角度与靶材表面平行, 如图 1 所示。实验在不同靶电流条件下制备 4 组纯 Al 镀层, 靶电流分别选取 2、6、10 和 14 A。镀层的制备过程分为两个阶段, 前 20 min 为利用 Ar⁺ 对基体表面进行的等离子体清洗, 基体偏压设定 -450 V。第 2 阶段为纯 Al 镀层的沉积过程, 基体偏压设定 -60 V。镀层制备时, 高频振荡脉冲电场的脉宽均设定 2 ms, 占空比 20%, 脉冲放电频率 100 Hz, 电压振荡

频率 100 kHz, 电压振荡幅度 50 V, 工作压力保持在 0.8 Pa。镀层制备后采用激光共聚焦显微镜对靶材表面的微观形貌进行表征, 采用 X 射线衍射仪(XRD)对镀层的晶体结构进行测试, 采用扫描电子显微镜(SEM)对镀层表面和截面的微观形貌进行观察, 采用洛氏硬度计在镀层表面加载 45 kg 载荷并观察压痕形貌, 通过压痕形貌评价镀层的膜基结合力。

2 结果与讨论

2.1 镀料粒子脱靶后的靶面印痕

由于镀料粒子的脱靶过程无法实时观察, 因此靶面微观形貌的差异变化成了反映镀料粒子脱靶方式演变的直接证据。实验采用激光共聚焦显微镜对靶面的微观形貌进行观察和比对, 靶面的二维和三维形貌照片如图 2 所示。从图中可以看出随着靶电流的变化, 靶面的微观形貌发生了较为明显的差异。靶电流 2 A 时, 靶面整体表现平整, 局部出现凹坑, 凹坑深度和尺寸均较小。靶面的凹坑形貌和镀料粒子碰撞溅射的脱靶方式相对应。靶电流 6 A 时, 靶面凹坑的深度和尺寸均有所增大, 同时靶面还出现数量较多的小尺寸圆形熔坑, 说明此时部分的镀料粒子的脱靶方式已逐渐由碰撞溅射向熔融喷溅转变。靶电流 10 A 时, 靶面除小尺寸圆形熔坑, 还可观察到沟壑状形貌, 沟壑区域深度较大。沟壑状形貌是靶面微区内镀料粒子大量熔融喷溅脱靶后留下的。当靶电流增大至 14 A 时, 靶面的沟壑状形貌愈发明显且数量增多, 表明以熔融喷溅方式脱靶的镀料粒子的数量明显增加且熔融喷溅具有较大产额。

传统磁控溅射的靶面受离子轰击, 镀料粒子以碰撞溅射方式脱靶^[15], 靶面呈现出凹坑状形貌。受 Ar⁺

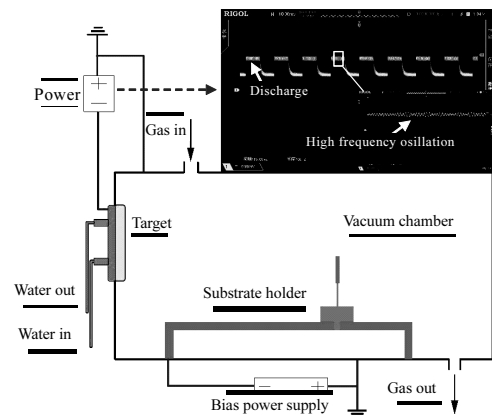


图 1 磁控溅射系统示意图和高频振荡脉冲电场电流波形图
Fig.1 Schematic diagram of magnetron sputtering system and current waveform of high frequency oscillating pulsed electric field

轰击无序性的影响，靶面的凹坑分布相对均匀且尺寸差异较大（图 2a）。此时，镀料粒子的脱靶数量主要取决于 Ar^+ 轰击靶面的数量和动能，由于靶电流是阴极靶面离子与电子通量的集合表征，因此镀料粒子的脱靶数量和动能与靶电流呈现出线性递增的关系。当靶电流增大时，镀料粒子碰撞溅射脱靶的数量增多，靶面凹坑的尺寸和数量均会随之增加。当大幅提升靶电流时，靶面逸出的二次电子数量明显增多^[16,17]，受靶面晶界和缺陷微区处电子逸出功低于晶粒内的影响，晶界和缺陷微区处的电子逸出通量将大于晶粒内部^[14]，使靶面微区产生明显的焦耳热积累，热量的产生又会进一步增加电子的逸出通量，即产生电子逸出的自增强效应。在此效应的作用下，靶面微区将形成微小的弧光放电，而弧光放电会产生高密度的等离子体，引发靶面微区迅速达到镀料粒子熔融喷溅的临界温度，镀料粒子熔融喷溅脱靶后在靶面留下数量较多的圆形熔坑（图 2c）。当靶电流再次提高时，弧光放电的强度和尺寸将会明显增强，使靶面晶界和缺陷微区附近区域的镀料粒子均发生熔融喷溅，在靶面形成大量的沟壑形状貌（图 2e 和 2g）。此时，镀料粒子的脱靶方式已经转变为碰撞溅射和熔融喷溅的混合方式，镀料粒子的脱靶数量将会脱离与靶电流保持的线性关系，呈现出倍率增大的趋势。镀料粒子数量的提升有助于增加其碰撞离化率，为改善镀层的组织提供了必要准备。

2.2 镀层的晶体结构

制备镀层的 XRD 图谱如图 3 所示。4 组镀层的衍射图谱均在 2θ 为 38° 、 45° 、 65° 和 78° 出现明显的衍射峰，通过与标准 PDF 卡片对比可知，4 组镀层均为 Al 且呈面心立方结构，与衍射角对应的衍射峰分别为 (111)、(200)、(220) 和 (311) 晶面。

图谱中衍射峰的差异说明了 4 组纯 Al 镀层的晶粒尺寸和择优取向存在明显不同。随着靶电流的增大，衍射峰强度出现了逐渐增加，说明了镀层的晶粒尺寸有所增长。为了进一步证实，实验利用 Scherrer 公式计算镀层的平均晶粒尺寸^[18,19]，计算结果见表 1。镀层的平均晶粒尺寸(G)随靶电流的增大出现递增趋势，分别为 15、17、17 和 19 nm。此外，靶电流为 2 A 时，纯 Al 镀层的择优取向为 (111) 和 (200) 晶面的双择优。靶电流由 6 A 增大至 14 A 时，镀层的择优取向转变为 (111) 晶面。已知面心立方结构的 Al，其 (111) 晶面为原子密排面，具有最低的表面能^[20]，而 (200) 晶面具有最低的应变能^[21]。镀层生长时择优取向的选择主要是应变能和表面能的竞争结果^[22]，当表面能占主导时，镀层以 (111) 晶面作为择优取向，应变能占主导时，镀层

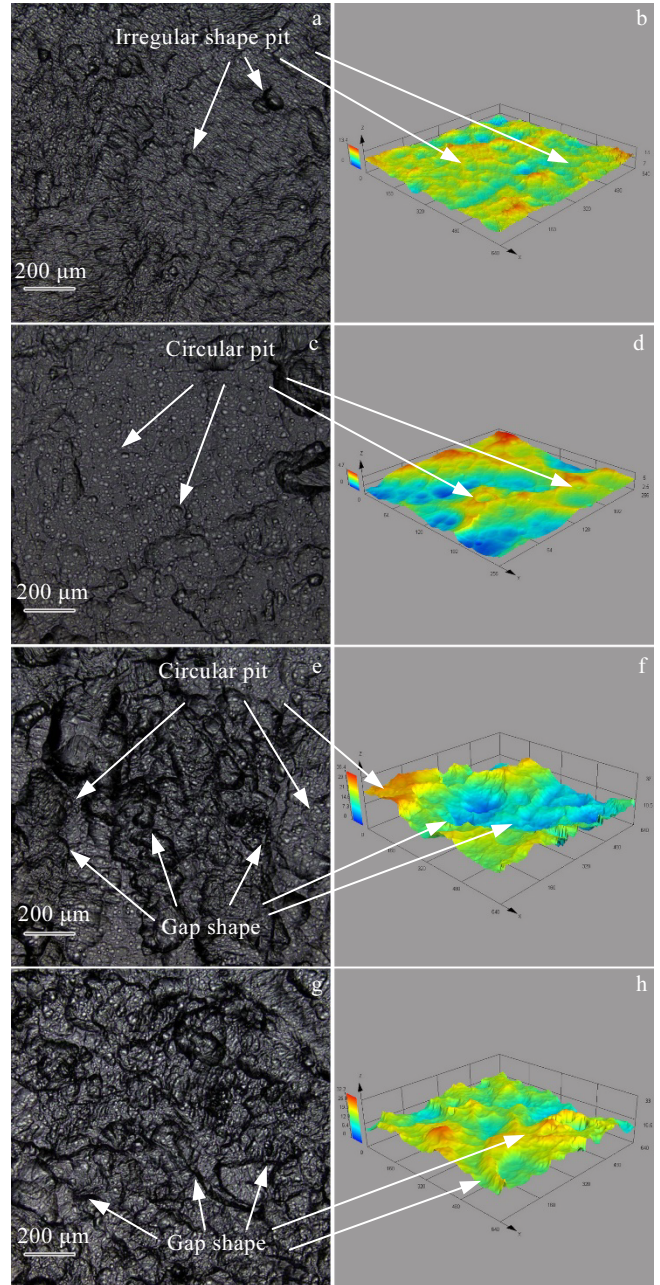


图 2 不同靶电流下 Al 靶表面的二维与三维照片
 Fig.2 2D (a, c, e, g) and 3D (b, d, f, h) microscopic images of Al target at different target currents: (a, b) 2 A, (c, d) 6 A, (e, f) 10 A, and (g, h) 14 A

以 (200) 晶面作为择优取向，若两者同时占主导时，镀层则会选择 (111) 和 (200) 2 个晶面共同作为择优取向。镀层晶粒的形核与生长过程主要受沉积条件和镀料粒子属性影响，靶电流较小时，碰撞溅射脱靶的镀料粒子具有较低的离化率，镀层沉积时基体温升不明显，提高了相变自由能差，降低了镀层的临界形核尺寸，镀层的晶粒尺寸较小。此时，由于镀料粒子扩散能较

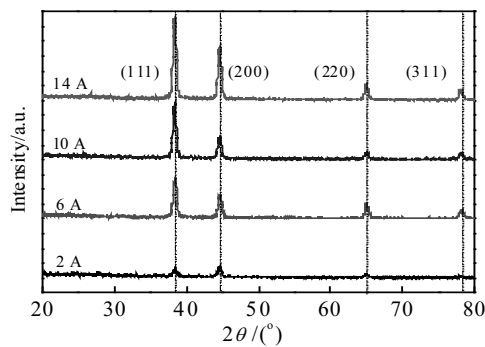


图3 不同靶电流下纯 Al 镀层的 XRD 图谱

Fig.3 XRD patterns of the pure Al coatings at different target currents

表1 纯 Al 镀层在不同靶电流下的实验结果

Table 1 Results of the pure Al coatings deposited at different target currents

Sample	<i>I</i> /A	<i>G</i> /nm	<i>V</i> /nm·min ⁻¹	<i>H</i> /GPa	<i>E</i> /GPa	Preferred orientation
1	2	15	8	2.168	113.6	(111) and (200)
2	6	17	18	1.820	110.3	(111)
3	10	17	26	2.017	123.7	(111)
4	14	19	38	1.745	151.1	(111)

2.3 镀层的表面和截面形貌

镀层表面和截面形貌的 SEM 照片如图 4 所示。由图可知, 镀层的表面均呈现多边形颗粒状形貌, 但颗粒形态和尺寸存在差异。靶电流 2 A 时, 镀层表面的颗粒细小, 颗粒宽度小于 100 nm, 但在颗粒间存在微小间隙, 而镀层的截面呈现出典型的柱状组织。靶电流 6 A 时, 镀层的颗粒宽度增大至 100~200 nm, 出现个别大尺寸颗粒, 间隙的数量有所减少, 镀层的柱状生长倾向有所弱化。靶电流 10 A 时, 镀层表面的颗粒宽度进一步增大至 200~400 nm, 出现少量尺寸接近 1 μm 的大颗粒。靶电流增大至 14 A 时, 颗粒宽度基本不变, 间隙进一步减少, 镀层的柱状结构基本消失, 镀层组织的致密性明显提升。另一方面, 镀层的截面形貌照片还可测量出镀层的厚度, 靶电流为 2、6、10 和 14 A 时制备的镀层厚度依次为 676、1393、1535 和 1691 nm。

镀层的生长方式和微观形貌主要取决于镀料粒子的沉积属性^[13], 例如沉积数量和沉积动能等, 而沉积属性又受脱靶方式影响, 因此在镀料粒子不同脱靶方式下制备的纯 Al 镀层的生长方式和微观形貌存在明显差异。靶电流 2 A 时, 镀料粒子主要以碰撞溅射方式脱靶, 脱靶后具有较低的离化率和沉积动能。一方面, 低离化率的镀料粒子减弱了等离子体对基体的轰

击作用, 镀层生长时表面能和应变能同时占据主导, 使镀层选择(111)和(200)双晶面择优。靶电流增大时, 熔融喷溅脱靶提高了镀料粒子的离化率, 离化的镀料粒子在基体偏压电场作用下加速沉积, 基体温升明显, 降低了相变自由能差, 增大了镀层的临界形核尺寸。而且, 较高的沉积温度利于晶粒长大, 会进一步增大镀层的晶粒尺寸^[23,24]。但由于熔融喷溅的高产额特性提高了镀层的沉积速率, 一定程度上阻碍了晶粒的长大, 使镀层的晶粒尺寸仅出现小幅提升, 而纳米尺度的晶粒有利于提升纯 Al 镀层的力学性能。此时, 镀料粒子扩散能的提高使表面能占据主导, 镀层的择优取向转变为表面能最低的(111)晶面。

击作用, 基体具有较低的沉积温度, 镀料粒子沉积到基体上时表面扩散和体扩散能力很低, 根据薄膜经典生长理论^[25,26], 镀层的生长呈现纤维状或柱状形态(图 4b)。另一方面, 低离化的镀料粒子在沉积过程中受阴影遮挡效应影响, 镀层组织中存在较多的微小间隙^[27,28]。靶电流增大至 6 A 时, 镀料粒子的脱靶方式逐渐由碰撞溅射向熔融喷溅转变, 熔融喷溅脱靶的镀料粒子具有较高的产额和离化率, 在基体偏压电场作用下能够增加对基体的等离子体轰击, 提升基体温度, 镀料粒子在基体表面时具有良好的表面扩散能, 但体扩散能的提升尚不明显, 镀料粒子在基体表面可进行相当距离的扩散, 因而阴影效应的影响下降, 镀层呈现出尺寸较大的柱状形态, 组织边界致密性好, 柱状形态不明显(图 4d)。靶电流增大至 14 A 时, 镀料粒子的离化率随之大幅提升, 基体温度继续升高, 使镀料粒子的体扩散能发挥重要作用, 晶粒开始迅速长大, 逐渐形成粗大的等轴晶组织, 晶粒边界致密性进一步提高, 镀层的柱状组织基本消失(图 4h), 最终实现对纯 Al 镀层由柱状生长向等轴晶生长的转变。但也发现, 熔融喷溅脱靶时镀料粒子中夹杂大尺寸颗粒, 降低了镀层组织的均一性, 增大了镀层的表面粗糙度(图 4g 和 4h)。

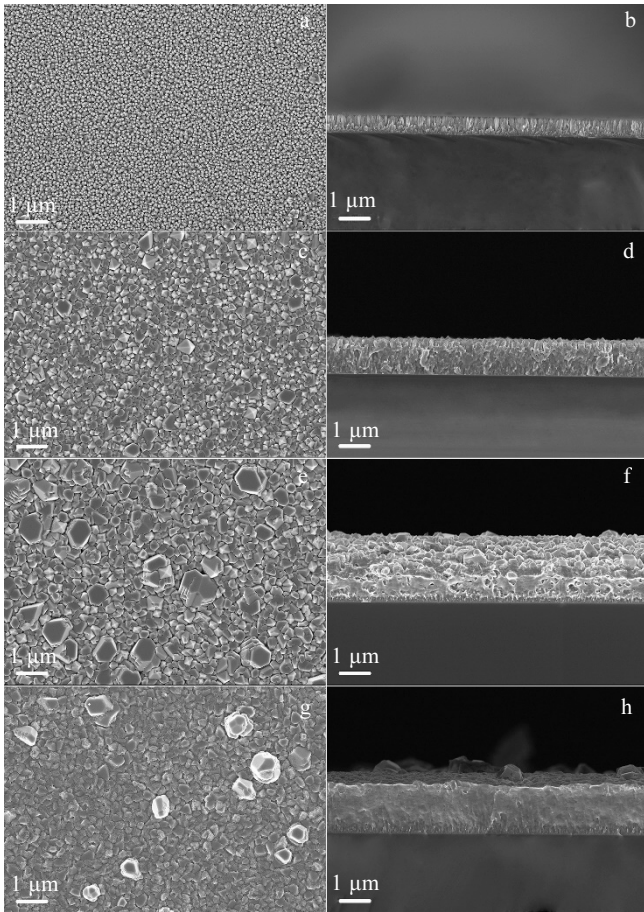


图 4 不同靶电流下制备纯 Al 镀层的表面与截面形貌

Fig.4 Surface (a, c, e, g) and cross-section (b, d, f, h) morphologies of the pure Al coatings deposited at different target currents: (a, b) 2 A, (c, d) 6 A, (e, f) 10 A, and (g, h) 14 A

镀层的沉积速率定义为镀层厚度与沉积时间的比值，可以用来表征镀料粒子的脱靶数量和镀层的沉积效率，计算结果如表 1 所示。随着靶电流由 2 A 增大至 14 A，镀层的沉积速率由 8 nm/min 大幅提高至 38 nm/min。当镀料粒子以碰撞溅射方式脱靶时，提高镀层的沉积速率必须相应提高镀料粒子的脱靶数量，即提高 Ar⁺碰撞靶面的强度与频次，由此要向阴阳极间施加较大的电压以诱发 Ar 原子离化，但较高的负电压会使部分离化的镀料粒子返回靶面^[12]，导致不能以提高靶电压的方式持续提升镀层的沉积速率。而在熔融喷溅过程中，镀料粒子与电子均会大量脱靶，产生大量的等离子体，此时极间电压将出现下降趋势，镀料粒子的损失得到了减弱，使沉积速率出现持续的提升，加快了镀层的沉积效率。

2.4 镀层的膜基结合力

实验采用洛氏压痕法来评价镀层的膜基结合力，压

痕的光学金相显微照片如图 5 所示。靶电流 2 A 时制备的纯 Al 镀层在圆形压痕周围出现少量的断裂和剥落。靶电流 14 A 时，镀层的断裂和剥落现象明显减少，说明镀层具有较好的膜基结合力。

镀层的膜基结合力主要受镀层厚度、微观结构、力学性能和残余应力等因素影响^[29-31]。通常，较大的镀层厚度、致密的微观组织、良好的力学性能和较小的残余应力能够减少镀层在受载荷作用时所产生的开裂和剥落现象，利于膜基结合力的提升。在本研究中，通过对镀层力学性能的测试可知，4 组纯 Al 镀层具有近似的力学性能（表 1），因此镀层厚度、微观结构和残余应力成为影响膜基结合力的主要因素。由之前的实验结果可知，靶电流 2 A 时制备的镀层具有较小的厚度和疏松的组织。并且，低活性的镀料粒子成膜时产生的晶格失配增大了镀层的残余应力^[32,33]。因此，镀层表现出较差的膜基结合力。随着靶电流的增大，镀料粒子逐渐以高产额的熔融喷溅方式脱靶，可在相同的沉积时间内制备较厚的镀层，并且镀层组织的致密性逐渐提高且残余应力逐渐减小，均利于镀层膜基结合力的提高。

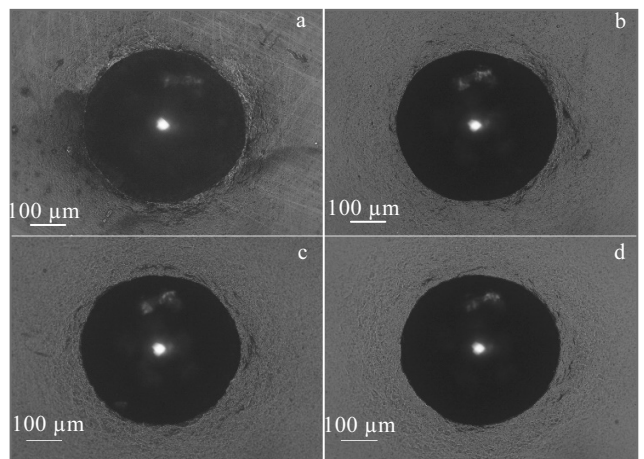


图 5 不同靶电流下制备纯 Al 镀层的压痕形貌

Fig.5 Indentation images of the pure Al coatings deposited at different target currents: (a) 2 A, (b) 6 A, (c) 10 A, and (d) 14 A

3 结 论

1) 利用高频振荡脉冲电场，在磁控溅射环境下将阴极靶材与阳极腔体间的电流提升至气体放电伏安特性曲线的弧光放电过渡区时，靶面的微观形貌逐渐由镀料粒子碰撞溅射脱靶后的凹坑状形貌转变为熔融喷溅脱靶后的圆形熔坑和沟壑状形貌。

2) 在不同靶电流条件下制备的纯 Al 镀层均为面心立方结构。靶电流 2 A 时，镀料粒子主要以碰撞溅

射方式脱靶, 制备的纯 Al 镀层表现出典型的柱状结构, 在柱状组织间存在微小间隙。靶电流 14 A 时, 以熔融喷溅脱靶的镀料粒子数量明显提升, 提高了镀料粒子的离化率, 可在基体偏压电场作用下提升镀料粒子的沉积动能, 弱化镀层的柱状生长倾向, 利于形成致密的镀层组织。

3) 靶电流由 2 A 提升至 14 A 时, 受熔融喷溅脱靶的高产额影响, 镀层的沉积速率由 8 nm/min 大幅提高至 38 nm/min, 而且镀层的膜基结合力也有明显改善。

参考文献 References

- [1] Bobzin K, Bagcivan N, Immich P *et al.* *J Mater Process Tech*[J], 2009, 209: 165
- [2] Lin J L, Moore J J, Sproul W D *et al.* *Surf Coat Technol*[J], 2010, 204: 2230
- [3] Claussen C. *Nucl Instrum Meth B*[J], 1982, 194(1): 567
- [4] Anders A. *Surf Coat Technol*[J], 2010, 204(18-19): 2864
- [5] Bobzin K, Bagcivan N, Immich P *et al.* *Thin Solid Films*[J], 2008, 517(3): 1251
- [6] Hovsepian P E, Reinhard C, Ehiasrian A P. *Surf Coat Technol*[J], 2006, 201(7): 4105
- [7] Purandare Y P, Ehiasarian A P, Stack M M *et al.* *Surf Coat Technol*[J], 2010, 204(8): 1158
- [8] Sarakinos K, Alami J, Konstantinidis S. *Surf Coat Technol*[J], 2010, 204: 1661
- [9] Li C W, Tian X B. *Rev Sci Instrum*[J], 2016, 87: 083 507
- [10] Ghasemi S, Farhadizadeh A R, Ghomi H. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2019, 29(12): 2577
- [11] Kao W H, Su Y L, Horng J H *et al.* *Thin Solid Films*[J], 2020, 693: 137 712
- [12] Brenning N, Huo C, Lundin D *et al.* *Plasma Sources Sci Technol*[J], 2012, 21(2): 025 005
- [13] Zheng Weitao(郑伟涛). *Thin Film Materials and Thin Film Technology(薄膜材料与薄膜技术)*[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2008: 66
- [14] Karabutov A V, Frolov V D, Pimenov S M *et al.* *Diam Relat Mater*[J], 1999, 8(2-5): 763
- [15] Kelly P J, Arnell R D. *Vacuum*[J], 2000, 56(3): 159
- [16] Clarke G, Mishra A, Kelly P J *et al.* *Plasma Process Polym*[J], 2009(6): S548
- [17] Magnus F, Sveinsson O B, Olafsson S *et al.* *J Appl Phys*[J], 2011, 110(8): 83 306
- [18] Patterson A L. *Phys Rev*[J], 1939, 56(10): 978
- [19] Cheng Bingxun(程丙勋). *Thesis for Master(硕士论文)*[D]. Chengdu: Sichuan University, 2007
- [20] Zhang J, Xu K, Zhang M. *Acta Phys Sin*[J], 2003, 52(5): 1207
- [21] Zhang Jianmin(张建民), Xu Kewei(徐可为). *Acta Phys Sin(物理学报)*[J], 2002, 51: 2562
- [22] Yeh T S, Wu J M, Hu J M. *Thin Solid Films*[J], 2008, 516(21): 7294
- [23] Zhang Z, Bao C, Yao W *et al.* *Superlattices and Microstructures* [J], 2011, 49(6): 644
- [24] Zhao J P, Wang X, Chen Z Y *et al.* *Appl Phys Lett*[J], 1997, 30: 5
- [25] Petrov I, Barna P B, Hultman L *et al.* *J Vac Sci Technol A*[J], 2003, 21(5): S117
- [26] Ueng H Y, Guo C T, Dittrich K H. *Surf Coat Technol*[J], 2006, 200: 2900
- [27] Yao S K. *J Appl Phys*[J], 1979, 50(5): 3390
- [28] Mukherjee S, Gall D. *Thin Solid Films*[J], 2013, 527: 158
- [29] Lin J L, Moore J J, Mishra B *et al.* *Surf Coat Technol*[J], 2008, 202: 1418
- [30] Qin W, Chen M, Wang Y *et al.* *Computational Materials Science*[J], 2020, 174: 109 504
- [31] Shtern M Y, Karavaev I S, Shtern Y I *et al.* *Semiconductors*[J], 2019, 53(13): 1848
- [32] Aissa K A, Achour A, Camus J *et al.* *Thin Solid Films*[J], 2014, 550: 264
- [33] Zhang Y Z, Zhang S R, Yu D B *et al.* *Rare Metals*[J], 2017(9): 1

Effect of Escape-Target Method of Deposited Particles on Microstructure of Pure Aluminum Coating

Yang Chao, Wang Rong, Hao Juan, Wang Di, Jiang Bailing

(School of Materials Science and Engineering, Xi'an University of Technology, Xi'an 710048, China)

Abstract: For traditional magnetron sputtering, the sputtered species possess low kinetic energy and ionization rate, resulting in the metal coating of columnar structure with micro pores. The coating therefore has poor compactness and adhesion strength. Aiming at this problem,

the electric current through the anode and cathode was adjusted to the quantity belonging to the arc discharge transition region between the glow region and arc region of the gas discharge voltammetry curve in plasma physics. The escape energy of electron at the grain boundary and defect of the target is lower than that inside the grain, then the “self-enhancing effect” of electron escape is formed in grain boundary which induces the arc discharge phenomenon. Arc discharge melts some micro regions of the target surface, and the plating particles in these regions leave the target in the form of melt splashing. The high yield of melt splashing can improve the collisional ionization ratio of the plating particles, which establishes a foundation for the control of the coating structure. Results show that in the high frequency oscillating pulsed electric field, when the target current gradually increases, the micro-morphology of the target surface gradually changes from irregular pit-like morphology to round pit and curved ravine morphology, indicating that the off-target mode of the plating material changed from collision sputtering to melt splashing. When the target current is 2 A, the species leave the target by means of collision sputtering. The microstructure of the aluminum coating presents typical columnar structure with voids. When the target current increases to 14 A, the off-target mode of the target particles is mainly melt splashing. Massive ionized plating particles are accelerated under the negative bias of substrate. These ions with high kinetic energy enhance bulk diffusion and weaken the tendency of column growth, which helps the coating form a dense structure. At the same time, the adhesion and the deposition rate of the coating also significantly improve.

Key words: magnetron sputtering; aluminum coating; melt splashing; structure regulation; deposition rate

Corresponding author: Jiang Bailing, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Xi'an University of Technology, Xi'an 710048, P. R. China, E-mail: jiangbail@vip.163.com