

# 磁控溅射功率对引线支架表面沉积 W 组织及性能的影响

张光耀, 高原, 张焱, 王成磊, 韦文竹, 陆小会

(桂林电子科技大学 材料科学与工程学院, 广西 桂林 541004)

**摘要:** 目的 研究在镀铜的铁基引线支架上沉积钨薄膜的工艺及其性能。方法 利用真空磁控溅射技术沉积制备钨薄膜层,并用 SEM,EDS,XRD 等技术对沉积层的组织和性能进行分析。结果 在一定的工作气压、温度和沉积时间下,钨沉积层厚度随着溅射功率的增大非线性增加,沉积层均匀性好,组织较致密,与基体结合力较强,沉积层钨原子沿(110)晶面择优生长。沉积层的电阻率小于  $1.5 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{m}$ ,电阻温度系数小于  $0.0052/^\circ\text{C}$ ,抗氧化性较好。结论 在引线支架表面沉积金属钨可获得组织均匀致密的薄膜,其结合力、导电性、抗氧化性能良好。

**关键词:** 磁控溅射; 薄膜; 钨; 导电性; 结合力

中图分类号: TG174.444

文献标识码: A

文章编号: 1001-3660(2014)06-0033-04

## Effect of Magnetron Sputtering Power on the Structure and Properties of Deposition W on the Surface of Lead Frames

ZHANG Guang-yao, GAO Yuan, ZHANG Yan, WANG Cheng-lei, WEI Wen-zhu, LU Xiao-hui

(School of Materials Science and Engineering, Guilin University of Electronic Technology, Guilin 541004, China)

**ABSTRACT:** **Objective** To study the technology and properties of depositing metal W film on the surface of iron-based lead frames, which had been deposited with Cu. **Methods** Tungsten films layer was prepared by vacuum magnetron sputtering deposition technique, and then the structure and properties of the deposited layers were analyzed by SEM, EDS, XRD and other techniques. **Results** Under certain operating conditions of pressure, temperature and deposition time, the thickness of tungsten deposition layers increased with the increase of sputtering power, but the increase was nonlinear. The film thickness uniformity of the deposited layer was good, with dense structure and strong binding force with the substrate. The deposited layer films by magnetron sputtering W had low impurity content and stable chemical composition, the deposition process W atoms preferred growth along the (110) crystal plane, and there was deviation in XRD peaks. The tungsten deposition layers had good electrical conductivity, its resistivity was

收稿日期: 2014-07-08; 修订日期: 2014-09-15

Received: 2014-07-08; Revised: 2014-09-15

**基金项目:** 国家自然科学基金项目(51264007, 51201043); 广西科学研究与技术开发科技攻关计划项目(12118020-2-2-1); 广西信息材料重点实验室项目(1210908-214-Z)

**Fund:** Supported by the National Science Foundation of China (51264007, 51201043), Guangxi Science and Technology Development of Science and Technology Research Project (12118020-2-2-1) and Guangxi Key Laboratory of Information Materials Project (1210908-214-Z)

**作者简介:** 张光耀(1989—),男,安徽人,硕士研究生,主要研究方向为材料表面改性。

**Biography:** ZHANG Guang-yao (1989—), Male, from Anhui, Master graduate student, Research focus: surface modification of materials.

**通讯作者:** 高原(1954—),男,博士,教授,硕士生导师,主要研究方向为材料表面改性和薄膜合成技术研究。

**Corresponding author:** GAO Yuan (1954—), Male, Ph. D., Professor, Master tutor, Research focus: surface modification of materials and thin film synthesis technique.

less than  $1.5\times10^{-6}\ \Omega\cdot\text{m}$ , and the resistance temperature coefficient was less than  $0.0052/^{\circ}\text{C}$ . Tungsten deposition layer had good oxidation resistance, oxide layer did not occur after 8-hour baking at  $180\ ^{\circ}\text{C}$ . **Conclusion** Depositing metal tungsten on the surface of the lead frames resulted in uniform and dense films, with good adhesion, conductivity and oxidation resistance.

**KEY WORDS:** magnetron sputtering; film; tungsten; conductivity; binding force

引线支架在 LED 产品中具有导电、散热、焊接和支持晶片的多重效能,一般为铜表面镀银<sup>[1-2]</sup>。由于镀银后的支架成本高、银易剥落、存在污染等问题,其使用受到限制。因此,研究兼具高效率,高导电,高导热,良好焊接性、浸润性和塑封性,节能、环保的新型引线支架成为当前的热点问题<sup>[3-5]</sup>。

磁控溅射技术是基体表面镀膜技术的一种<sup>[6-7]</sup>。Cu-W 复合材料兼具 W 熔点高、密度高、热膨胀系数低、强度高和 Cu 导热导电性好、断裂韧度高的优点,广泛应用于大规模集成电路、大功率激光器和大功率微波器件<sup>[8-9]</sup>。本文采用磁控溅射薄膜制备技术,在铁基支架上沉积铜层之后再沉积钨层,形成铜+钨的复合薄膜层,探讨在已经沉积的铜层表面再沉积金属钨的工艺参数,并对其导电性等性能进行检测和分析。

1 实验

基体为低碳钢引线支架,尺寸为  $80\ \text{mm}\times25\ \text{mm}\times0.5\ \text{mm}$ ,实验前已在其表面沉积了一层约  $2\ \mu\text{m}$  厚铜薄膜。沉积钨之前超声波清洗试样  $20\ \text{min}$ ,清洗液为丙酮。沉积钨的靶材用纯金属钨(纯度为  $99.90\%$ ),规格为  $408\ \text{mm}\times108\ \text{mm}\times30\ \text{mm}$ 。

实验采用 TSU-650 超高真空磁控溅射及离子镀沉积设备。采用直流孪生磁控靶的单靶溅射工艺,先对烘干后的试样在  $1\ \text{Pa}$  真空度的环境中用 Ar 气清洗  $30\ \text{min}$ ,然后  $100\ ^{\circ}\text{C}$  下保温并进行金属钨薄膜沉积。实验在前期研究基础上优化设计了 3 种工艺参数,见表 1。1#至 3#试样在工作气压、靶极间距和溅射时间均相同,仅对工作电流和电压进行调整,获得了不同的靶材溅射功率<sup>[10-11]</sup>。

表 1 实验工艺参数  
Tab.1 Experimental parameters

试 样	工作气 压/ $\text{Pa}$	电 流 / $\text{A}$	电 压 / $\text{V}$	功 率 / $\text{kW}$	时 间 / $\text{min}$	温 度 / $^{\circ}\text{C}$
1#	0.55	2	447	0.9	80	100
2#	0.55	3	428	1.3	80	100
3#	0.55	4	507	2.0	80	100

利用 JEOL/JSM-5610LV 扫描电镜观察薄膜镀层形貌,用能谱仪检测镀层表面元素化学成分,用 Bruker-axs-D8 型 X 射线衍射仪分析镀层的相成分,用 WS-2005 型附着力自动划痕仪进行结合力检测,用微欧计进行导电性和电阻温度系数测试,用 DHG-9015 烘烤箱测试抗氧化性。

2 结果与分析

2.1 沉积层表面形貌分析

图 1 为引线支架表面沉积钨的前后对比图。目测颜色由镀膜前的黄色变为均匀的灰色,宏观上可知靶材的钨原子已溅射到引线支架表面。

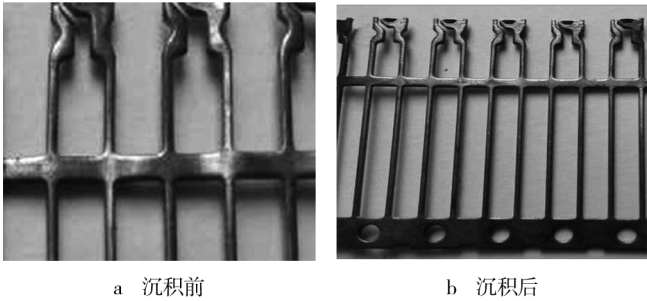


图 1 沉积前后表面层

Fig.1 The surface before and after deposition

2.2 沉积层 SEM 照片分析

图 2 为 1#—3#试样磁控溅射沉积层的截面 SEM 照片,其中白色线形区为沉积的 W 薄膜。结合表 1 可知,随着溅射功率的增大,沉积层薄膜的厚度增加。功率为  $0.9\ \text{kW}$  时,1#试样沉积厚度约  $400\ \text{nm}$ ;功率增加到  $1.3\ \text{kW}$  时,2#试样沉积厚度约  $750\ \text{nm}$ ;功率增加到  $2\ \text{kW}$  时,3#试样沉积厚度为  $1000\ \text{nm}$ 。可见 1#到 2#试样,功率增加约 0.4 倍时,沉积层厚度增加约 0.8 倍;2#至 3#试样,功率增加约 0.5 倍,沉积层厚度增加约 0.3 倍;1#到 3#试样,功率增加约 1.2 倍,厚度增加约 1.5 倍,镀膜厚度并非随功率的增加呈线性增加。由图 3 可见,沉积层的膜厚均匀性良好,组织较致密,这与磁控溅射的技术特征有关<sup>[12-13]</sup>。

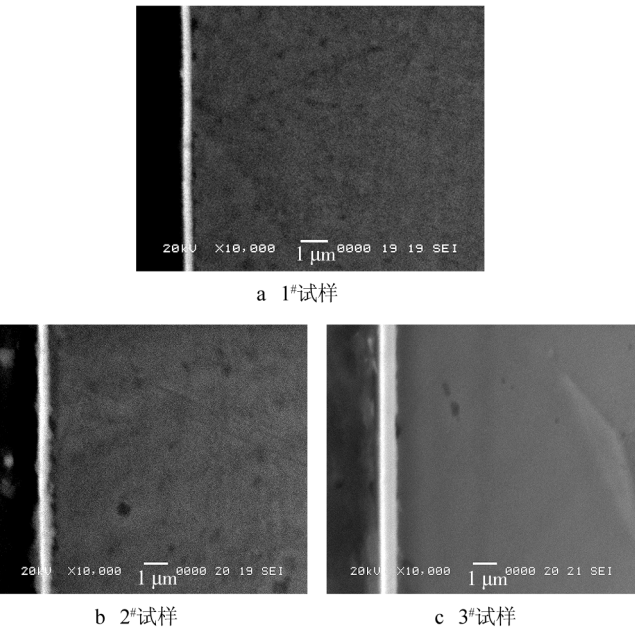


图 2 钨沉积层截面 SEM 照片

Fig. 2 The sectional topography of tungsten deposition layers

2.3 沉积层结合力分析

选用 WS-2005 型附着力自动划痕仪检测钨沉积层的结合力,开始加载力为 0 N,终止加载力为 100 N,加载长度为 5 mm,每个试样测量 3 次。检测结果如图 3 所示,1#—3#试样的平均结合力分别约为 40,42,45 N。可见,1#—3#试样的沉积层与基体材料间具有良好的结合力,其中 3#试样结合力最高。由于 3 种试样的基体材料一样,说明适当提高磁控溅射功率可以有效提高沉积层与基体的结合力。从结合力考虑,3#试样的溅射工艺较佳:工作气压为 0.55 Pa,功率为 2 kW,工作时间为 80 min,温度为 100 ℃。

2.4 沉积层成分分析

图 4 是 3#试样表面 X 射线能谱检测结果。沉积层薄膜表面的主要元素是金属钨,质量分数在 98% 以上;而 Cu,Fe 的含量极少,可能是沉积时的薄膜内层铜和铁原子被溅射出所致。

2.5 沉积层结构分析

图 5 为 3#试样溅射制备 W 薄膜后的表面 XRD 衍射图谱,图中的主峰是钨元素,其对应的晶面为 (110),说明磁控溅射薄膜沉积过程中的钨原子在铜表面易沿 (110) 晶面择优生长,并获得生长均匀、扩散良好的钨沉积层。图 5 中表面钨元素的 XRD 衍射峰有微弱偏移。这一方面是由于溅射基材表面铜、钨原

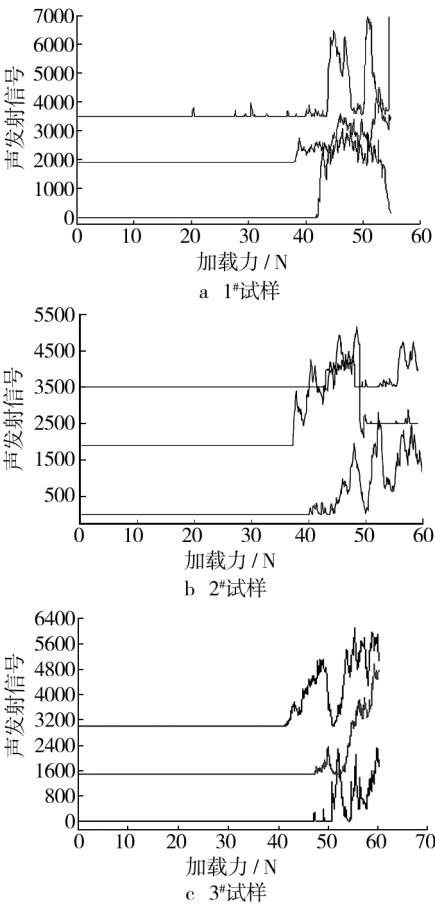


图 3 钨沉积层结合力曲线图

Fig. 3 The binding force diagram of tungsten deposited layer

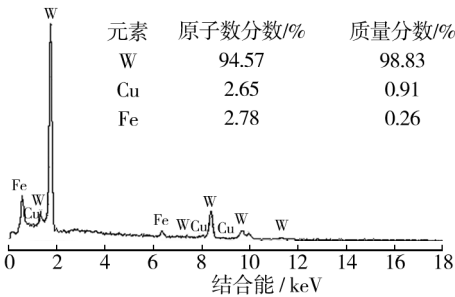


图 4 沉积层表面 EDS 分析

Fig. 4 The EDS analysis of the deposited layer surface

子之间存在一定的固溶度,两种元素的直径不同,晶体结构不同,引起了晶格畸变;另一方面,在薄膜沉积过程中存在应力,使得晶格常数发生变化,导致衍射峰的偏移。薄膜应力根据下式测定<sup>[14]</sup>:

σ = (E / 2γ) \* (d₀ - d) / d = (E / 4γ) \* Δ2θ₁ cot θ₁

式中: E, γ, d₀ 分别是薄膜材料的杨氏模量、泊松比及晶面间距, θ₁ 为溅射角度, ε 为薄膜的应变, σ 为薄膜应力。溅射沉积是高度非平衡过程,溅射功率较

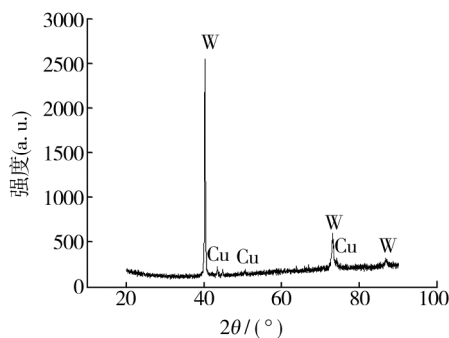


图5 3#试样 XRD 相成分

Fig.5 The XRD phase composition of 3# sample

大时,薄膜沉积速度较快,钨粒子到达被沉积引线支架表面的能量较大,组织致密,使得薄膜的内应力得不到释放而逐渐增加<sup>[15]</sup>。根据 Bragg 公式:  $2d\sin\theta = \lambda$ , 薄膜的晶面间距  $d$  受应力  $\sigma$  影响,从而衍射角  $\theta$  被改变。

## 2.6 导电性和抗氧化性分析

用微欧计检测 3#试样沉积钨层的导电性,结果表明:电阻率小于  $1.5 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{m}$ ,电阻温度系数小于  $0.0052/^{\circ}\text{C}$ 。

对与基体结合力较强的 3#试样进行抗氧化性分析,用烘烤箱在温度为  $180^{\circ}\text{C}$  条件下烘烤 8 h,沉积层表面未出现氧化层。

## 3 结论

通过对真空磁控溅射技术沉积制备的钨薄膜层进行表面形貌、厚度、结合力、成分、导电性和抗氧化性等性能的分析表明,沉积层厚度随着溅射功率的增大呈非线性增加,组织较致密,与基体结合力较强,钨原子沿(110)晶面择优生长,同时具有良好的导电性和抗氧化性。

## 参考文献

- [1] SONG L, KEVIN W. Methodology of Reliability Enhancement for High Power LED Driver[J]. Microelectronics Reliability, 2014, 54(6): 1150—1159.
- [2] 蔡有海,文玉梅,李平. LED 芯片封装缺陷检测方法研究[J]. 传感技术学报, 2009, 22(7): 1040—1044.  
CAI You-hai, WEN Yu-mei, LI Ping. Research on Packaging Fault Detection for LED Chips[J]. Chinese Journal of Sensors and Actuators, 2009, 22(7): 1040—1044.
- [3] 王建华,李烈军,高昌明. 退火工艺对 LED 支架用冷轧带钢组织及性能的影响[J]. 冶金丛刊, 2012(5): 9—11.  
WANG Jian-hua, LI Lie-jun, GAO Chang-ming. Effect of Annealing Process on Microstructure and Mechanical Properties of LED Bracket Cold-Rolled Strip[J]. Metallurgical Collections, 2012(5): 9—11.
- [4] 喻建平,刘锦善,高昌明. LED 支架用冷轧低碳钢带关键技术研究及产业化[J]. 材料研究与应用, 2010, 4(4): 348—350.  
YU Jian-ping, LIU Jin-shan, GAO Chang-ming. The Key Technology and Industrial Evolution of Cold Rolled Low Carbon Steel Strip for LED Kickstand[J]. Materials Research and Application, 2010, 4(4): 348—350.
- [5] 高昌明,王建华. LED 支架关键技术的控制[J]. 冶金丛刊, 2012(6): 18—19.  
GAO Chang-ming, WANG Jian-hua. Key Control Technologies for LED Kickstand Production[J]. Metallurgical Collections, 2012(6): 18—19.
- [6] 余东海,王成勇,成晓玲. 磁控溅射镀膜技术的发展[J]. 真空, 2009, 46(2): 19—25.  
YU Dong-hai, WANG Cheng-yong, CHENG Xiao-ling. Recent Development of Magnetron Sputtering Processes[J]. Vacuum, 2009, 46(2): 19—25.
- [7] NAKAMURA T, OKIMURA K. Ti Ion Density in Inductively Coupled Plasma Enhanced DC Magnetron Sputtering[J]. Vacuum, 2004, 74: 391—395.
- [8] 陈文革,张剑,熊斐. 磁控溅射法制备 W-Cu 薄膜的研究[J]. 表面技术, 2012, 41(4): 42—45.  
CHEN Wen-ge, ZHANG Jian, XIONG Fei. Research on W-Cu Films by Magnetron Sputtering Technology[J]. Surface Technology, 2012, 41(4): 42—45.
- [9] 郭中正,孙勇,周钺,等. 溅射沉积 Cu-Mo 薄膜的结构和性能[J]. 中国有色金属学报, 2011, 21(6): 1422—1427.  
GUO Zhong-zheng, SUN Yong, ZHOU Cheng, et al. Structures and Properties of Cu-Mo Thin Films Deposited by Magnetron Sputtering[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2011, 21(6): 1422—1427.
- [10] 李海凤,牛玉超,苏超. 工艺参数对直流磁控溅射膜沉积的影响[J]. 表面技术, 2009, 38(5): 67—70.  
LI Hai-feng, NIU Yu-chao, SU Chao. Effect of Process Parameters on the Deposition of DC Magnetron Sputtered Films[J]. Surface Technology, 2009, 38(5): 67—70.
- [11] 曹德峰,万小波,邢丕峰. 工作气压对直流磁控溅射 Mo 薄膜的影响[J]. 表面技术, 2013, 42(1): 71—74.  
CAO De-feng, WAN Xiao-bo, XING Pi-feng. Effects of Working Pressure on Mo Films by Direct Current Magnetron Sputtering[J]. Surface Technology, 2013, 42(1): 71—74.



- Properties of MoS<sub>2</sub>/TiN Composite Coating on the Surface of Titanium Alloy[J]. Surface Technology, 2010, 39(2): 11—13.
- [2] 郝建军, 彭海滨, 黄继华, 等. 钛合金表面反应电火花沉积 TiN/Ti 复合涂层[J]. 焊接学报, 2009, 30(11): 69—73.
- HAO Jian-jun, PENG Hai-bin, HUANG Ji-hua, et al. TiN/Ti Composite Coating Deposited on Titanium Alloy Substrate by Reactive Electric-spark[J]. Transactions of the China Welding Institution, 2009, 30(11): 69—73.
- [3] DJABELLA H, ARNELL R D. Finite Element Analysis of the Contract Stresses in an Elastic Coating on an Elastic Substrate[J]. Thin Solid Films, 1992, 213(2): 205—219.
- [4] DJABELLA H, ARNELL R D. Finite Element Comparative Study of Elastic Stresses in Single, Double Layer and Multilayered Coated Systems[J]. Thin Solid Films, 1993, 235(1/2): 156—162.
- [5] 谢华, 陈东, 黄健萌. 双涂层界面接触应力分析[J]. 表面技术, 2014, 43(2): 1—5.
- XIE Hua, CHEN Dong, HUANG Jian-meng. Analysis of the Contact Stress at Interface of Double Coatings[J]. Surface Technology, 2014, 43(2): 1—5.
- [6] SUN Y, BLOYCE A, BELL T. Finite Element Analysis of Plastic Deformation of Various TiN Coating/Substrate Systems under Normal Contact with a Rigid Sphere[J]. Thin Solid Films, 1995, 271(1/2): 122—131.
- [7] 傅永华. 有限元分析基础[M]. 武汉: 武汉大学出版社, 2003.
- FU Yong-hua. Finite Element Analysis Basis[M]. Wuhan: Wuhan University Press, 2003.
- [8] STEPHENS L S, LIU Y, MRTEIS E I. Finite Element Analysis of the Initial Yielding Behavior of a Hard Coating/Substrate System with Functionally Graded Interface under Indentation and Friction[J]. Journal of Tribology, 2000, 122(2): 381—387.
- [9] JOHNSON K L. Contact Mechanics[M]. Cambridge: Cambridge University Press, 1985.
- [10] TANGENA A G, WIJNHOFEN P J M, MUJDERMAN E A. The Role of Plastic Deformation in Wear of Thin Films[J]. Tribology, 1988, 110(4): 602—608.
- [11] HOLMBERG K, RONKAINEN H, LAUKKANEN A, et al. Tribological Analysis of TiN and DLC Coated Contacts by 3D FEM Stress Modeling and Fracture Toughness Determination[J]. Wear, 2008, 264(9/10): 877—884.
- [12] 朱有利, 马世宁, 徐滨士, 等. 法向接触时涂层界面剥离行为的有限元分析[C]//第六届全国摩擦学学术会议论文集(上册). 西安: [出版者不详], 1997: 112—114.
- ZHU You-li, MA Shi-ning, XU Bin-shi, et al. Finite Element Analysis of Interfacial Debonding in Normal Contact[C]//Proceedings of the Sixth National Tribology Conference (Volume I). Xi'an: [s. n.], 1997: 112—114.
- [13] ELSHARKAWY A A. Effect of Friction on Subsurface Stresses in Sliding Line Contact of Multilayered Elastic Solids[J]. International Journal of Solids and Structures, 1999, 36(26): 3903—3915.
- [14] 陆明万, 罗学富. 弹性理论基础[M]. 北京: 清华大学出版社, 1990.
- LU Ming-wan, LUO Xue-fu. Elastic Theory Basis[M]. Beijing: Tsinghua University Press, 1990.
- [15] 马占吉, 武生虎, 肖更竭, 等. 电弧离子镀多层 Ti/TiN 薄膜组织和力学性能研究[J]. 中国表面工程, 2008, 21(3): 26—29.
- MA Zhan-ji, WU Sheng-hu, XIAO Geng-jie, et al. Study on the Structure and Mechanical Properties of Arc Ion Plating Ti/TiN Thick Multilayers[J]. Chinese Surface Engineering, 2008, 21(3): 26—29.
- .....
- (上接第 36 页)
- [12] 张承庆, 胡小萍, 朱景森. 功率密度对中频磁控溅射制备 AZO 薄膜性能的影响[J]. 光谱实验室, 2011, 28(4): 1629—1634.
- ZHANG Cheng-qing, HU Xiao-ping, ZHU Jing-sen. Effects of Power Density on the Properties of AZO Films Prepared by Magnetron Sputtering[J]. Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory, 2011, 28(4): 1629—1634.
- [13] MARTIN B, MARTIN F. Three-dimensional Thickness and Property Distribution of TiC Films Deposited by DC Magnetron Sputtering and HIPIMSr[J]. Microelectronics Reliability, 2014, 250(1): 37—43.
- [14] 程丙勋, 吴卫东, 何智兵. 溅射功率对直流磁控溅射 Ti 膜结构的影响[J]. 强激光与粒子束, 2006, 18(6): 961—964.
- CHENG Bing-xun, WU Wei-dong, HE Zhi-bing. Effects of Sputtering Power on Structure and Properties of Ti Films Deposited by DC Magnetron Sputtering[J]. High Power Laser and Particle Beams, 2006, 18(6): 961—964.
- [15] 赵齐, 代明江, 韦春贝. 厚钛过渡层缓解铜基上热丝 CVD 金刚石薄膜内应力[J]. 表面技术, 2013, 42(5): 19—23.
- ZHAO Qi, DAI Ming-jiang, WEI Chun-bei. Thick Titanium Interlayer Remitting Stress in Diamond Films Deposited on Copper Substrate by Hot Filaments Chemical Vapor Deposition[J]. Surface Technology, 2013, 42(5): 19—23.