

文件编号: Q/WU FLHA202301

版本号: V1.0

受控状态:

分发号:

物质科学公共实验平台

质量管理文件

台式高质量多功能薄膜磁控溅射系统

Research-grade RF/DC magnetron sputtering system

标准操作规程

2023年1月10日发布 2023年2月1日实施

物质科学公共实验平台 发布

修订页

修订日期	版本号	修订说明	修订	审核	批准
2023.02.03	V1.0	发布试行	杨祯	杨祯	

物质科学公共实验平台

目录

1. 目的	5
2. 范围	5
3. 职责	5
4. 综合物性实验室安全管理规范	5
5. 综合物性实验室设备管理规范	6
5.1 PVD 使用制度	6
5.2 预约制度	7
5.3 培训考核制度	8
5.3 仪器故障报告	8
6. PVD 的使用	8
6.1 设备基本信息	8
6.2 设备介绍	9
6.3 PVD 的操作步骤	10
6.3.1 样品的准备及安装:	10
整个操作过程必须佩戴橡胶手套，按照如下步骤进行操作。	10
6.3.2 溅射程序参数设置	12
6.3.3 取样及下机:	17
6.4 PVD 使用注意事项	18
6.4.1 常见的错误操作:	18
7. 相关/支撑性文件	18

1. 目的

建立台式高质量多功能薄膜磁控溅射(以下简称 PVD)系统标准操作规程，使其被正确、规范的使用。

2. 范围

本规程适用于所有使用 PVD 标的用户。

3. 职责

- 3.1 用户应严格按照本程序操作，不得进行培训内容以外的操作，发现异常情况请及时汇报实验室技术员。
- 3.2 用户有保持实验室整洁的义务，未经技术员允许不得动用房间内的任何物品。
- 3.3 实验室技术员应确保操作人员经过相关培训，并按本规程进行操作。

4. 综合物性实验室安全管理规范

4.1 实验人员进入实验室前必须通过学校相关安全准入培训，应熟悉消防安全基本知识、化学危险品安全知识、用电/用水/用气常识；所有实验人员应了解消防器具与紧急逃生通道位置，实验过程中做好防护措施；取得实验室门禁授权的用户，严禁将一卡通借给他人使用，严禁无关人员进入实验室。

4.2 实验人员应穿戴整齐，服装应符合实验要求，严禁穿凉鞋、高跟鞋。

4.3 经培训考核后方可操作仪器，严格遵守仪器标准操作规程并做好实验记录；严禁私自将实验室物品带离实验室；未经考核者严禁触碰和使用仪器。

4.4 应如实填写、告知样品的真实信息，严禁测试有毒有害或有可能损害设备的物质。

4.5 仪器使用中碰到任何疑问、异常和故障报警，及时联系仪器设备责任人，严禁盲目操作。

4.6 严格遵守实验室的各项安全警示、标识；严禁心脏起搏器或金属关节的使用者接近磁体，切勿携带铁磁性物质，如钥匙、手表、耳机、手机、银行卡等物品靠近磁体；不要在磁体附近使用螺丝刀、扳手等易磁化工具，严禁碰撞磁体。

4.7 进入实验室后应远离磁体，除放样品之外，应保持在五高斯线（黄色警示线）范围以外；不要在实验室频繁走动，以免对实验造成干扰。

4.8 严禁戴手套接触门把手、鼠标、键盘；将实验废弃物、普通垃圾、废液、尖锐物等进行分类处理，禁止随意丢弃；禁止将锐器、玻璃、枪头丢弃在常规垃圾箱中。

4.9 实验室应保持整洁，严禁摆放与实验无关的物品如食品和饮料等；严禁在实验室进食与吸烟；严禁携带动物进入实验室；应及时将个人物品带离实验室。

4.10 因人为原因造成仪器故障或损坏的，其导师课题组须承担相关责任。

4.11 非常规实验应提前与技术员沟通，须技术员同意并指导方可进行。

4.12 保持试验区整洁，相关工具放置在指定位置；样品制备、装送样品时必须戴手套，禁止直接用手触摸样品台及样品架；

4.13 高温实验过程中应远离热源防止烫伤，高温真空溅射过程中应全程在仪器旁。

4.14 统一使用物质平台规定的数据传输、下载方式，严禁使用 USB 拷贝数据；严禁查看、下载其他人的数据；严禁私自修改电脑、安装软件等；严禁私自接入网络；严禁私自使用远程控制软件。

4.15 实验室内均为大型科研设备，具有自主上机资格的用户，需使用预约系统，使用本人账号进行登录使用，严禁其他人员在该预约时段内使用仪器。在仪器使用期间，使用人承担安全负责责任。

4.16 为保持实验室内环境温度及湿度，保持实验室门窗关闭。实验结束后，实验人员必须进行清场。最后离开实验室的人员需检查水、电、门窗等。

4.17 夜间实验需至少两人在场。

5. 综合物性实验室设备管理规范

5.1 PVD 使用制度

该仪器遵从学校“科研设施与公共仪器中心”对大型仪器设备实行的管理办法和“集中投入、统一管理、开放公用、资源共享”的建设原则，面向校内所有教学、科研单位开放使用；根据使用机时适当收取费用；并在保障校内使用的同时，面向社会开放。

PVD 使用方案分为四类：

- 1) 培训测试：用户提出培训申请，技术员安排培训。培训时需用户准备样品并制样，培训内容包括：实验室规章制度说明，磁控溅射基本原理、硬件构造及各部分功能；常规样品制样、仪器的标准操作流程，测试注意事项。该过程中用户在技术员指导下进行仪器操作。
- 2) 自主测试-初级：用户独立制样、装样；独立操作 PVD 使用手动模式进行镀膜或材料生长。
- 3) 自主测试-中级：用户独立制样、装样；能够独立换靶，使用 PVD 编写程序并执行自

动程序进行镀膜或者材料生长。

- 4) 送样测试：用户预约时提供样品信息及溅射要求（对于特殊材料请提供关键参数）；用户负责制样，技术员操作仪器镀膜或者材料生长；

该仪器的使用实行预约制度，请使用者根据样品的测试要求在学校“大型仪器共享管理系统”(以下简称大仪共享)进行预约，并按照规定在实验记录本上做详细记录（见 7. 相关/支撑性文件）。

5.2 预约制度

为充分利用仪器效能、服务全校科研工作，根据测试内容与时间的不同，综合物性实验室实行 7×24 小时预约制度。根据预约制度可登陆大仪共享网站预约机时，注意如需换靶请提前 1 天告知技术员；寒暑假及国庆、春节假期至少提前 3 天预约机时。特殊测试请提前与技术员沟通确定测试时间。

请严格遵守预约时间使用仪器，以免浪费机时。如需调换时间段，在技术员同意下可与其他使用者协商。因故不能在预约时间内测试者，请提前 2 小时取消预约并通知技术员。如无故不遵预约时间，将被取消一个月的预约资格。

- 1) 校内使用者须经过技术员的实验操作培训，考核合格后方可上机使用；
- 2) 实验开始时务必在实验记录本上登记，结束时如实记录仪器状态，**为了更好记录仪器使用情况积累靶材的溅射参数，请准确记录气流量、气压、功率、镀膜速率等参数；**
- 3) 严禁擅自处理、拆卸、调整仪器主要部件（换靶操作除外）。使用期间若仪器出现故障，使用者须及时通知技术员，以便尽快维修或报修，隐瞒不报者将被追究责任，加重处理；
- 4) 因人为原因造成仪器故障（如硬件损坏），其导师课题组须承担维修费用；
- 5) 不可擅自做除培训操作之外的测试，如有需求请务必联系技术员；
- 6) 使用者应保持实验区域的卫生清洁，测试完毕请及时带走样品，本实验室不负责保管样品。使用者若违犯以上条例，将酌情给予警告、通报批评、罚款及取消使用资格等惩罚措施；
- 7) 更换靶材，请做好仪器、桌面清洁，在实验记录本中记录更换靶材、靶位，更换后的靶材使用铝箔纸包裹后进行真空封装并在封装袋表面标记靶材和更换时间；贵金属靶材（Pt/Pd/Au）请联系技术员领取或归还，如遗失/损坏使用人需承担相应责任。

5.3 培训考核制度

校内教师、研究生均可提出预约申请，由技术员安排时间进行培训，培训分为三部分：

第一部分：由实验室负责人或仪器负责人介绍实验室规章制度、安全管理规范、仪器设备原理、基本硬件知识。

第二部分：上机培训，内容包含：样品要求及装样、仪器标准操作规程（自主测试-初、中级）、换靶操作。

第三部分：上机培训结束后，培训者需在两周内进行考核，若超过 1 个月未考核，需重新培训。

实验室技术员认为培训者达到相应级别的独立操作水平后，给予培训者授权在相应级别所允许的可操作实验范围内独立使用仪器。如果在各级别因为人为操作错误导致仪器故障者，除按要求承担维修费用之外，给予降级重考惩罚、培训费翻倍。

注意：培训通过后用户最好保证每月至少 1 次的自主上机测试，若超过 3 个月未使用仪器需要重新在系统中申请培训（重新申请培训用于重新开通使用权限，根据用户需求是否需要重新培训或者直接考核授权）联系实验室技术员监督考核，考核通过后重新获得仪器预约使用权限。

对接受培训人员的核心要求：

- 1) 了解磁控溅射基本原理、构造及各部分的功能，严格遵守仪器部件的注意事项，在突然停电时能及时处理仪器并上报，关注仪器各部件有无异常；
- 2) 熟练掌握 PVD 测试参数设置，严格按照标准操作规程操作，防止因人为操作不当造成仪器故障，特别是换靶操作，认真做好仪器使用及故障记录。

5.3 仪器故障报告

- 1) 仪器使用过程中，仪器出现故障及错误提示信息时：请在第一时间将故障及错误提示信息拍照，联系技术员；在《仪器设备使用记录本》中做简要说明。

6. PVD 的使用

6.1 设备基本信息

台式高质量多功能薄膜磁控溅射系统 (nanoPVD-S10A) 用于通过磁控溅射在直径达 4 英寸(100mm)的基片上生产高质量薄膜，可以制备金属、半导体以及绝缘体薄膜，同时也可通过调节溅射气氛制备各种非化学计量比的化合物薄膜。

6.2 设备介绍

如图 6.1 所示，系统主要由 PVD 主体、水冷机、真空系统、气路构成。

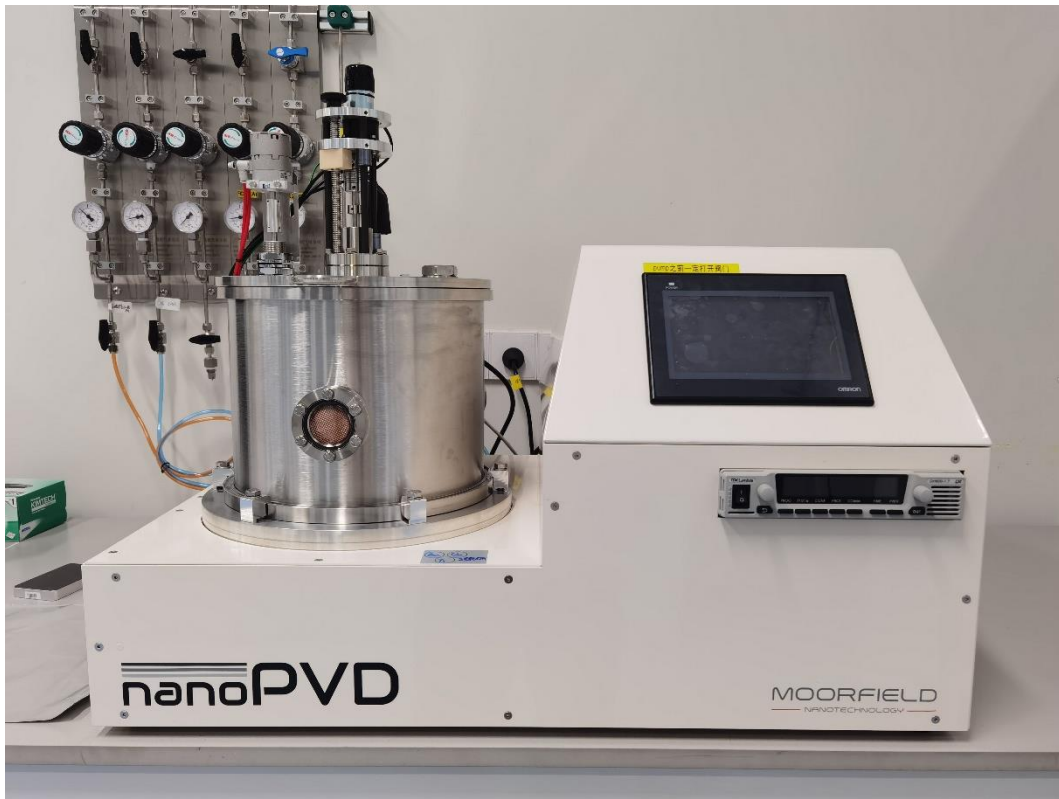


图 6.1 PVD 系统

- 1) PVD 主体：主要包括 3 个磁控溅射靶位/射频电源，直流电源，基板最高温度 500℃，共溅射模块，3 路气路(Ar, N₂, O₂，每一路都有 MFC 进行自动控制)，薄膜厚度检测模块，真空腔体($\leq 5 \cdot 10^{-7}$ mbar)；
- 2) 水冷机：为主机中 3 个靶源提供冷水；
- 3) 气路：打开样品腔及提供溅射气氛；
- 4) 真空系统：由分子泵、机械泵、真空规组成；设备在非使用时间需要保持真空；

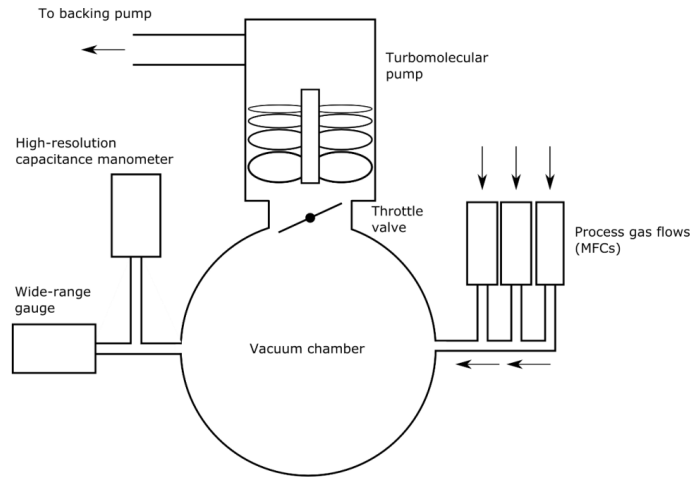


图 6.2 真空系统示意图

6.3 PVD 的操作步骤

6.3.1 样品的准备及安装:

整个操作过程必须佩戴橡胶手套，按照如下步骤进行操作。

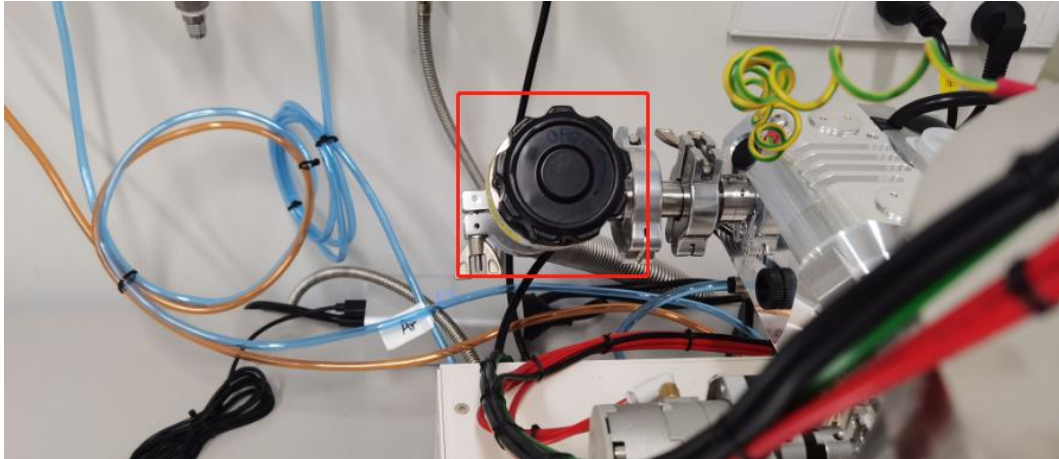
- 1) 样品直径小于 4inch，两面光滑平整（禁止含水或者有机物等影响抽真空的样品），镀膜前确保样品表面整洁；
- 2) 打开水冷机电源开关，等 5s 后面板显示温度点击运行按钮，运行指示灯亮表示水冷机正常运行；



- 3) 更换机械泵电源线为主机电源线，打开机械泵电源开关；



- 4) 打开真空阀门（已标注OPEN方向），阀门要旋转到底；



- 5) 检查气路，确保压缩空气、动力气N₂、MFC1-Ar、MFC2-O₂(因为是易燃气体，为保证用气安全仅使用时打开)、MFC3-N₂气体阀门打开；
- 6) 打开主机电源开关，进入主机页面，页面介绍如下：

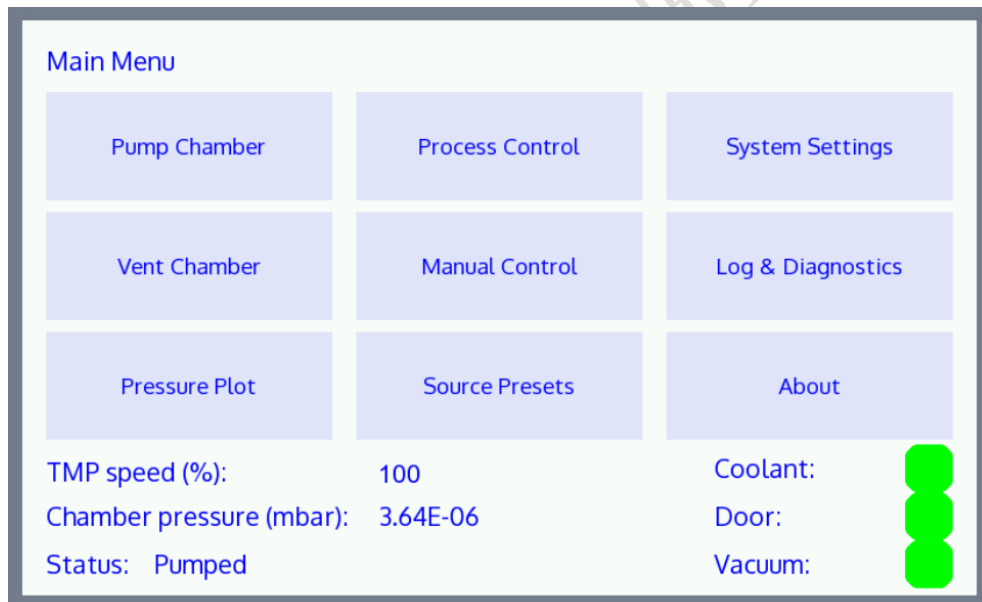


图6.3 主机页面

- **Pump Chamber:** When pressed, this button starts the chamber pump routine. When pressed, this button will terminate any running vent routine.
- **Vent Chamber:** When pressed, this button initiates the chamber vent routine. When pressed, this button will terminate any running pump routine and turn off the vacuum interlock.
- **Pressure Plot:** This button displays a plot of the system Wide-range gauge pressure over the last 30 minutes.
- **Process Control:** Press this button to move to the Process Selection screen. From there, it is possible to define and run processes.

- **Manual Control:** Press this button to navigate to the manual control screen. There, it is possible to control all system hardware, manually.
 - **Source Presets:** Press this to access the Source Presets screen where various settings related to each of the sources fitted to the system can be changed.
 - **System Settings:** This button will take the user to a screen that allows various general settings to be viewed and altered.
 - **Log & Diagnostics:** Press this to access the System Log screen, where system messages are displayed.
 - **About:** Press this button to view system information.
- 7) 点击Pump Chamber，腔室抽真空，待Chamber pressure $<0.1\text{mbar}$ 后Door指示灯亮，分子泵开始启动TMP speed%示数逐渐增加至100%，待真空度示数 $<5\cdot 10^{-5}\text{mbar}$ 后，Vacuum指示灯亮，此时Status状态为Pumped表示真空度已达到溅射要求，可以执行下一步操作；
注：PVD内部设置互锁机制，待上一步操作执行完毕后方可执行下一步操作；
- 8) 点击Vent Chamber腔室进气，等待约90s后TMP speed为0，Chamber pressure为1145mbar，Status状态显示Vented后打开仓门，点击Manual Control→点击Substrate Control→点击Shutter Open，挡板打开在夹持端安装样品，样品装载完成后再次点击Shutter Open取消勾选，挡板关闭合上仓门盖，一定要检查仓门盖是否与腔体对齐是否因密封圈位置不对导致有空隙，若有请重新调整密封圈。
- 9) 点击Pump Chamber抽真空，待Status状态为Pumped。

6.3.2 溅射程序参数设置

- 1) 点击 Manual Control，进入手动溅射模式，此模式下用户可以自定义并实时调整操作系统的硬件参数；
- **Gas & Pressure Control:** 气流及腔体压力设置

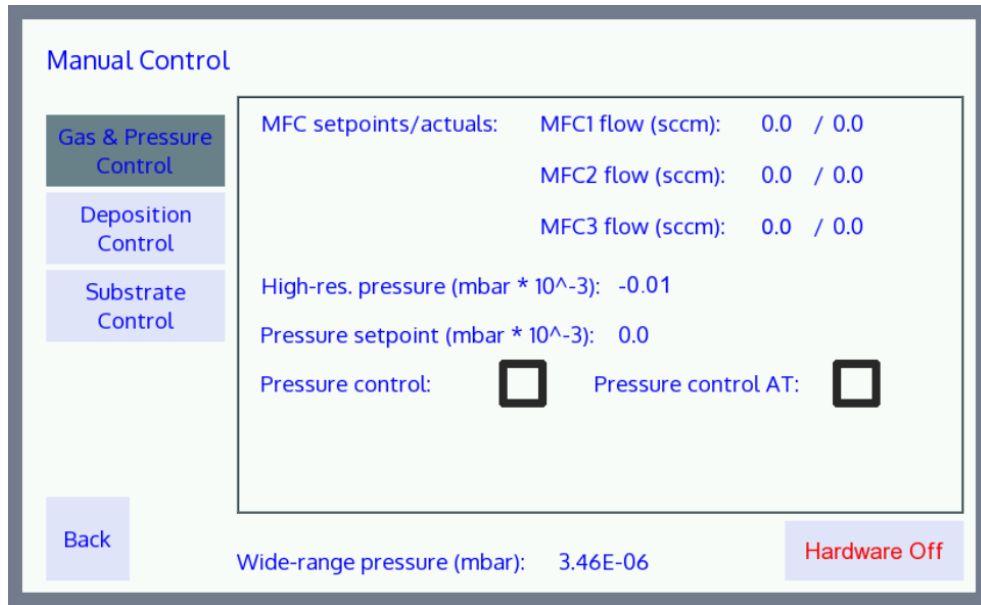


图 6.4 Manual Control 页面

- **MFC setpoints/actuals:** 溅射气氛选择及气流设置 (MFC1-Ar、MFC2-O2、MFC3-N2)
 - **High-res. pressure (mbar * 10⁻³):** 显示高分辨率腔体压力;
 - **Pressure setpoint (mbar * 10⁻³):** 设置溅射时腔室气体压力;
 - **Pressure control:** 恒压控制模式;
 - **Pressure control AT:** 高分辨率压力控制时自动调整气压检测反馈路径。
- **Deposition Control:**

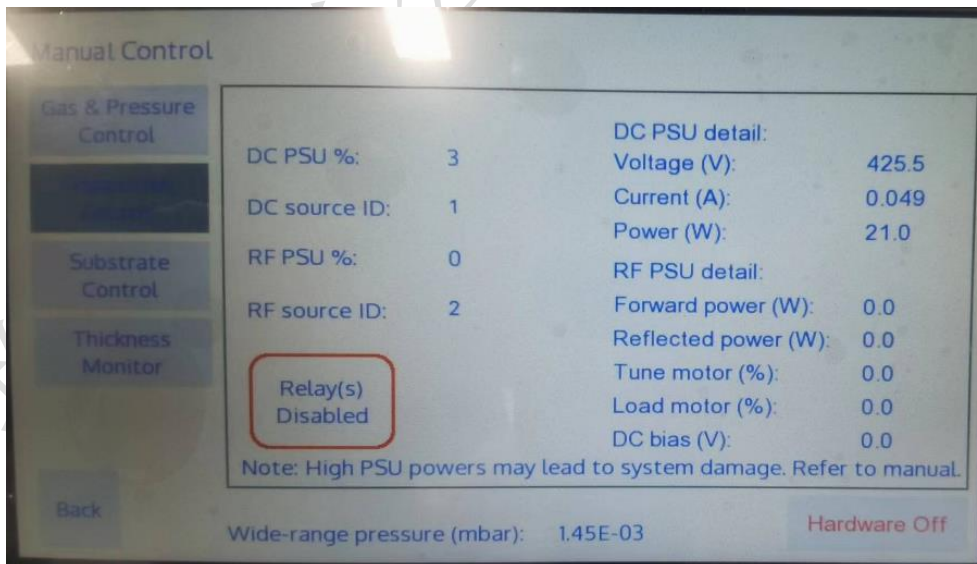


图 6.5 Deposition Control 页面

- DC PSU %: DC 直流电源单元功率输出百分比;
- DC source ID: 靶位 (本系统配置 3 个靶位, 因此可根据目标靶材选择需要溅射的靶位, 可设置数值 1/2/3);
- RF PSU %: RF 射频电源单元功率输出百分比;

- RF source ID: 靶位 (本系统配置 3 个靶位可进行 DC 与 RF 转换, 因此可根据目标靶材选择需要溅射的靶位, 可设置数值 1/2/3);
- Relays enabled/disabled: Indicates whether or not the PSU-source switching relays are enabled for switching (the relays are disabled while and for 30 s after any system sputtering power supply has been in use).

页面右侧部分实时显示溅射过程中电源输出功率。

注意: DC电流源只用于导电靶材, DC PSU %是对于DC电源电流 (max1.4A) 输出百分比。RF对于导电靶材或者半导体靶材均可适用, RF最大功率150W, RF PSU %是输出总功率的百分比。该数值应从小到大调试, 数值过大会造成电流源损坏。当使用DC电源时, 如果在源/样品周围的腔室内看到放电电弧(电源前面板上显示不稳定的电流以及很难检测到电压值), 用户应立即终止电源设置, 以避免损坏靶位或供电电源。使用DC电源时的电弧很可能是由于靶材类型不正确或靶材污染, 此时请联系技术员。

• **Substrate Control:**

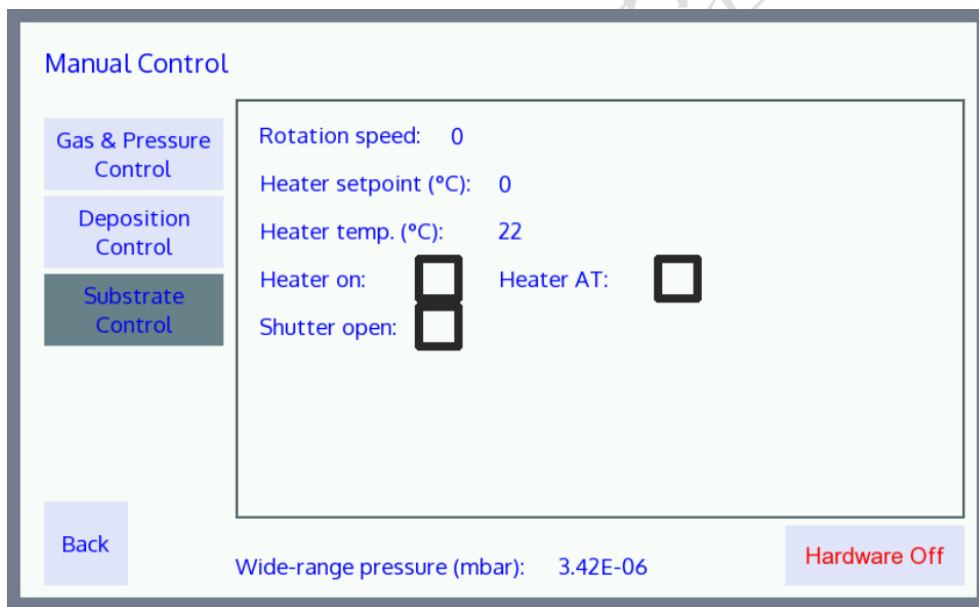


图 6.6 Substrate Control 页面

- **Rotation speed:** 旋转速率;
 - **Heater setpoint (°C):** 设置基板温度;
 - **Heater temp. (°C):** 显示实时基板温度;
 - **Heater on:** 加热开关;
 - **Heater AT:**加热器温控反馈路径控制;
 - **Shutter open:** 挡板开关;
- **Thickness Monitor**

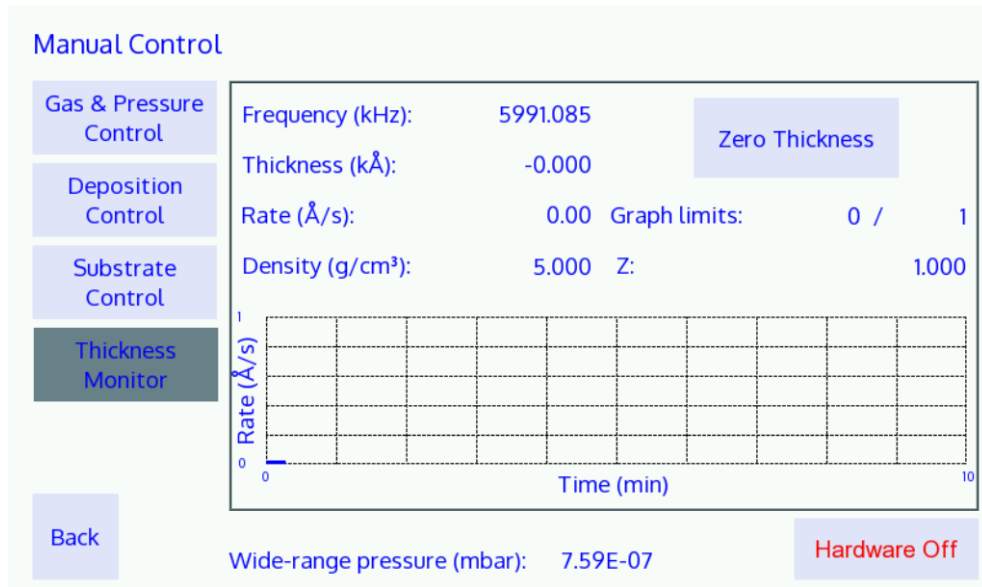


图 6.7 Thickness Monitor 页面

- **Frequency (kHz):** 晶振片频率，单位 kHz;
- **Thickness (kÅ):** 经过 Zero Thickness 清零后，最近一次膜厚，单位 kÅ;
- **Zero thickness:** 膜厚清零;
- **Rate (Å/s):** 镀膜速率;
- **Density (g/cm⁻³):** 目标靶材密度;
- **Z:** 目标靶材 z-ratio 值;

平台已有靶材参数如下:

序号	靶材	Density (g/cm ³)	Z	序号	靶材	Density (g/cm ³)	Z
1	铂靶 Pt	21.4	0.245	8	镍靶 Ni	8.91	0.331
2	金靶 Au	19.3	0.381	9	铬靶 Cr	7.2	0.305
3	钯靶 Pd	12.038	0.357	10	钽靶 Ta	16.6	0.262
4	铜靶 Cu	8.93	0.437	11	ITO	\	\
5	银靶 Ag	10.5	0.529	12	Al2O3	3.97	0.336
6	铝靶 Al	2.7	1.08	13	AlSi	\	\
7	钛靶 Ti	4.5	0.628				

注: 1.平台仅提供以上常用靶材，其他特殊靶材请自备（靶材尺寸为 2inc. 厚度建议不超过 3mm）2.允许课题组自带靶材；3.PVD 共有 3 个靶位，为了满足大家实验需求会根据大家实验需要更换靶材，**换靶后会预约系统公告中发布靶位信息**，如有实验需求请提前检查仪器目前靶位是否满足要求；4.若需要换靶请提前联系技术员，并将实验尽量安排在工作日时间，待大家装样过程中换靶可避免因频繁开仓影响腔室洁净，进而影响溅射效果。



图 6.8 通知公告界面

2) 以上介绍了 Manual Control 各参数的意义，接下来请按下图步骤执行操作：

- ① 设置气体流量（MFC1-Ar、MFC2-O₂、MFC3-N₂）；
- ② 设置溅射时腔体压力（DC 建议一般不超过 5E-3mbar，RF 要高于 40 E-3mbar 以上才可以启辉）；
- ③ 勾选压力控制，腔室压力恒定，若不勾选则气流量恒定；
- ④ 选择合适的旋转速度；
- ⑤ 设置衬底加热温度，勾选 Heater on，待到达设定温度，若衬底不需要加热跳过此步骤；
- ⑥ 设置目标靶材的密度及 Z 值；
- ⑦ 选择目标靶位；
- ⑧ 设置电源功率，可以根据右侧的功率值实时调整电源输出功率（电源功率极大影响成膜质量以及沉积速率）；
- ⑨ 推荐预溅射 5min 后点击 Shutter on 打开挡板，开始镀膜；
- ⑩ 点击 Zero Thickness，晶振片实时记录衬底上膜厚；
- ⑪ 镀膜完成后立即回到 Deposition Control 将电源输出功率调为 0，关闭挡板；然后将其他设定参数调整为 0/取消勾选，若是衬底加热则将温度设为室温后等待降为室温，所有参数设置恢复为原始状态后方可点击 Back 返回主页面。



图 6.9 溅射操作步骤

6.3.3 取样及下机：

- 1) 点击 Vent Chamber 腔室进气，等待约 90s 后 TMP speed 为 0，Chamber pressure 为 1145mbar，Status 状态显示 Vented 后打开仓门，打开挡板，取出样品，关闭仓门；
注意：若腔体中有污染物请用吸尘器及时清理。
- 2) 关闭主机电源开关，刷卡下机；
- 3) 关闭机械泵电源开关，将主机电源线更换为机械泵电源线，打开机械泵电源，抽真空至少 10min，关闭机械泵电源开关，关闭真空阀门；
- 4) 关闭冷却循环水电源开关；
- 5) 整理实验区，进行实验登记。根据实验记录本内容，准确填写 3 个靶位的靶材，实验

过程中镀膜厚度以及相应参数。

6.4 PVD 使用注意事项

6.4.1 常见的错误操作：

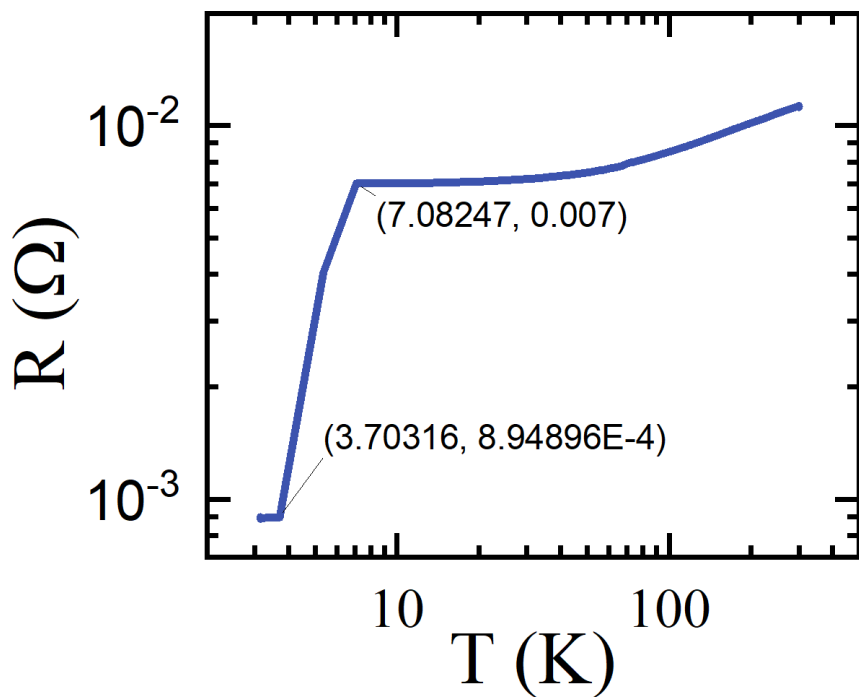
- 1) 打开水冷机电源开关后，未按运行按钮，水冷机不工作，开机后出现报错；
- 2) 开机时忘记更换机械泵电源线为主机电源线，以及忘记打开机械泵电源开关，主机无法同步控制机械泵运行；
- 3) 忘记打开真空阀门或者阀门未完全打开，导致腔室真空度一直未能达到预设值；
- 4) 未修改目标靶位 ID，直接设置电源输出功率；
- 5) 镀膜完成后未将所有设置参数归 0，或者恢复初始值，无法返回至主页面；
- 6) 忘记修改目标靶位密度及 Z 值；
- 7) 电源类型选择错误，DC 直流源只适用于导电靶材；
- 8) 实验完成后忘记单独对腔室抽真空至少 10min，并关闭真空阀门；
- 9) 加热后还未等衬底温度降至室温，急于开仓门。严禁高温状态下充气打开仓门!!

7. 相关/支撑性文件

台式多功能高质量磁控溅射镀膜系统记录本 V1.0；在实验过程中必须如实填写。

PVD 应用实例

一、超导 Nb 薄膜制备



生长参数: