

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局

(43) 国际公布日
2019 年 2 月 28 日 (28.02.2019)



(10) 国际公布号
WO 2019/037653 A1

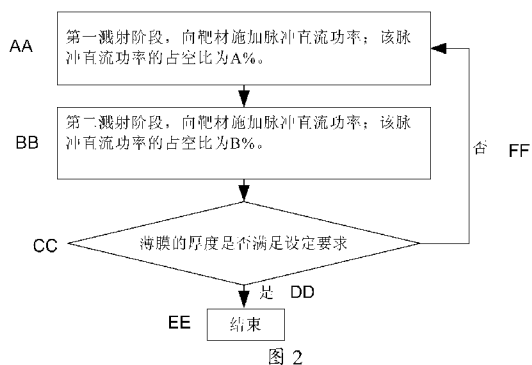
- (51) 国际专利分类号:
C23C 14/34 (2006.01) C23C 14/35 (2006.01)
- (21) 国际申请号: PCT/CN2018/100807
- (22) 国际申请日: 2018 年 8 月 16 日 (16.08.2018)
- (25) 申请语言: 中文
- (26) 公布语言: 中文
- (30) 优先权:
201710735705.1 2017 年 8 月 24 日 (24.08.2017) CN
- (71) 申请人: 北京北方华创微电子装备有限公司 (BEIJING NAURA MICROELECTRONICS EQUIPMENT CO., LTD.) [CN/CN]; 中国北京市北京经济技术开发区文昌大道 8 号, Beijing 100176 (CN)。
- (72) 发明人: 耿波 (GENG, Bo); 中国北京市北京经济技术开发区文昌大道 8 号, Beijing 100176 (CN)。白志民 (BAI, Zhimin); 中国北京市北京经济技术开发区文昌大道 8 号, Beijing 100176 (CN)。王厚工 (WANG, Hougong); 中国北京市北京经济技术

开区文昌大道 8 号, Beijing 100176 (CN)。丁培军 (DING, Peijun); 中国北京市北京经济技术开发区文昌大道 8 号, Beijing 100176 (CN)。赵晋荣 (ZHAO, Jinrong); 中国北京市北京经济技术开发区文昌大道 8 号, Beijing 100176 (CN)。罗建恒 (LUO, Jianheng); 中国北京市北京经济技术开发区文昌大道 8 号, Beijing 100176 (CN)。张超 (ZHANG, Chao); 中国北京市北京经济技术开发区文昌大道 8 号, Beijing 100176 (CN)。

- (74) 代理人: 北京天昊联合知识产权代理有限公司 (TEE & HOWE INTELLECTUAL PROPERTY ATTORNEYS); 中国北京市东城区建国门内大街 28 号民生金融中心 D 座 10 层 张天舒, Beijing 100005 (CN)。
- (81) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK,

(54) Title: FILM FORMING METHOD

(54) 发明名称: 一种制膜方法



AA APPLY A PULSED DIRECT-CURRENT POWER TO A TARGET IN A FIRST SPUTTERING STAGE, WHEREIN A DUTY RATIO OF THE PULSED DIRECT-CURRENT POWER IS A%

BB APPLY A PULSED DIRECT-CURRENT POWER TO THE TARGET IN A SECOND SPUTTERING STAGE, WHEREIN A DUTY RATIO OF THE PULSED DIRECT-CURRENT POWER IS B%

CC DOES THE THICKNESS OF A FILM SATISFY A SET REQUIREMENT?

DD YES

EE END

FF NO

(57) Abstract: A film forming method, comprising circulating a first sputtering stage and a second sputtering stage until the thickness of a film satisfies a set requirement, wherein during the first sputtering stage and the second sputtering stage, a pulsed direct-current power is applied to a target; and increasing the density and stress of the thin film by setting a duty ratio of the pulsed direct-current power used in the first sputtering stage and a duty ratio of the pulsed direct-current power used in the second sputtering stage, respectively. The film forming method can achieve film deposition with a high density and a higher stress while ensuring process stability and a process cost.

(57) 摘要: 一种制膜方法, 包括循环进行第一溅射阶段和第二溅射阶段, 直至薄膜的厚度满足设定要求; 其中, 在第一溅射阶段和第二溅射阶段中, 向靶材施加脉冲直流功率; 并且, 通过分别设定第一溅射阶段采用的脉冲直流功率的占空比和第二溅射阶段采用的脉冲直流功率的占空比, 来提高薄膜的密度和应力。制膜方法可以在保证工艺稳定性和工艺成本的前提下, 同时实现高致密性、更大应力的薄膜沉积。

LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX,
MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL,
PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL,
SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG,
US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。

(84) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的地区
保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ,
NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM,
AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG,
CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU,
IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT,
RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI,
CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

本国际公布:

— 包括国际检索报告 (条约第21条(3))。

一种制膜方法

技术领域

本发明属于半导体加工技术领域，具体涉及一种制膜方法。

背景技术

近年来，随着集成电路的大规模发展，芯片关键尺寸不断缩小，铜互连制造工艺面临的挑战越来越多。为了保证 16nm 以下及更小的铜互连结构的紧凑以及结构的完整性，需要更加先进的硬掩膜技术。在更加先进的工艺制造流程中，硬掩膜技术（Hardmask）主要作用是保持较软的超低 k 电介质材料中的铜线和通孔的图形完整性。然而随着芯片制程尺寸的不断缩小，传统的硬掩膜层（如 TiN 层）因存在多种问题而无法适用于更先进的集成电路工艺制程。一方面，传统的硬掩膜薄膜密度较低，在制备薄膜时需要沉积较厚的厚度，这就大大增加了蚀刻深孔（Via）的深宽比，且增加了后续金属导电层在深孔中的填充等一系列工艺的难度。另一方面，传统的硬掩膜工艺薄膜沉积后均为压缩应力（Compress，即压应力），这可能会导致电介质薄膜中狭窄的铜线图案发生变形或者倒塌。因此，只有制备更加致密，且应力更大（正值越大方向，0 表示没有应力，负值为压应力，正值为张应力）的 TiN 硬掩膜，才能适应更先进的集成电路制程。

在集成电路制造工艺中，物理气相沉积(PVD)方式被广泛应用于沉积多种不同的金属层、硬掩膜等相关材料层。但是，利用上述传统的溅射设备，现有的制膜方法可调整的工艺参数较少，对薄膜应力的调整窗口较小，在保证工艺稳定性和工艺成本的前提下，无法同时实现高致密性、更大应力的薄膜沉积。

发明内容

本发明所要解决的技术问题是针对现有技术中上述不足，提供一种制膜方法，基于溅射工艺形成高密度张应力的薄膜的制备，以满足更加先进的集成电路工艺。

为实现本发明的目的而提供一种制膜方法，其包括：

循环进行第一溅射阶段和第二溅射阶段，直至薄膜的厚度满足设定要求；

其中，在所述第一溅射阶段和第二溅射阶段中，向靶材施加脉冲直流功率；

并且，通过分别设定所述第一溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的占空比和所述第二溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的占空比，来提高薄膜的密度和应力。

可选的，在所述第一溅射阶段中，在向靶材施加射频功率以实现等离子体启辉之后，同时向靶材施加脉冲直流功率和射频功率；在所述第二溅射阶段中，停止向靶材施加射频功率或者继续同时向靶材施加脉冲直流功率和射频功率。

可选的，通过分别调节所述第一溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的大小和所述第二溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的大小，来调节薄膜的应力。

可选的，在所述第一溅射阶段中，通过调节所述射频功率的大小，来调节薄膜应力。

可选的，在所述第一溅射阶段和/或第二溅射阶段中，向晶圆加载偏压功率；

通过在所述第一溅射阶段和/或第二溅射阶段的过程中调节所述偏压功率的大小，来调节薄膜应力；或者，

通过调节所述偏压功率的大小，并在所述第一溅射阶段和/或第二溅射阶

段中保持所述偏压功率的大小恒定，来调节薄膜应力。

可选的，通过在进行所述第一溅射阶段和/或第二溅射阶段的过程中调节工艺气压的大小，来调节薄膜应力；或者，

通过调节所述工艺气压的大小，并在所述第一溅射阶段和/或第二溅射阶段中保持所述工艺气压的大小恒定，来调节薄膜应力。

可选的，所述第一溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的占空比为 40% ~ 80%；所述第二溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的占空比为 0% ~ 20%。

可选的，当在所述第一溅射阶段中，在向靶材施加射频功率以实现等离子体启辉之后，同时向靶材施加脉冲直流功率和射频功率；在所述第二溅射阶段中，停止向靶材施加射频功率时，所述第一溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的占空比为 0%，所述第二溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的占空比为 40% ~ 80%。

可选的，当在所述第一溅射阶段中，在向靶材施加射频功率以实现等离子体启辉之后，同时向靶材施加脉冲直流功率和射频功率；在所述第二溅射阶段中，继续同时向靶材施加脉冲直流功率和射频功率时，所述第一溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的占空比为 0%，所述第二溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的占空比为 0%。

可选的，当在所述第一溅射阶段和第二溅射阶段中，仅向靶材施加脉冲直流功率时，所述第一溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的大小为 5kW ~ 10kW；所述第二溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的大小为 5kW ~ 10kW。

可选的，当在所述第一溅射阶段中，在向靶材施加射频功率以实现等离子体启辉之后，同时向靶材施加脉冲直流功率和射频功率；在所述第二溅射阶段中，停止向靶材施加射频功率或者继续同时向靶材施加脉冲直流功率和射频功率时，所述第一溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的大小为 1kW ~ 6kW；所述第二溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的大小为 1kW ~ 6kW。

可选的，所述射频功率的大小为 1kW ~ 3kW。

可选的，所述射频功率的频率为 13.56MHz、27MHz、40MHz 或 60MHz。

可选的，所述第一溅射阶段的时间为 5s ~ 10s；所述第二溅射阶段的时间为 5s ~ 10s。

可选的，所述偏压功率的大小为 0kW ~ 2kW。

可选的，在所述循环进行第一溅射阶段和第二溅射阶段，直至薄膜的厚度满足设定要求的步骤之前，还包括预加热步骤，所述预加热步骤包括：

向反应腔室通入第一气体，直至工艺气压达到第一设定气压；

对晶圆进行加热，直至达到设定温度。

可选的，所述第一设定气压为 1Torr ~ 2Torr；所述设定温度为 300℃ ~ 400℃。

可选的，在所述循环进行第一溅射阶段和第二溅射阶段，直至薄膜的厚度满足设定要求的步骤之前，且在所述预加热步骤之后，还包括控压步骤，所述控压步骤包括：

对所述反应腔室进行抽气；

同时向所述反应腔室通入第二气体和第三气体，并通过控制所述第二气体和第三气体的气体流量，来使工艺气压在达到第二设定气压时保持恒定。

可选的，在所述第一溅射阶段和/或第二溅射阶段中，通过调节所述第二气体和第三气体的气体流量比，来调节工艺气压和薄膜的应力。

可选的，所述第一气体为氩气；第二气体和第三气体分别为氩气和氮气。

可选的，所述第二设定气压为 10mT ~ 200mT。

本发明的有益效果是：

本发明提供的制膜方法，其溅射过程分为循环进行的两个阶段，且在第一溅射阶段和第二溅射阶段中，向靶材施加脉冲直流功率。并且，通过分别设定第一溅射阶段采用的脉冲直流功率的占空比和第二溅射阶段采用的脉冲

直流功率的占空比，来提高薄膜的密度和应力。由此，通过在两个阶段中分别配置相应的脉冲直流功率的占空比，可以增加溅射能量但并不会增加薄膜的沉积速率，增加溅射能量能够提高薄膜的致密性，而适当降低薄膜的沉积速率可以延长薄膜工艺时间，增加生产稳定性，获得应力更大的薄膜。因此，本发明提供的制膜方法，可以在保证工艺稳定性和工艺成本的前提下，同时实现高致密性、更大应力的薄膜沉积，以满足先进集成电路工艺对薄膜性能的苛刻需求，同时可降低更先进制程工艺的成本和工艺方案难度，特别适用于 14nm Hardmask 工艺的高密度 TiN 薄膜的制备。

附图说明

图 1 为本发明实施例采用的制膜设备；

图 2 为本发明第一实施例提供的制膜方法的流程框图；

图 3 为本发明第二实施例提供的制膜方法的流程框图；

图 4 为本发明第三实施例提供的制膜方法的流程框图。

具体实施方式

为使本领域技术人员更好地理解本发明的技术方案，下面结合附图和具体实施方式对本发明提供的制膜方法作进一步详细描述。

图 1 为本发明实施例采用的制膜设备。请参阅图 1，该制膜设备包括反应腔室 1，在反应腔室 1 的顶部设置有靶材 2，且在靶材 2 的下方设置有助于承载晶圆的基座 3。制膜设备还包括射频电源 4、直流电源 5、匹配器 6、偏压电源 7 和电容调节装置 8。其中，射频电源 4 和直流电源 5 均经由匹配器 6 与靶材 2 电连接，这样设置与射频电源 4 和直流电源 5 单独与靶材电连接相比，可以避免因射频电源 4 和直流电源 5 匹配不佳而引发的打火问题。

在本实施例中，基座 3 能够可选择的与偏压电源 7 和/或电容调节装置 8 电连接，偏压电源 7 用于向基座 3 及其上的晶圆加载负偏压。电容调节装置

8 能够调节晶圆表面的粒子能量和等离子体鞘层厚度，从而可以改善薄膜的应力和密度。

第一实施例

请参阅图 2，本发明第一实施例提供的制膜方法，其包括：

循环进行第一溅射阶段和第二溅射阶段，直至薄膜的厚度满足设定要求。

其中，在第一溅射阶段和第二溅射阶段中，向靶材施加脉冲直流功率。并且，通过分别设定第一溅射阶段采用的脉冲直流功率的占空比 A% 和第二溅射阶段采用的脉冲直流功率的占空比 B%，来提高薄膜的密度和应力。

脉冲直流功率的占空比不同，薄膜的沉积速率也不同，一般情况，相同工艺条件下，沉积速率越高则薄膜应力趋向压应力（负值越大方向），而沉积速率越低则应力趋向张应力（正值越大方向，0 表示没有应力，负值为压应力，正值为张应力）。基于此，通过分别设定第一溅射阶段采用的脉冲直流功率的占空比和第二溅射阶段采用的脉冲直流功率的占空比，可以增加溅射能量，同时适当降低薄膜的沉积速率，以平衡沉积速率和溅射能量的关系，增加溅射能量能够提高薄膜的致密性，而适当降低薄膜的沉积速率可以延长薄膜工艺时间，增加生产稳定性，获得应力更大的薄膜。

由此，本实施例提供的制膜方法，可以在保证工艺稳定性和工艺成本的前提下，同时实现高致密性、更大应力的薄膜沉积，以满足先进集成电路工艺对薄膜性能的苛刻需求，同时可降低更先进制程工艺的成本和工艺方案难度，特别适用于 14nm Hardmask 工艺的高密度 TiN 薄膜的制备。

可选的，第一溅射阶段采用的脉冲直流功率的占空比 A% 为 40% ~ 80%；第二溅射阶段采用的脉冲直流功率的占空比 B% 为 0% ~ 20%。

可选的，可以通过分别调节第一溅射阶段采用的脉冲直流功率的大小和第二溅射阶段采用的脉冲直流功率的大小，来调节薄膜的应力。优选的，第

一溅射阶段采用的脉冲直流功率的大小为 5kW ~ 10kW; 第二溅射阶段采用的脉冲直流功率的大小为 5kW ~ 10kW。

可选的, 直流电源向靶材施加一定的脉冲直流功率, 以实现等离子体启辉。启辉时, 脉冲直流功率的占空比可以为 40% ~ 80%。第一溅射阶段, 脉冲直流功率的占空比为 40% ~ 80%; 第一溅射阶段的时间为 5s ~ 10s。第二溅射阶段, 脉冲直流功率的占空比为 0% ~ 20%; 第二溅射阶段的时间为 5s ~ 10s。

可选的, 在第一溅射阶段和/或第二溅射阶段中, 向晶圆加载偏压功率。并且, 在进行第一溅射阶段和/或第二溅射阶段的过程中, 通过调节偏压功率的大小, 来调节薄膜应力。调节偏压功率能够对薄膜的密度和应力进行小幅度的微调, 从而可以提高调节精度。优选的, 偏压功率的大小为 0kW ~ 2kW。

需要说明的是, 在实际应用中, 也可以在溅射过程中将偏压功率保持在设定值。具体地, 通过调节偏压功率的大小, 并在第一溅射阶段和/或第二溅射阶段中保持偏压功率的大小恒定, 这同样可以达到调节薄膜应力的目的。

可选的, 在进行第一溅射阶段和/或第二溅射阶段的过程中, 通过调节工艺气压的大小, 来调节薄膜应力。调节工艺气压也可以对薄膜的密度和应力进行调节。工艺气压即为反应腔室的压强。当然, 在实际应用中, 也可以通过调节工艺气压的大小, 并在第一溅射阶段和/或第二溅射阶段中保持工艺气压的大小恒定, 来调节薄膜应力。

可选的, 在上述循环进行第一溅射阶段和第二溅射阶段, 直至薄膜的厚度满足设定要求的步骤之前, 还包括预加热步骤, 该预加热步骤包括:

向反应腔室通入第一气体, 直至工艺气压达到第一设定气压;

对晶圆进行加热, 直至达到设定温度。

可选的, 第一气体可以为氩气; 第一设定气压为 1Torr ~ 2Torr; 加热温度为 300℃ ~ 400℃; 加热时间为 1min。

在预加热步骤中，在将晶圆传入反应腔室之后，向反应腔室内通入氩气，直至工艺气压达到第一设定气压（1T~2T）。然后，将基座温度设定为 300℃~400℃，使基座对晶圆进行加热约 1min。

当然，该预加热步骤也可以在制膜设备的预加热腔室内完成，在完成预加热之后，将达到预设温度的晶圆直接传入反应腔室内。

可选的，在上述预加热步骤之后，还包括控压步骤，该控压步骤包括：
对反应腔室进行抽气；

同时向反应腔室通入第二气体和第三气体，并通过控制第二气体和第三气体的气体流量，来使工艺气压在达到第二设定气压时保持恒定。

可选的，在第一溅射阶段和/或第二溅射阶段中，通过调节第二气体和第三气体的气体流量比，来调节工艺气压和薄膜的应力。

可选的，第二气体和第三气体分别为氩气和氮气；第二设定气压为 10mT~200mT。

第二实施例

请参阅图 3，本发明第二实施例提供的制膜方法，其与上述第一实施例相比，其区别在于：采用不同的溅射方式，即，脉冲直流功率+射频功率的方式进行溅射。

具体地，本发明第二实施例提供的制膜方法，其包括：

循环进行第一溅射阶段和第二溅射阶段，直至薄膜的厚度满足设定要求。

其中，在第一溅射阶段中，在向靶材施加射频功率以实现等离子体启辉之后，同时向靶材施加脉冲直流功率和射频功率。在第二溅射阶段中，停止向靶材施加射频功率。

与上述第一实施例相类似的，分别设定第一溅射阶段采用的脉冲直流功率的占空比 C%和第二溅射阶段采用的脉冲直流功率的占空比 D%，以提高

薄膜的密度和应力。

可选的，为了实现脉冲直流功率与高频射频功率的匹配，在第一溅射阶段中，脉冲直流功率的占空比 C% 为 0%；第一溅射阶段的时间为 5s ~ 10s。第二溅射阶段采用的脉冲直流功率的占空比 D% 为 40% ~ 80%；第二溅射阶段的时间为 5s ~ 10s。

可选的，可以通过分别调节第一溅射阶段采用的脉冲直流功率的大小和第二溅射阶段采用的脉冲直流功率的大小，来调节薄膜的应力。优选的，第一溅射阶段采用的脉冲直流功率的大小为 1kW ~ 6kW；第二溅射阶段采用的脉冲直流功率的大小为 1kW ~ 6kW。

可选的，射频功率的大小为 1kW ~ 3kW。射频功率的频率为 13.56MHz、27MHz、40MHz 或 60MHz。

与上述第一实施例相类似的，在第一溅射阶段和/或第二溅射阶段中，向晶圆加载偏压功率。并且，在溅射过程中，通过调节偏压功率的大小，来调节薄膜应力。或者，也可以在溅射过程中将偏压功率保持在设定值。

与上述第一实施例相类似的，在进行第一溅射阶段和/或第二溅射阶段的过程中，通过调节工艺气压的大小，来调节薄膜应力。或者，也可以通过调节工艺气压的大小，并在第一溅射阶段和/或第二溅射阶段中保持工艺气压的大小恒定，来调节薄膜应力。

与上述第一实施例相类似的，在上述循环进行第一溅射阶段和第二溅射阶段，直至薄膜的厚度满足设定要求的步骤之前，还包括预加热步骤。该预加热步骤在上述第一实施例中已有了详细描述，在此不再赘述。

可选的，在上述预加热步骤之后，还包括控压步骤。该控压步骤在上述第一实施例中已有了详细描述，在此不再赘述。

第三实施例

请参阅图 4，本发明第三实施例提供的制膜方法，其与上述第二实施例

相比，其区别在于：第一溅射阶段和第二溅射阶段均同时向靶材施加脉冲直流功率和射频功率。

具体地，本发明第三实施例提供的制膜方法，其包括：

循环进行第一溅射阶段和第二溅射阶段，直至薄膜的厚度满足设定要求。

其中，在第一溅射阶段中，在向靶材施加射频功率以实现等离子体启辉之后，同时向靶材施加脉冲直流功率和射频功率。在第二溅射阶段中，继续同时向靶材施加脉冲直流功率和射频功率。

与上述第二实施例相类似的，分别设定第一溅射阶段采用的脉冲直流功率的占空比 E% 和第二溅射阶段采用的脉冲直流功率的占空比 F%，以提高薄膜的密度和应力。

可选的，为了实现脉冲直流功率与高频射频功率的匹配，第一溅射阶段采用的脉冲直流功率的占空比 E% 为 0%，第二溅射阶段采用的脉冲直流功率的占空比 F% 为 0%。

可选的，可以通过分别调节第一溅射阶段采用的脉冲直流功率的大小和第二溅射阶段采用的脉冲直流功率的大小，来调节薄膜的应力。优选的，第一溅射阶段采用的脉冲直流功率的大小为 1kW ~ 6kW；第二溅射阶段采用的脉冲直流功率的大小为 1kW ~ 6kW。

可选的，射频功率的大小为 1kW ~ 3kW。射频功率的频率为 13.56MHz、27MHz、40MHz 或 60MHz。

与上述第一、第二实施例相类似的，在第一溅射阶段和/或第二溅射阶段中，向晶圆加载偏压功率。并且，在溅射过程中，通过调节偏压功率的大小，来调节薄膜应力。或者，也可以在溅射过程中将偏压功率保持在设定值。

与上述第一、第二实施例相类似的，在第一溅射阶段和/或第二溅射阶段中，通过调节工艺气压的大小，来调节薄膜应力。或者，也可以通过调节工

艺气压的大小，并在第一溅射阶段和/或第二溅射阶段中保持工艺气压的大小恒定，来调节薄膜应力。

与上述第一、第二实施例相类似的，在上述循环进行第一溅射阶段和第二溅射阶段，直至薄膜的厚度满足设定要求的步骤之前，还包括预加热步骤。该预加热步骤在上述第一、第二实施例中已有了详细描述，在此不再赘述。

可选的，在上述预加热步骤之后，还包括控压步骤。该控压步骤在上述第一、第二实施例中已有了详细描述，在此不再赘述。

下面对采用第一至第三实施例提供的制膜方法获得的薄膜数据与采用现有技术中制膜方法获得的薄膜数据进行对比。

表 1，为第一至第三实施例提供的制膜方法的工艺参数和薄膜数据与现有技术中制膜方法的工艺参数和薄膜数据。

项目	现有技术	第一实施例	第二实施例	第三实施例
脉冲直流功率 (Kw)	6	5 ~ 10	1 ~ 6	1 ~ 6
脉冲直流电源占空比	-	40% ~ 80%和 0% ~ 20%	0% 和 40% ~ 80%	0%和 0%
射频功率 (Kw)	0	1 ~ 3	1 ~ 3	1 ~ 3
偏压功率 (Kw)	0	0 ~ 1/不连接 电容调节装置 8	0 ~ 2	0 ~ 2
工艺气压 (mTorr)	30	10 ~ 60	10 ~ 150	10 ~ 150
薄膜的密度 (g/cc)	4.5-4.9	5.0 ~ 5.15	5.0 ~ 5.3	5.0 ~ 5.3
薄膜的应力 (MPa)	< 0	100 ~ 1000	100 ~ 1000	100 ~ 1000
厚度均一性 (U%)	约 5%	2% ~ 5%	2% ~ 5%	2% ~ 5%

由上述表 1 可知, 现有技术的制膜方法采用单步溅射方式, 且向靶材施加脉冲直流功率。采用这种方法获得的薄膜的密度为 4.5 ~ 4.9g/cc, 密度较低, 同时, 薄膜的应力 < 0, 为压应力, 无法适应更先进的集成电路制程。与之相比, 采用本发明第一至第三实施例提供的制膜方法获得的薄膜的密度超过 5.0g/cc, 并且可以获得张应力为 100 ~ 1000MPa 的硬掩膜。由此, 可以在保

证工艺稳定性和工艺成本的前提下，同时实现高致密性、更大应力的薄膜沉积，以满足先进集成电路工艺对薄膜性能的苛刻需求。

可以理解的是，以上实施方式仅仅是为了说明本发明的原理而采用的示例性实施方式，然而本发明并不局限于此。对于本领域内的普通技术人员而言，在不脱离本发明的精神和实质的情况下，可以做出各种变型和改进，这些变型和改进也视为本发明的保护范围。

权 利 要 求 书

1. 一种制膜方法，其特征在于，包括：

循环进行第一溅射阶段和第二溅射阶段，直至薄膜的厚度满足设定要求；

其中，在所述第一溅射阶段和第二溅射阶段中，向靶材施加脉冲直流功率；

并且，通过分别设定所述第一溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的占空比和所述第二溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的占空比，来提高薄膜的密度和应力。

2. 根据权利要求 1 所述的制膜方法，其特征在于，在所述第一溅射阶段中，在向靶材施加射频功率以实现等离子体启辉之后，同时向靶材施加脉冲直流功率和射频功率；在所述第二溅射阶段中，停止向靶材施加射频功率或者继续同时向靶材施加脉冲直流功率和射频功率。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的制膜方法，其特征在于，通过分别调节所述第一溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的大小和所述第二溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的大小，来调节薄膜的应力。

4. 根据权利要求 2 所述的制膜方法，其特征在于，在所述第一溅射阶段中，通过调节所述射频功率的大小，来调节薄膜应力。

5. 根据权利要求 1 或 2 所述的制膜方法，其特征在于，在所述第一溅射阶段和/或第二溅射阶段中，向晶圆加载偏压功率；

通过在进行所述第一溅射阶段和/或第二溅射阶段的过程中调节所述偏压功率的大小，来调节薄膜应力；或者，

通过调节所述偏压功率的大小，并在所述第一溅射阶段和/或第二溅射阶段中保持所述偏压功率的大小恒定，来调节薄膜应力。

6. 根据权利要求 1 或 2 所述的制膜方法，其特征在于，通过在进行所述第一溅射阶段和/或第二溅射阶段的过程中调节工艺气压的大小，来调节薄膜应力；或者，

通过调节所述工艺气压的大小，并在所述第一溅射阶段和/或第二溅射阶段中保持所述工艺气压的大小恒定，来调节薄膜应力。

7. 根据权利要求 1 所述的制膜方法，其特征在于，所述第一溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的占空比为 40%~80%；所述第二溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的占空比为 0%~20%。

8. 根据权利要求 2 所述的制膜方法，其特征在于，当在所述第一溅射阶段中，在向靶材施加射频功率以实现等离子体启辉之后，同时向靶材施加脉冲直流功率和射频功率；在所述第二溅射阶段中，停止向靶材施加射频功率时，所述第一溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的占空比为 0%，所述第二溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的占空比为 40%~80%。

9. 根据权利要求 2 所述的制膜方法，其特征在于，当在所述第一溅射阶段中，在向靶材施加射频功率以实现等离子体启辉之后，同时向靶材施加脉冲直流功率和射频功率；在所述第二溅射阶段中，继续同时向靶材施加脉冲直流功率和射频功率时，所述第一溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的占空比为 0%，所述第二溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的占空比为 0%。

10. 根据权利要求 3 所述的制膜方法，其特征在于，当在所述第一溅射阶段和第二溅射阶段中，仅向靶材施加脉冲直流功率时，所述第一溅射阶段

采用的所述脉冲直流功率的大小为 5kW ~ 10kW；所述第二溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的大小为 5kW ~ 10kW。

11. 根据权利要求 3 所述的制膜方法，其特征在于，当在所述第一溅射阶段中，在向靶材施加射频功率以实现等离子体启辉之后，同时向靶材施加脉冲直流功率和射频功率；在所述第二溅射阶段中，停止向靶材施加射频功率或者继续同时向靶材施加脉冲直流功率和射频功率时，所述第一溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的大小为 1kW ~ 6kW；所述第二溅射阶段采用的所述脉冲直流功率的大小为 1kW ~ 6kW。

12. 根据权利要求 4 所述的制膜方法，其特征在于，所述射频功率的大小为 1kW ~ 3kW。

13. 根据权利要求 2 所述的制膜方法，其特征在于，所述射频功率的频率为 13.56MHz、27MHz、40MHz 或 60MHz。

14. 根据权利要求 1 或 2 所述的制膜方法，其特征在于，所述第一溅射阶段的时间为 5s ~ 10s；所述第二溅射阶段的时间为 5s ~ 10s。

15. 根据权利要求 5 所述的制膜方法，其特征在于，所述偏压功率的大小为 0kW ~ 2kW。

16. 根据权利要求 1 所述的制膜方法，其特征在于，在所述循环进行第一溅射阶段和第二溅射阶段，直至薄膜的厚度满足设定要求的步骤之前，还包括预加热步骤，所述预加热步骤包括：

向反应腔室通入第一气体，直至工艺气压达到第一设定气压；

对晶圆进行加热，直至达到设定温度。

17. 根据权利要求 16 所述的制膜方法，其特征在于，所述第一设定气压为 1Torr ~ 2Torr；所述设定温度为 300℃ ~ 400℃。

5 18. 根据权利要求 16 所述的制膜方法，其特征在于，在所述循环进行第一溅射阶段和第二溅射阶段，直至薄膜的厚度满足设定要求的步骤之前，且在所述预加热步骤之后，还包括控压步骤，所述控压步骤包括：

对所述反应腔室进行抽气；

10 同时向所述反应腔室通入第二气体和第三气体，并通过控制所述第二气体和第三气体的气体流量，来使工艺气压在达到第二设定气压时保持恒定。

19. 根据权利要求 18 所述的制膜方法，其特征在于，在所述第一溅射阶段和/或第二溅射阶段中，通过调节所述第二气体和第三气体的气体流量比，来调节工艺气压和薄膜的应力。

15

20. 根据权利要求 18 所述的制膜方法，其特征在于，所述第一气体为氩气；第二气体和第三气体分别为氩气和氮气。

21. 根据权利要求 18 所述的制膜方法，其特征在于，所述第二设定气压为 10mT ~ 200mT。

20

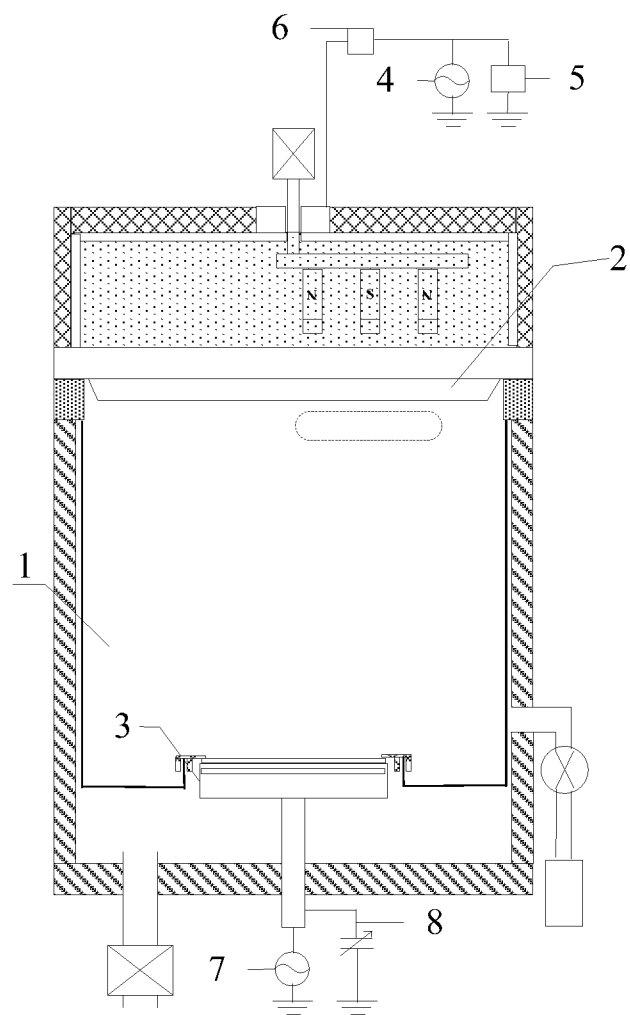


图 1

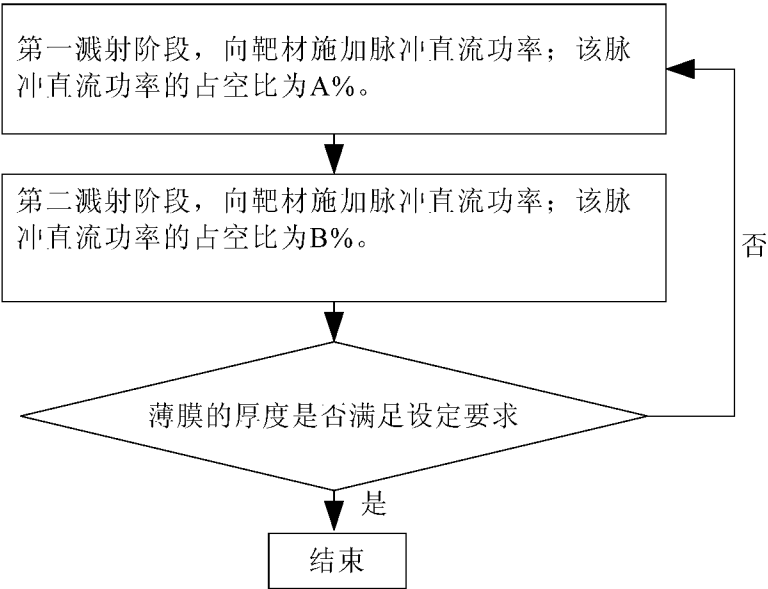


图 2

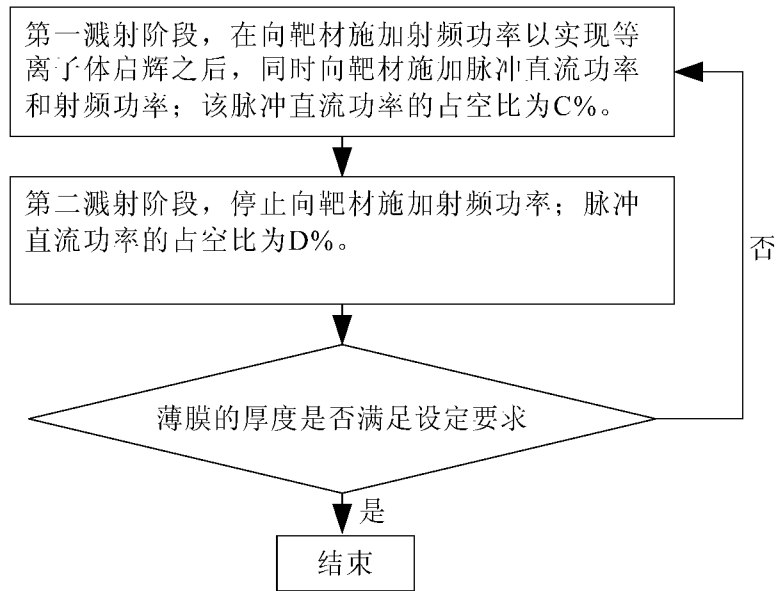


图 3

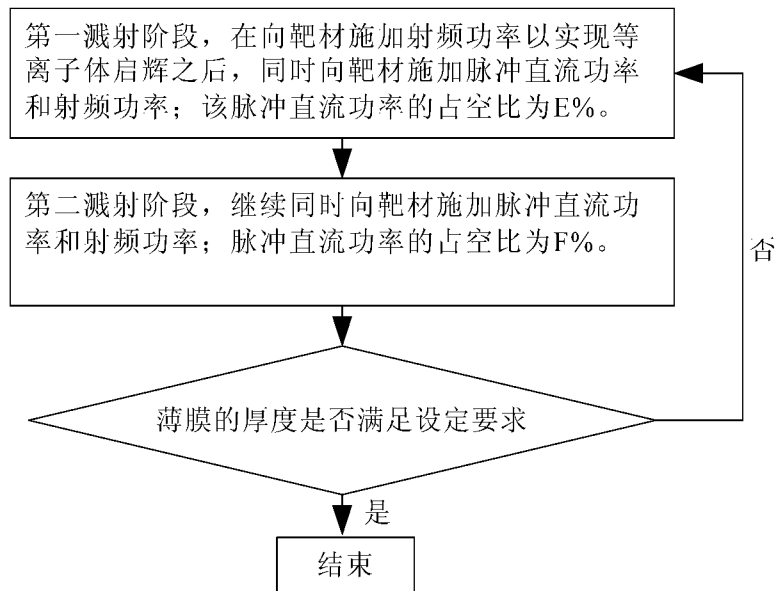


图 4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2018/100807

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C23C 14/34(2006.01)i; C23C 14/35(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C23C 14/-

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CNPAT, CNKI, EPODOC, WPI: 脉冲, 溅射, 占空比, 功率, 循环, 射频, 应力, puls+, sputter+, duty, cycle, power, RF, radio, frequency, stress

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PX	CN 107513692 A (BEIJING NAURA MICROELECTRONICS EQUIPMENT CO., LTD.) 26 December 2017 (2017-12-26) claims 1-19, and description, paragraphs [0036]-[0089]	1-21
Y	CN 106222610 A (GUANGDONG UNIVERSITY OF TECHNOLOGY) 14 December 2016 (2016-12-14) description, paragraphs [0017]-[0029]	1-21
Y	KR 20130087899 A (MOKPO NAT UNIV IND ACAD COOP) 07 August 2013 (2013-08-07) description, paragraphs [0011]-[0031], and figures 1-4	1-21
Y	CN 1653206 A (APPLIED FILMS CORPORATION) 10 August 2005 (2005-08-10) description, page 2, line 20 to page 8, line 1	2-6, 8-15
A	CN 103938166 A (HONG KONG PRODUCTIVITY COUNCIL ET AL.) 23 July 2014 (2014-07-23) description, paragraphs [0028]-[0031]	1-21
A	CN 102517546 A (SHANTUI CONSTRUCTION MACHINERY CO., LTD.) 27 June 2012 (2012-06-27) description, paragraphs [0052]-[0068] and [0103]-[0122], and figure 5	1-21

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

17 October 2018

Date of mailing of the international search report

31 October 2018

Name and mailing address of the ISA/CN

State Intellectual Property Office of the P. R. China
No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao Haidian District, Beijing
100088
China

Authorized officer

Facsimile No. (86-10)62019451

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2018/100807**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2009280916 A (ULVAC CORP.) 03 December 2009 (2009-12-03) abstract	1-21
A	EP 2422352 A1 (UNIV SHEFFIELD HALLAM) 29 February 2012 (2012-02-29) description, paragraphs [0010]-[0028]	1-21

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/CN2018/100807

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
CN	107513692	A	26 December 2017	None			
CN	106222610	A	14 December 2016	None			
KR	20130087899	A	07 August 2013	None			
CN	1653206	A	10 August 2005	US	2004026235	A1	12 February 2004
				JP	2005526184	A	02 September 2005
				KR	20050075691	A	21 July 2005
				JP	4694833	B2	08 June 2011
				AU	2003241458	A8	02 December 2003
				EP	1506325	A2	16 February 2005
				WO	03097892	A3	29 January 2004
				KR	100938361	B1	22 January 2010
				WO	03097892	A2	27 November 2003
				CN	100510164	C	08 July 2009
				US	7247221	B2	24 July 2007
				AU	2003241458	A1	02 December 2003
CN	103938166	A	23 July 2014	HK	1197087	A1	02 January 2015
CN	102517546	A	27 June 2012	CN	102517546	B	13 November 2013
JP	2009280916	A	03 December 2009	JP	4613243	B2	12 January 2011
EP	2422352	A1	29 February 2012	GB	0906935	D0	03 June 2009
				WO	2010122331	A1	28 October 2010
				GB	2469666	A	27 October 2010
				GB	2469666	B	11 January 2012
				EP	2422352	B1	06 January 2016

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2018/100807

A. 主题的分类

C23C 14/34(2006.01)i; C23C 14/35(2006.01)i

按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类

B. 检索领域

检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)

C23C 14/-

包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献

在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用))

CNPAT, CNKI, EPODOC, WPI:脉冲, 溅射, 占空比, 功率, 循环, 射频, 应力, puls+, sputter+, duty, cycle, power, RF, radio, frequency, stress

C. 相关文件

类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
PX	CN 107513692 A (北京北方华创微电子装备有限公司) 2017年 12月 26日 (2017 - 12 - 26) 权利要求1-19, 说明书第[0036]-[0089]段	1-21
Y	CN 106222610 A (广东工业大学) 2016年 12月 14日 (2016 - 12 - 14) 说明书第[0017]-[0029]段	1-21
Y	KR 20130087899 A (MOKPO NAT UNIV IND ACAD COOP) 2013年 8月 7日 (2013 - 08 - 07) 说明书第[0011]-[0031]段, 图1-4	1-21
Y	CN 1653206 A (应用菲林公司) 2005年 8月 10日 (2005 - 08 - 10) 说明书第2页第20行至第8页第1行	2-6、8-15
A	CN 103938166 A (香港生产力促进局等) 2014年 7月 23日 (2014 - 07 - 23) 说明书第[0028]-[0031]段	1-21
A	CN 102517546 A (山推工程机械股份有限公司) 2012年 6月 27日 (2012 - 06 - 27) 说明书第[0052]-[0068]、[0103]-[0122]段, 图5	1-21
A	JP 2009280916 A (ULVAC CORP) 2009年 12月 3日 (2009 - 12 - 03) 说明书摘要	1-21

☒ 其余文件在C栏的续页中列出。☒ 见同族专利附件。

* 引用文件的具体类型:

“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件

“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利

“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件 (如具体说明的)

“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件

“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件

“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件

“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性

“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性

“&” 同族专利的文件

国际检索实际完成的日期

2018年 10月 17日

国际检索报告邮寄日期

2018年 10月 31日

ISA/CN的名称和邮寄地址

中华人民共和国国家知识产权局(ISA/CN)
中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088

传真号 (86-10) 62019451

受权官员

倪永乐

电话号码 62084096

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2018/100807

C. 相关文件

类 型*	引用文件，必要时，指明相关段落	相关的权利要求
A	EP 2422352 A1 (UNIV SHEFFIELD HALLAM) 2012年 2月 29日 (2012 - 02 - 29) 说明书第[0010]-[0028]段	1-21

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2018/100807

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利			公布日 (年/月/日)
CN	107513692	A	2017年 12月 26日	无			
CN	106222610	A	2016年 12月 14日	无			
KR	20130087899	A	2013年 8月 7日	无			
CN	1653206	A	2005年 8月 10日	US	2004026235	A1	2004年 2月 12日
				JP	2005526184	A	2005年 9月 2日
				KR	20050075691	A	2005年 7月 21日
				JP	4694833	B2	2011年 6月 8日
				AU	2003241458	A8	2003年 12月 2日
				EP	1506325	A2	2005年 2月 16日
				WO	03097892	A3	2004年 1月 29日
				KR	100938361	B1	2010年 1月 22日
				WO	03097892	A2	2003年 11月 27日
				CN	100510164	C	2009年 7月 8日
				US	7247221	B2	2007年 7月 24日
				AU	2003241458	A1	2003年 12月 2日
CN	103938166	A	2014年 7月 23日	HK	1197087	A1	2015年 1月 2日
CN	102517546	A	2012年 6月 27日	CN	102517546	B	2013年 11月 13日
JP	2009280916	A	2009年 12月 3日	JP	4613243	B2	2011年 1月 12日
EP	2422352	A1	2012年 2月 29日	GB	0906935	D0	2009年 6月 3日
				WO	2010122331	A1	2010年 10月 28日
				GB	2469666	A	2010年 10月 27日
				GB	2469666	B	2012年 1月 11日
				EP	2422352	B1	2016年 1月 6日

表 PCT/ISA/210 (同族专利附件) (2015年1月)