



# (12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105132886 B

(45)授权公告日 2018.03.23

(21)申请号 201510576553.6

(22)申请日 2015.09.11

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105132886 A

(43)申请公布日 2015.12.09

(73)专利权人 兰州空间技术物理研究所

地址 730000 甘肃省兰州市城关区渭源路  
97号

(72)发明人 熊玉卿 任妮 王济洲 冯煜东

赵栋才

(74)专利代理机构 北京中恒高博知识产权代理

有限公司 11249

代理人 高玉滨

(51)Int. Cl.

C23C 16/44(2006.01)

(56)对比文件

CN 102598286 A,2012.07.18,

CN 102598286 A,2012.07.18,

CN 103451624 A,2013.12.18,

CN 1795290 A,2006.06.28,

US 6042652 A,2000.03.28,

审查员 赵亮

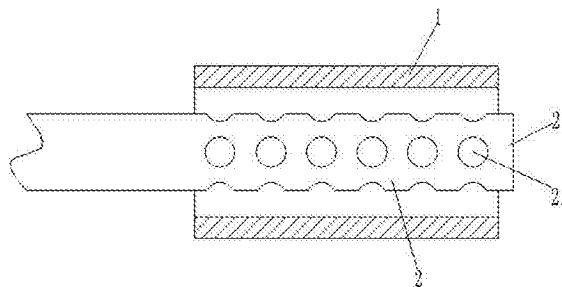
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

一种改善管状基底内表面沉积薄膜均匀性的方法

(57)摘要

本发明公开了一种改善管状基底内表面沉积薄膜均匀性的方法,(1)将管状基底放置于反应室内,将侧壁上均匀分布有若干通孔的进气管置于所述管状基底内;(2)对管状基底进行加热;(3)通过所述进气管向反应室内通入反应前驱体进行镀膜。本发明一种改善管状基底内表面沉积薄膜均匀性的方法,能够显著改善管状基底内表面沉积薄膜的均匀性。



1. 一种改善管状基底内表面沉积薄膜均匀性的方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 将管状基底放置于反应室内,将侧壁上均匀分布有若干通孔的进气管置于所述管状基底内;

(2) 沿所述管状基底长度方向对其进行梯度加热,对所述管状基底的进气管插入的一端加热温度最低、另一端加热温度最高;

(3) 通过所述进气管向反应室内通入反应前驱体进行镀膜;

所述步骤(1)中,进气管上通孔的分布方式为:沿进气管圆周均匀分布一组通孔,沿进气管轴线方向,均匀分布多组通孔。

2. 如权利要求1所述一种改善管状基底内表面沉积薄膜均匀性的方法,其特征在于,所述步骤(1)中所述的进气管插入所述管状基底的一端为封闭端。

3. 如权利要求2所述一种改善管状基底内表面沉积薄膜均匀性的方法,其特征在于,所述封闭端从所述管状基底一端插入、从另一端伸出,各所述通孔位于所述管状基底内部。

4. 如权利要求1至3任一所述一种改善管状基底内表面沉积薄膜均匀性的方法,其特征在于,所述进气管与所述管状基底轴心重合。

5. 如权利要求1所述一种改善管状基底内表面沉积薄膜均匀性的方法,其特征在于,所述步骤(2)中,从所述管状基底的进气管插入的一端到其另一端的加热温度呈线性增长。

6. 如权利要求1所述一种改善管状基底内表面沉积薄膜均匀性的方法,其特征在于,所述步骤(3)包括以下步骤:

(i) 向反应室内通入第一种反应前驱体;

(ii) 第一次通入氩气;

(iii) 向反应室内通入第二种反应前驱体

(iv) 第二次通入氩气

(v) 重复上述步骤(i)至(iv),直到膜层厚度满足要求为止。

## 一种改善管状基底内表面沉积薄膜均匀性的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及原子层沉积技术领域,尤其是一种改善管状基底内表面沉积薄膜均匀性的方法。

### 背景技术

[0002] 原子层沉积技术是一种精密的薄膜沉积技术,通过脉冲交替将气相前驱体通入反应室,并在基底上化学吸附且反应成膜的一种技术。原子层沉积的表面反应具有自限制性,即在每个脉冲期间,气相前驱体只能在沉积表面的原子成键位吸附并反应,反应达到饱和后即自行停止,在沉积表面上得到一单层膜,因此,理论上,利用原子层沉积技术沉积的薄膜具有很好的厚度均匀性,在平面基底上利用原子层沉积技术沉积薄膜时,也证明具有极高的厚度均匀性。但是,在将原子层沉积应用于细长的管状基底内表面沉积薄膜时,实践证明,薄膜厚度均匀性较差,表现为前驱体入口端薄膜较厚,出口端较薄,不均匀性可达30%以上。

### 发明内容

[0003] 本发明针对现有技术的不足,提出一种改善管状基底内表面沉积薄膜均匀性的方法,能够显著改善管状基底内表面沉积薄膜的均匀性。

[0004] 一种改善管状基底内表面沉积薄膜均匀性的方法,包括以下步骤:

[0005] (1)将管状基底放置于反应室内,将侧壁上均匀分布有若干通孔的进气管置于所述管状基底内;

[0006] (2)对管状基底进行加热;

[0007] (3)通过所述进气管向反应室内通入反应前驱体进行镀膜。

[0008] 进一步地,所述步骤(1)中所述的进气管插入所述管状基底的一端为封闭端。

[0009] 进一步地,所述封闭端从所述管状基底一端插入、从另一端伸出,各所述通孔位于所述管状基底内部。

[0010] 进一步地,所述进气管与所述管状基底轴心重合。

[0011] 进一步地,所述步骤(2)中沿所述管状基底长度方向对其进行梯度加热,对所述管状基底的进气管插入的一端加热温度最低、另一端加热温度最高。

[0012] 进一步地,从所述管状基底的进气管插入的一端到其另一端的加热温度呈线性增长。

[0013] 进一步地,所述步骤(3)包括以下步骤:

[0014] (i)向反应室内通入第一种反应前驱体;

[0015] (ii)第一次通入氩气;

[0016] (iii)向反应室内通入第二种反应前驱体

[0017] (iv)第二次通入氩气

[0018] (v)重复上述步骤(i)至(iv),直到膜层厚度满足要求为止。

[0019] 本发明一种改善管状基底内表面沉积薄膜均匀性的方法,通过调节进气方式和反应温度,可以显著改善薄膜的均匀性,使原子层沉积技术可以有效应用于细长管状基底的内表面薄膜沉积。

## 附图说明

[0020] 图1为本发明所述一种改善管状基底内表面沉积薄膜均匀性的方法的示意图管状基底和进气管的机构示意图。

## 具体实施方式

[0021] 下面结合附图对本发明进行详细描述,本部分的描述仅是示范性和解释性,不应对本发明的保护范围有任何的限制作用。

[0022] 如图1所示的一种改善管状基底内表面沉积薄膜均匀性的方法中应用的管状基底1和进气管1的位置关系,

[0023] 进气管1伸入管状基底1的一端为封闭端21,封闭端21从管状基底1的一端插入、从另一端伸出,进气管1与管状基底1轴心重合。进气管1侧壁上均匀分布有若干通孔22,环绕进气管1同一横截面上均匀分布有四个通孔22,该四个通孔22为一组,沿进气管1轴向分布有若干组,该若干组通孔22位于管状基底1内部。

[0024] 实施例1

[0025] 本实施例以三甲基铝和水蒸气反应,生成三氧化二铝为例说明。

[0026] (1) 将需镀膜的管状基底1放置于反应室内,将分布有通孔22的进气管1置于管状基底1内部,进气管1与管状基底1轴向同心,进气管1长度略长于管状基底1长度,进气管1外径5mm,壁厚0.5mm;在距离进气管1封闭端2110mm处,沿圆周均匀分布一组四个通孔22,孔径1mm,沿进气管1轴线方向,均匀分布多组通孔22,每组之间的间隔为5mm,通孔22组数取决于进气管1长度;

[0027] (2) 将反应室抽真空至 $1 \times 10^{-3}$ Pa;

[0028] (3) 对管状基底1进行梯度加热,位于进气管1插入管状基底1的一端加热温度为 $200^{\circ}\text{C}$ ,位于进气管1伸出管状基底1一端加热温度为 $400^{\circ}\text{C}$ ,温度梯度沿轴向尽量满足线性关系;

[0029] (4) 向反应室内通入第一种反应前驱体三甲基铝(TMA),流量15sccm,持续时间5s,在需镀膜的管状基底1内表面以化学吸附形成一个单吸附层;

[0030] (5) 向反应室内通入氩气,流量25sccm,持续时间15s,将未吸附的多余的第一种反应前驱体三甲基铝排出反应室;

[0031] (6) 向反应室内通入第二种反应前驱体水蒸气(H<sub>2</sub>O),流量20sccm,持续时间10s,与吸附在管状基底1内表面的第一种反应前驱体三甲基铝反应,在需镀膜的管状基底1内表面生成一个氧化铝的单原子层以及副产物甲烷(CH<sub>4</sub>);

[0032] (7) 向反应室内通入氩气,流量25sccm,持续时间15s,将未反应的多余第二种反应前驱体水蒸气和反应副产物甲烷排出反应室;

[0033] (8) 重复上述步骤(4)至(7),直到膜层厚度满足要求为止。

[0034] 实施例2

[0035] 本实施例以氯化亚铜和氢气反应,生成铜为例说明。

[0036] (1) 将需镀膜的管状基底1放置于反应室内,将分布有通气孔的进气管1置于管状基底1内部,进气管1与管状基底1轴向同心,进气管1长度略长于管状基底1长度,进气管1外径8mm,壁厚1mm;在距离进气管1封闭端2110mm处,沿圆周均匀分布一组4个通孔22,孔径1.5mm,沿进气管1轴线方向,均匀分布多组通孔22,每组之间的间隔为8mm,通孔22组数取决于管长度;

[0037] (2) 将反应室抽真空至 $2 \times 10^{-3}$ Pa;

[0038] (3) 对管状基底1进行梯度加热,位于进气管1插入管状基底1的一端加热温度为 $200^{\circ}\text{C}$ ,位于进气管1伸出管状基底1的一端加热温度为 $400^{\circ}\text{C}$ ,温度梯度沿轴向尽量满足线性关系;

[0039] (4) 向反应室内通入第一种反应前驱体氯化亚铜( $\text{CuCl}$ ),流量18sccm,持续时间6s,在需镀膜的管状基底1内表面以化学吸附形成一个单吸附层;

[0040] (5) 向反应室内通入氩气,流量25sccm,持续时间15s,将未吸附的多余的第一种反应前驱体氯化亚铜排出反应室;

[0041] (6) 向反应室内通入第二种反应前驱体氢气( $\text{H}_2$ ),流量15sccm,持续时间8s,与吸附的第一种反应前驱体氯化亚铜反应,在需镀膜的管状基底1内表面生成一个铜的单原子层以及副产物氯化氢( $\text{HCl}$ );

[0042] (7) 向反应室内通入氩气,流量25sccm,持续时间15s,将未反应的多余第二种反应前驱体氢气和反应副产物氯化氢排出反应室;

[0043] (8) 重复上述步骤(4)至(7),每重复一次,生成一个铜单原子层,直到膜层厚度满足要求为止。

[0044] 实施例3

[0045] 本实施例以四氯化钛和氨气反应,生成氮化钛为例说明。

[0046] (1) 将需镀膜的管状基底1放置于反应室内,将分布有通孔22的进气管1置于管状基底1内部,进气管1与管状基底1轴向同心,进气管1长度略长于管状基底1长度,进气管1外径10mm,壁厚1mm;在距离进气管1封闭端2110mm处,沿圆周均匀分布一组4个通孔22,孔径1.5mm,沿进气管1轴线方向,均匀分布多组通孔22,每组之间的间隔为10mm,通孔22组数取决于管长度;

[0047] (2) 将反应室抽真空至 $5 \times 10^{-3}$ Pa;

[0048] (3) 对管状基底1进行梯度加热,位于进气管1插入管状基底1一端的加热温度为 $300^{\circ}\text{C}$ ,位于进气管1伸出管状基底1一端加热温度为 $500^{\circ}\text{C}$ ,温度梯度沿轴向尽量满足线性关系;

[0049] (4) 向反应室内通入第一种反应前驱体四氯化钛( $\text{TiCl}_4$ ),流量20sccm,持续时间5s,在需镀膜的管状基底1内表面以化学吸附形成一个单吸附层;

[0050] (5) 向反应室内通入氩气,流量20sccm,持续时间10s,将未吸附的多余的第一种反应前驱体四氯化钛排出反应室;

[0051] (6) 向反应室内通入第二种反应前驱体氨气( $\text{NH}_3$ ),与吸附在管状基底1内表面的第一种反应前驱体四氯化钛反应,在需镀膜的管状基底1内表面生成一个氮化钛的单原子层以及副产物氯化氢( $\text{HCl}$ );

[0052] (7) 向反应室内通入氩气,流量25sccm,持续时间8s,将未反应的多余的第二种反应前驱体氨气和反应副产物氯化氢排出反应室;

[0053] (8) 重复上述步骤(4)至(7),直到膜层厚度满足要求为止。

[0054] 本发明一种改善管状基底内表面沉积薄膜均匀性的方法,通过调节进气方式和反应温度,可以显著改善薄膜的均匀性,使原子层沉积技术可以有效应用于细长管状基底的内表面薄膜沉积。

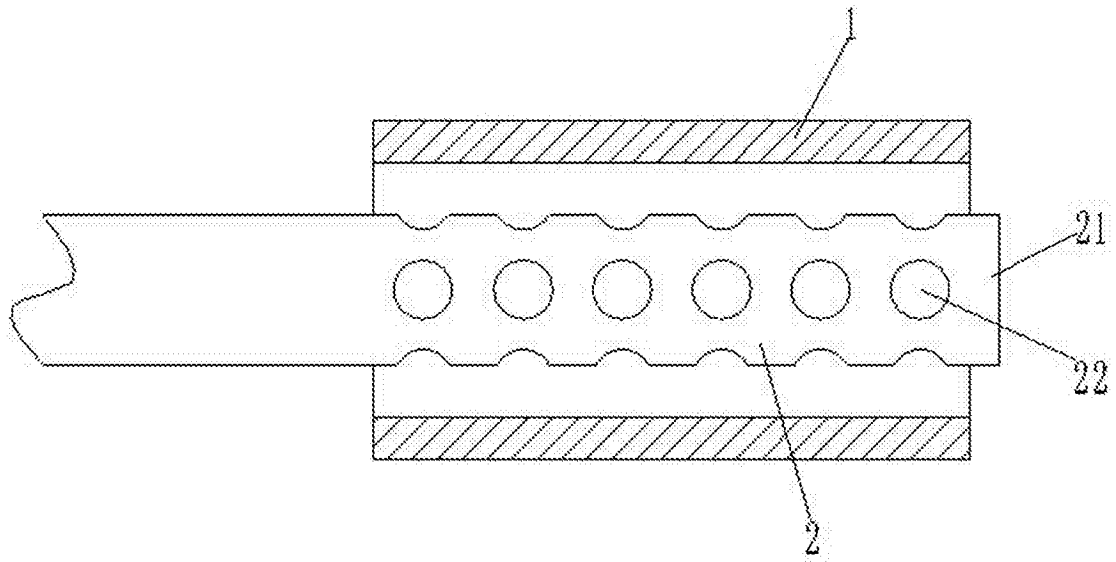


图1