

制备软 X 光多层膜的转速控厚法

邵建达 范正修 金磊 郭永洪

(中国科学院上海光机所, 201800)

提要: 本文提出了一种新的监控软 X 光多层膜膜厚的方法——转速控厚法, 利用这种方法镀制的设计周期厚度分别为 8.4 和 10 nm, 周期数达 50 对和 30 对的 W/C 多层膜, 经小角 X 光衍射测试, 结果表明周期厚度随机误差在 0.1 nm 左右。

关键词: 膜厚监控, 转速控厚法, 软 X 光多层膜, 周期厚度随机误差

Rotation-speed-controlled layer thickness of soft X-ray multilayer reflectors

Shao Jianda, Fan Zhenxiu, Jin Lei, Guo Yonghong

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Academia Sinica, Shanghai)

Abstract: Reported here is a new technique, rotation speed-controlled layer thickness monitoring, which can accurately monitor very thin layers for soft X-ray mirrors. Three W/C multilayer ($d=10$ nm, 30 periods and $d=8.4$ nm, 50 periods) are fabricated and characterized by low-angle X-ray diffraction. The results show that the random error of the periodic thickness is being about 0.1 nm.

Key words: Layer thickness monitor, rotation speed-controlled thickness monitor, soft X-ray multilayer, random errors of periodic thickness

软 X 光多层膜是由极薄的膜层组合而成的, 其每层膜的厚度不超过 6 nm。这样小的膜厚, 决定了对制备条件尤其是膜厚监控精度的严格要求。一般所采用的如 X 光实时监控^[1]、石英晶体振荡频率监控^[2]、椭偏监控^[3]、激光脉冲监控^[4]等技术, 都各有其优缺点, 也获得了一些成功的结果。

在我们的实际工作中, 在溅射时间监控法^[5]的基础上, 提出了利用转速控厚法来监控膜厚。利用该方法制备的 W/C 多层膜的小角 X 光衍射测试, 证明了这种方法的成功。

一、转速控厚法

1.1 转速控厚法装置

图1是转速控厚法的真空室内装置示意图。外围设备还包括一台射频与直流电源、自动压强控制仪、转速控制电源、计数器。图中,二磁控溅射枪在同一直径上对称放置。材料向上溅射到上方特制的小夹具内的基片上。小夹具经设计,将保证每一层膜都不致遭受另一种材料的交叉污染。带动夹具架转动的慢速电机性能良好,其控制电流在 $0\sim 100\mu\text{A}$,对应转速在 $0\sim 200\text{rpm}$ 间连续可调。计数器用来记录镀制的周期数,镀完指定周期后自动关闭挡板。

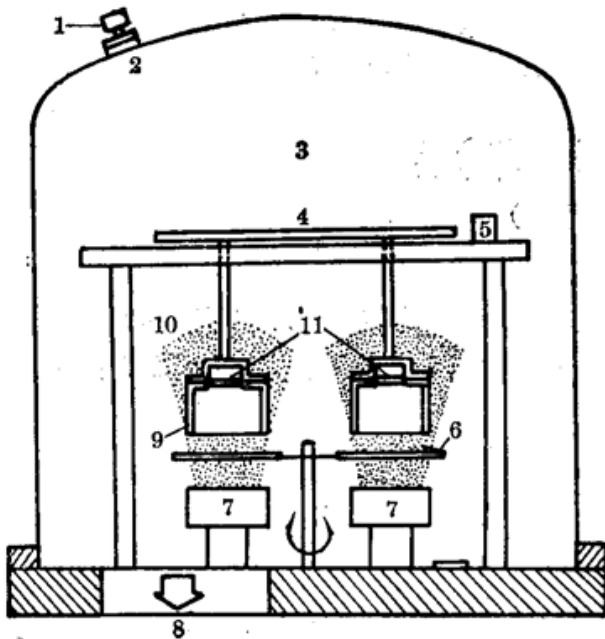


图1 转速控厚法真空室内装置示意图
1—压力控制阀; 2—Ar气进口; 3—多层膜淀积真空室; 4—旋转夹具架; 5—计数器;
6—挡板; 7—磁控溅射靶; 8—抽气口; 9—小基片夹具; 10—溅射区; 11—基片

输出功率。但一般地,适当的高溅射速率能给膜层带来致密的结构,其光学性质更接近块材料等优点,故选择了合适的溅射速率之后,不能太大地改变溅射速率,以免影响成膜的质量;

(2) 改变 θ 。 θ 的选择和溅射区域中的均匀范围有关。超过靶上方平行平面的一定范围,溅射速率将大幅度改变。这要求我们从膜层均匀性的角度上来选择 θ ;

(3) 改变靶与基片间距离 s 。 s 的改变和 θ 的改变一样也存在均匀性问题,况且 s 越大,基片上成膜的淀积速率也将下降,影响膜层质量,故也必须在一定范围内选择;

(4) 经上述分析之后,不难理解我们为什么将本文讨论的膜厚监控方法称之为转速控厚法,因为和膜厚的相关量中,只有转速 v_r 的改变不会带来任何副作用,是最佳的改变膜厚的办法。

1.3 周期膜厚随机误差源的估计

由上面 d 的表达式和分析可知,其误差源包括转速的稳定性和转动的平稳度。前者从测速机组的反馈电流来看,其变化是在 $0.1\mu\text{A}$ 范围内,和转速电流($30\sim 50\mu\text{A}$)相比,足可忽略。后者则可以依赖精密的机械传动结构来保证。

所以其主要的误差源是来自溅射速率的不稳定。但由于溅射速率与电源输出功率以及气压的稳定性相关,且具有较复杂的关系,从理论上探讨其随机误差很困难。我们只能从实测的溅射速率来评估。表1给出了测得的不同时间的速率,表明其随机误差在 0.1nm 左右。

综合考虑,我们预计在这样的系统中,其周期膜厚的随机误差在 0.1nm 左右。

1.2 膜厚的控制

若设溅射速率为 $v_s(0.1\text{nm/s})$,基片转速是 $v_r(\text{r.p.s.})$,它在每个靶的溅射区域所掠过的角度是 θ 。一般地,每层膜厚 d 有以下表达式:

$$d = \frac{k}{4\pi^2} \cdot \frac{v_s}{s^2} \cdot \frac{\theta}{v_r}$$

这里, s 是基片与靶面的垂直距离, k 是与系统参数有关的常数。由此可知,膜厚 d 的改变不外乎有如下几种方法:

(1) 改变溅射速率 v_s ,在要求溅射时气压尽量低,且保证稳定的前提下,这意味着改变电源的

表 1 不同时间的速率

时间 (min)	2	6	8	10	12	15
溅射速率(nm/s)	1.527	1.602	1.611	1.538	1.571	1.586

表 2 样品设计和制备工艺参数

样品名称	周期厚度 (nm)	周期数 (对)	溅射功率(W)		转速电流 (μ A)
			W (DC)	C (RF)	
20No.1	10.0	30	288	132(DC)	50
23No.1	8.4	50	400	750	50
23No.2	8.4	50	400	750	50

注: DC 是直流电源, RF 是射频电源

二、W/C 多层膜及其制备

根据软 X 光多层膜的理论基础, 人们获得了一些公认的选择软 X 光多层膜材料的普遍原则, 在波长 10nm 附近的软 X 光区, W 和 C 两种材料优越的光学、物理性质倍受人们注意^[6]。

按实际需要, 我们也选择了 W/C 膜系来进行软 X 光多层膜反射镜的制备。限于本文所讨论的范围, 在表 2 中, 只给出了三个样品二种周期结构的设计参数, 同时给出了样品制备时的溅射功率及基片转速(以控制电流来表示)。此外, 溅射前的本底真空是 2×10^{-5} Torr, 溅射时气压 5×10^{-2} Torr。溅射气体采用纯氩气。溅射枪上平面靶有效直径 70 mm, 均采用水冷。靶面和基片距离 170 mm。

开始镀制前, 用挡板盖住靶面, 同时开启二靶的电源, 预溅一段时间, 待稳定后, 打开挡板。这时让基片在靶上方稳定地转动, 每进入一次溅射区域即可镀上一层, 连续转动即可轮流镀上不同材料的膜层。镀制每个样品, 从镀第一层起至完成, 只用了 10~15 min 时间。

三、小角 X 光衍射测试和结果分析

利用小角 X 光衍射实验, 可以用来分析周期结构及膜层的缺陷等。单色的硬 X 光, 如波长为 0.154 nm 的 $\text{CuK}\alpha$ 线, 掠入射在超薄的多层膜上, 由 Bragg 方程: $2d \sin \theta = m\lambda$ 可以给出反射率极大的主峰位置, 并利用主峰位置 θ 的改变量, 定量地给出周期厚度 d 的偏差。

图 2~4 是我们制备的上述三个样品的小角 X 光衍射的结果。根据衍射峰位置所推算的周期厚度 20 No. 1 为 9.914 nm, 23No. 1 为 8.364 nm, 23No. 2 为 8.444 nm。这与设计的周期厚度吻合得相当好, 并且这三个样品都给出了直到四级的衍射主峰, 这说明三个样品的 W/C 多层膜结构是明显的超晶格, 亦即具有极薄的分层结构。

表 3~5 中所指的理论峰位, 是由推得的周期厚度计算出来的。这样它和实际的峰位之间的差别就可用来估计膜系中间各周期间的随机误差。表中列出的随机误差是忽略了其他误差源影响的前提下得到的。对 20No. 1 样品, 其平均随机误差为 0.047 nm, 最大为 0.075 nm, 对 23No. 1 样品, 其平均随机误差为 0.029 nm, 最大为 0.077 nm。对样品 23No. 2, 其平均随机误差为 0.039 nm, 最大为 0.095 nm。三者的平均随机误差为 0.038 nm, 中间最大为 0.095

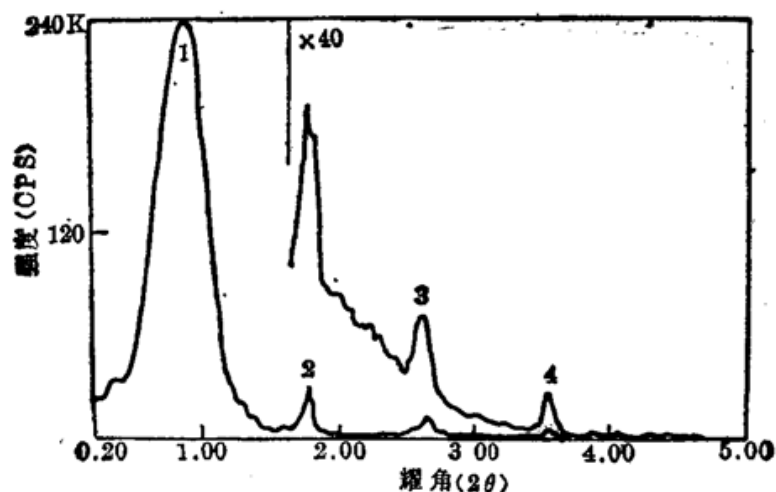


图2 样品20No.1的小角X光衍射峰图
W/C: 30周(60层); 基底: K_9 玻璃; W和C-直流磁控溅射
W/C: $2d=9.914\text{nm}$, $\text{CuK}\alpha$: $\lambda=0.154\text{nm}$

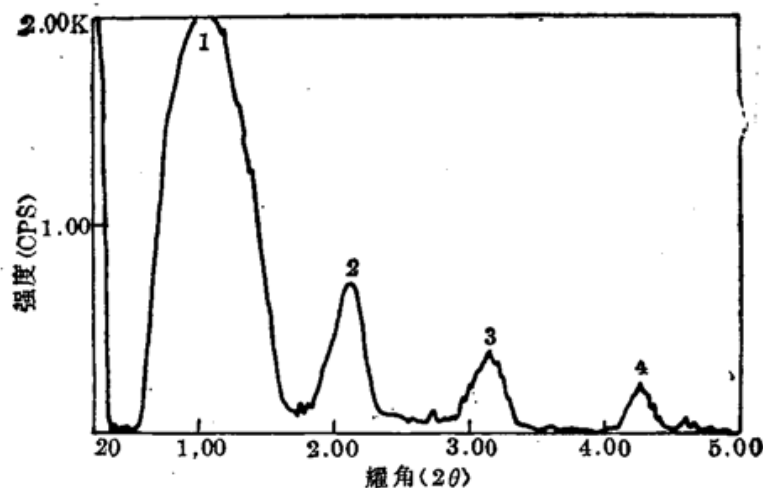


图3 样品23No.1的小角X光衍射峰图
W/C: 50周(100层); 基底: K_9 玻璃; W-直流磁控溅射 C-射频磁控溅射
W/C: $2d=8.364\text{nm}$, $\text{CuK}\alpha$: $\lambda=0.154\text{nm}$

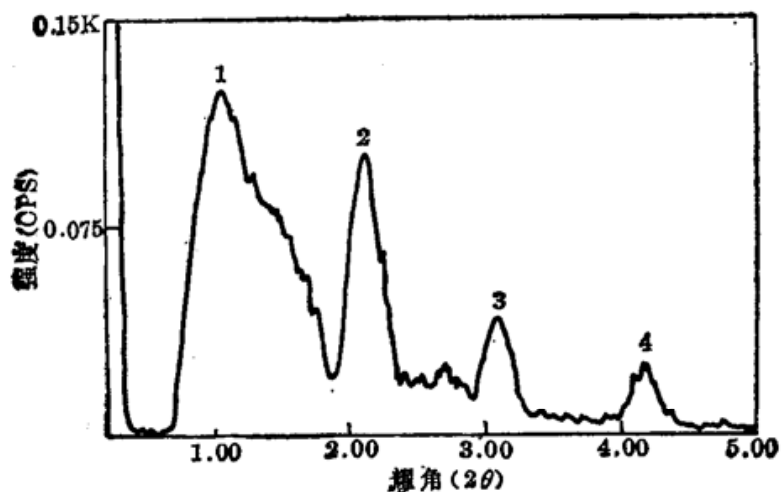


图4 样品23No.2的小角X光衍射峰
W/C: 50周(100层); 基底: K_9 玻璃; W: 直流磁控溅射; C: 射频磁控溅射
W/C: $2d=8.444\text{nm}$, $\text{CuK}\alpha$: $\lambda=0.154\text{nm}$

表 3 样品 20 No. 1 周期层的随机误差

峰级次	理论峰位 (2θ)	实际峰位 (2θ)	峰位偏移 ($\Delta 2\theta$)	随机误差 (nm)
1st	0.89	0.89	0.	0.
2nd	1.78	1.79	0.01	0.055
3rd	2.67	2.65	0.02	0.075
4th	3.56	3.54	0.02	0.057

表 4 样品 23 No. 1 周期层的随机误差

峰级次	理论峰位 (2θ)	实际峰位 (2θ)	峰位偏移 ($\Delta 2\theta$)	随机误差 (nm)
1st	1.05	1.05	0.	0.
2nd	2.11	2.11	0.	0.
3rd	3.16	3.15	0.01	0.040
4th	4.22	4.26	0.04	0.077

表 5 样品 23 No. 2 周期层的随机误差

峰级次	理论峰位 (2θ)	实际峰位 (2θ)	峰位偏移 ($\Delta 2\theta$)	随机误差 (nm)
1st	1.045	1.045	0.	0.
2nd	2.09	2.09	0.	0.
3rd	3.13	3.10	0.03	0.095
4th	4.18	4.15	0.03	0.062

nm, 这个结果和上述分析不谋而合, 由此证明转速控厚法的监控精度可达 0.1 nm 左右。

在这里还须指出, 样品 23 No. 1 和 23 No. 2 的结果还证实了转速控厚法优良的重复性。

至于这些衍射峰形状和幅值与理论上的差别, 它的来源包括了基片的粗糙度、界面的粗糙度和渗透、膜层的不均匀性等原因, 这方面的阐述已超出了本文讨论的范围。

综合以上分析, 可以认为用转速控厚法来监控周期膜厚是成功的。而且和其他诸多监控办法相比, 它的连续镀制使得制备时间少, 如我们镀制的 50 对周期的多层膜, 也只花了 15min 左右时间, 这在其它监控办法下是难以做到的。这么短的镀制时间, 反过来也给电源和气压的稳定性提供了时间上的保证, 并在很大程度上消除了基板升温的问题。况且, 在其它方法中必须执行的每层膜镀制时的电源的开关、挡板的启合等操作所带来的一些误差, 也可以完全避免。

参 考 文 献

- 1 E. Spiller, *AIP Conf. Proc.*, **75**, 124(1981)
- 2 K. Yamashita *et al.*, *Springer Proc. In Physics* 30, 384(1987)
- 3 Ph. Hondy *et al.*, *SPIE*, **733**, 389(1986)
- 4 S. V. Goponov *et al.*, *Opt. Commun*, **38**(1), 7(1981)
- 5 T. W. Barbee, Jr, *AIP Conf. Proc.*, **75**, 131(1981)
- 6 Alan G. Michette, *Optical Systems for Soft X-rays*, Plenum Press (1986), 118