

文章编号: 0258-7025(2010)10-2615-05

电子束自动扫描 SiO₂ 材料沉积速率控制实验研究

王 宁^{1,2} 魏朝阳¹ 邵建达¹ 范正修¹ 易 葵¹

(¹ 中国科学院上海光学精密机械研究所中国科学院强激光材料重点实验室, 上海 201800)

² 中国科学院研究生院, 北京 100049

摘要 沉积速率是电子束蒸发制备光学薄膜的重要工艺参数之一,影响着成膜的微观结构和化学成分,从而对薄膜的光学性质和机械性质都产生很大的影响。SiO₂ 材料是制备光学薄膜的主要低折射率材料之一,由于其导热性很弱,并且以升华的方式进行蒸发,因此在蒸发过程中表面会出现凹坑,影响其蒸发特性,不利于沉积速率的稳定。考虑到 SiO₂ 材料的蒸发特性,进行了电子束自动蒸发 SiO₂ 材料沉积速率控制实验,利用设计的扫描控制仪,采用设计的路径进行焦斑自动扫描,在扫描过程中采用比例-积分-微分(PID)闭环反馈法对沉积速率进行控制,实验结果表明,通过控制可以得到良好的材料表面特性和较稳定的沉积速率。

关键词 薄膜;薄膜工艺;自动扫描;沉积速率控制

中图分类号 O484.1 文献标识码 A doi: 10.3788/CJL20103710.2615

Experimentation of Deposition Rate Control of SiO₂ by E-Beam Auto-Sweeping

Wang Ning^{1,2} Wei Chaoyang¹ Shao Jianda¹ Fan Zhengxiu¹ Yi Kui¹

(¹ Key Laboratory of Materials for High Power Laser, Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China
² Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

Abstract Deposition rate is one of the important technical parameters of producing optical thin film by e-beam. Deposition rate affects the microstructure and chemical composition of film, which affects the optical and mechanical properties of film greatly. SiO₂ material is one of the important low refractive index materials for producing optical film. Because SiO₂ has a low thermal conductivity and sublimates when evaporated, some pits may emerge on the surface of material during evaporation. The pits may affect the evaporation characteristics of SiO₂, which is disadvantaged to the stability of deposition rate. Considering the special evaporation characteristics of SiO₂, the experiment of deposition rate control of SiO₂ by e-beam auto-sweeping is performed. The experiment uses the designed sweeping controller to control the evaporation spot moves on the surface of material through a designed sweeping path automatically. During sweeping, the deposition control is performed by the PID closed-loop control. The result of experiment shows that good surface characteristics of material and stable deposition rate.

Key words thin films; film technique; auto-sweeping; deposition rate control

1 引 言

薄膜的沉积速率直接影响到厚度的均匀性和应力分布^[1,2],在镀膜生产中,如果沉积速率变化很快则会导致薄膜应力的失控,即便是同一罩的薄膜,其应力也有很大的不同。速率得到基本控制后,薄膜应力的分布基本均匀^[3]。薄膜的厚度分布是薄膜沉

积时间内统计平均的结果,它本身就是建立在蒸发速率均匀的基础上,如果蒸发速率失去控制,不可能得到均匀的薄膜^[4]。

电子束蒸发是制备光学薄膜的最主要方法之一^[5],利用这种方法制备的薄膜,其沉积速率与蒸发源的焦斑聚焦特性和所使用的镀膜材料有关。蒸发

收稿日期:2009-12-18;收到修改稿日期:2010-01-07

作者简介:王 宁(1982—),男,博士研究生,主要从事镀膜设备的自动化和镀膜工艺方面的研究。

E-mail: shumangy@126.com

导师简介:邵建达(1964—),男,研究员,博士生导师,主要从事光学薄膜技术方面的研究。E-mail: jdsiao@opfilm.com

源的聚焦特性不好,会导致焦斑热量分布特性差异大,使镀膜材料的蒸发速率发生变化,不利于沉积速率的稳定。镀膜材料的蒸发特性同样影响沉积速率,如果在镀膜过程中,材料的表面不平整,则会引起真空室内蒸发云形状的改变,对真空室内各个镀膜表面的沉积速率产生影响^[6]。

广泛应用于圆形坩埚的以 SiO_2 为主要成分的块状石英材料^[7],由于其较低的热扩散性和升华的蒸发特性,在电子束加热过程中容易在蒸发源表面形成明显的凹坑,因此沉积速率比较难以控制,影响到薄膜的应力分布和膜厚均匀性等特性^[7]。本文针对目前大多数国产镀膜机所使用的块状 SiO_2 材料,研究其在蒸发过程中的速率控制。利用设计的扫描

控制仪,控制电子束焦斑在 SiO_2 材料表面进行自动扫描,并使用晶振膜厚控制仪进行沉积速率的采集。通过控制电子枪灯丝两端电压来调整电子束的能量,根据沉积速率的变化,采用比例-积分-微分(PID)闭环反馈控制改变灯丝电压,达到稳定沉积速率的目的。实验证明,利用该方法进行蒸发,可以使 SiO_2 材料表面保持一定平整度,并且得到较稳定的蒸发速率。

2 实验装置

实验装置由扫描控制仪、灯丝电压控制器、晶振膜厚控制仪和装有 PCI-6221 数据采集卡的计算机组成,如图 1 所示。

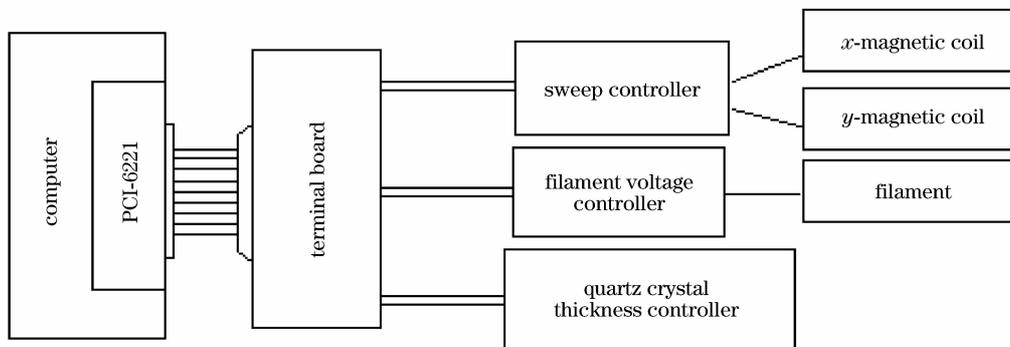


图 1 实验装置连接图

Fig. 1 Experimental device connection diagram

扫描控制器通过控制电子束蒸发源的偏转电磁线圈和横向电磁线圈的电流,以控制电子束偏转后在坩埚中的聚焦位置。在系统中,扫描控制器直接由计算机控制,在电子束蒸发系统中,决定焦斑扫描方式的是蒸发材料的蒸发特性和坩埚形状。

电子枪灯丝电压控制器通过改变灯丝两端的电压,从而改变灯丝温度,增加或减少灯丝中可溢出电子的数量,使电子在高压加速作用下形成的电子束流的强度改变。在实际应用中,根据沉积速率的变化调整电子束束流,实现沉积速率的调整。

晶振膜厚控制仪通过晶振片接收沉积质量,并据此得出沉积速率,为沉积速率控制提供反馈信息,计算机通过 RS232 与晶控仪进行串行通信,获得晶控仪的数据^[8,9]。

3 实验原理

电子束自动扫描 SiO_2 材料沉积速率控制是在焦斑移动过程中的沉积速率控制,控制的目的是得到良好的材料表面特性和较稳定的沉积速率,因此,

焦斑扫描路径的选择和沉积速率的控制是关键。

3.1 扫描路径的选择

扫描路径的选择包括焦斑移动的路线(扫描路径)和焦斑移动的速度(扫描频率)。焦斑移动的路线由电子枪设备的电子束聚焦特性决定;焦斑的移动速度与镀膜材料的蒸发特性有关。

实验所用的电子枪设备的焦斑聚焦特性如图 2 所示。由图 2 可以看出,焦斑在近灯丝端的聚焦特

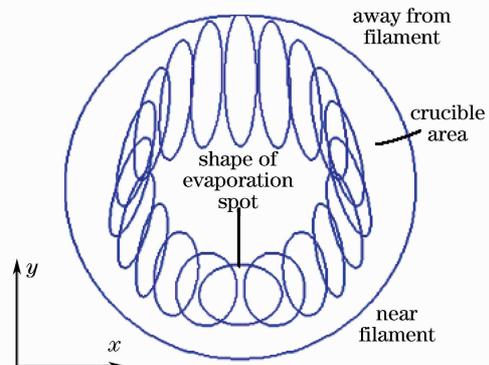


图 2 外圈焦斑形状模拟

Fig. 2 Shapes of evaporation spots of outer circle

性与远灯丝端相差很大,而相对来讲,同处于近灯丝端或者远灯丝端的焦斑的聚焦特性的差别比较小。要想获得比较稳定的沉积速率,要求焦斑在移动过程中,焦斑的聚焦特性差别尽量地小,因此焦斑的移动路线选择直线形;同时,在焦斑沿如图 2 所示的 y 方向进行移动时,其散焦现象愈来愈严重,用于有效

蒸发的焦斑能量也越来越少,如果使用 y 方向上等间距位移的扫描路径,会出现材料蒸发不均匀的情况,因此为了减少散焦现象带来的蒸发不均匀性,考虑使用等差直线的扫描方式,尽可能地减少焦斑聚焦特性的差异对材料蒸发的影响。设计的焦斑扫描路径如图 3 所示。

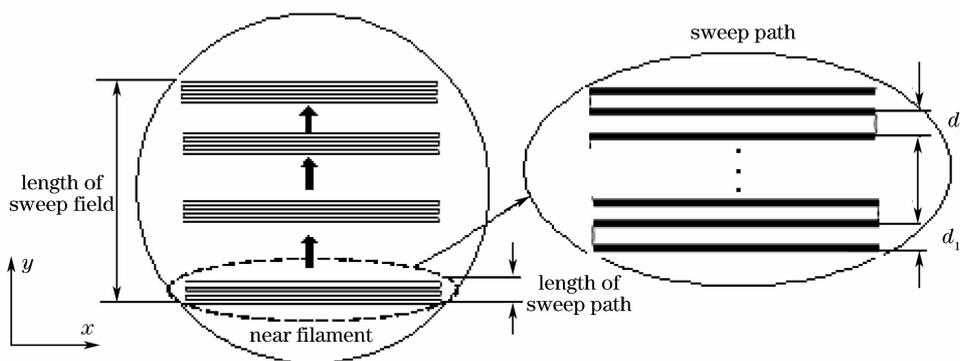


图 3 焦斑扫描路径

Fig. 3 Evaporation spot sweeping path

扫描区域和扫描路径是用偏转电磁线圈 (y -magnetic coil) 和横向电磁线圈 (x -magnetic coil) 的两端电压表征的,扫描路径的应用和移动通过调节电磁线圈电压实现。在同一偏转电磁电压的作用下,如图 3 所示,焦斑在与 x 方向平行的直线上移动,此时,焦斑的移动通过调节横向电磁线圈实现。

由于近灯丝端与远灯丝端聚焦特性之间存在较大差异,因此扫描采取分区域的扫描策略,如图 3 所示,如果将扫描区域的长度设为 1,那么扫描路径长度被设为 $1/n$,即将扫描路径的长度为扫描区域总长度的 $1/n$,将扫描路径按照等差直线方式设计,如图 3 所示,假设扫描从近灯丝初开始,设扫描路径中第一条直线与第二条之间的距离为 d_1 ,扫描路径中相邻的两条直线之间的距离为 d_n ,两者之间的关系为 $d_n = d_1 - (n-1)d_c$,其中 d_c 为一个定值,即 d_n 是一个等差数列的项,而 d_c 为公差,设等差数列共有 m 项,则扫描路径共有 $m+1$ 条直线。同样,在焦斑按照扫描路径移动一个周期后(回到扫描起始点),扫描路径在扫描区域进行一次移动,移动的距离也使用等差直线的方式,设初值、公差和总项数分别为 D_1, D_c 和 M 。这里使用两个等差。

使用以上所述的方法,得到如图 3 所示的扫描策略。

由于 SiO₂ 材料的蒸发特性,如果在材料同一点停留的时间稍长,则会在材料表面出现凹坑。同时,过快的焦斑移动速率,不能使焦斑的热量在材料表

面发生扩散,导致材料得不到蒸发。因此,对于 SiO₂ 材料,焦斑的移动速度应该控制在一定范围内,扫描频率的调节是通过调节横向电磁线圈两端电压的变化速度实现的,在文中用扫描路径移动一个周期所用的时间 T 表征。具体的扫描频率根据电子枪运行时的高压和束流大小决定。

3.2 沉积速率的控制

沉积速率的控制通过 PID 控制实现。PID 控制是最早发展起来的控制策略之一,由于其算法简单、稳健性好、可靠性高等优点,被广泛应用于工业过程控制,大多数的薄膜沉积控制仪采用的都是 PID 控制^[10]。其控制算法为

$$u(t) = K_c \left(e + \frac{1}{\tau_i} \int_0^t e dt + \tau_d \dot{e} \right), \quad (1)$$

式中 $u(t)$ 为控制器的输出, e 为设定值与实际输出值构成的偏差信号, K_c 为比例系数, τ_i 为积分时间常数, τ_d 为微分时间常数。(1) 式中等式右边相加的三项分别为比例部分、积分部分和微分部分。

当采用计算机技术进行处理时,将(1)式离散化处理得^[11]

$$u(k) = K_c \left\{ e(k) + \frac{T}{\tau_i} \sum_{j=0}^k e(j) + \frac{\tau_d}{T} [e(k) - e(k-1)] \right\}, \quad (2)$$

式中 T 为采样周期, $k = 0, 1, 2, \dots$ 为采样序号, $e(k)$ 为第 k 次采样的偏差值, $e(k-1)$ 为第 $(k-1)$ 次采样的偏差值, $u(k)$ 为第 k 次采样时控制器的输出。

对于速率控制,其采样周期同石英晶体膜厚仪的采样周期相同,为100 ms;针对作为控制对象的灯丝电压, $e(k)$ 和 $e(k-1)$ 很容易通过两次采样时灯丝电压的变化量得到。因此,通过对 K_c , τ_i 和 τ_d 的选择和调节,可以实现良好的控制。

4 实验结果及分析

利用设计的扫描路径和扫描频率,对 SiO_2 材料进行了自动蒸发沉积速率控制实验,主要的实验参数包括如前面所述的扫描路径设计参数 d_1, d_c, n, D_1, D_c, N 和 T , 以及扫描路径 PID 参数。

实验的运行参数如表 1 所示。

表 1 实验运行参数

Table 1 Operational parameters of experiment

d_1/V	0.004	T/s	4
d_c/V	8×10^{-8}	K_c	-0.672
m	5	τ_i	0.713
D_1/V	0.005	τ_d	2.285
D_c/V	2×10^{-5}	Target deposition	
M	80	rate/(nm/s)	0.06

利用表 1 所示的参数进行的自动蒸发沉积速率控制实验结果如图 4 所示。沉积速率的控制并不稳定,且会出现较大的振荡,分析产生这种情况的原因,可能是由于扫描频率较低,导致在材料表面一点停留时间较长的缘故。因此调整扫描频率,使 $T=2.5$ s,调整后的实验结果如图 5 所示。

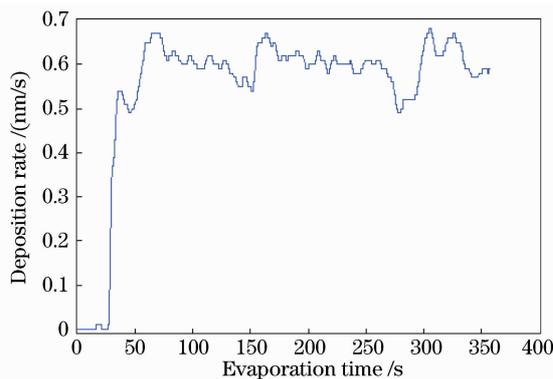


图 4 自动蒸发沉积速率控制实验结果

Fig. 4 Experimental result of auto-evaporating deposition rate control

如图 5 所示,沉积速率仍然会出现振荡,但是振荡的幅度较调整前小,并且能在目标速率周围波动,因此扫描的路径和频率是比较适合的。但是同样可以看出如果超调量过大,则速率恢复比较慢,分析其原因,可能是因为比例系数 K_c 的数值设定较小,可以通过增大 K_c 来加快系统的响应速度;同时可以

看到,如果沉积速率出现较大波动,速率恢复也比较慢,这可能是由于微分时间 τ_d 设置偏小,影响了系统的恢复速度,需要增加 τ_d 以缩短调节时间。为了解决出现的问题,需要进行 PID 参数的调整,调整后的 PID 参数为 $K_c = -0.85, \tau_i = -0.69, \tau_d = 2.85$,调整参数后的自动蒸发沉积速率控制实验结果如图 6 所示。

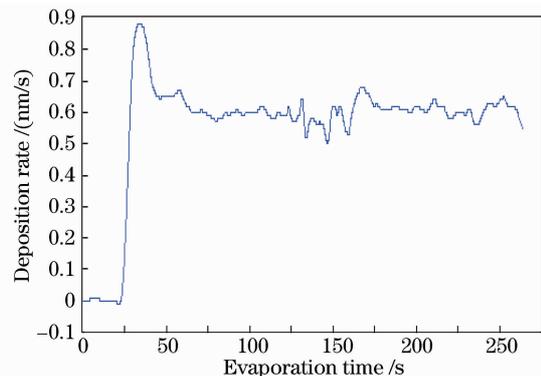


图 5 调整扫描频率后的自动蒸发沉积速率控制实验结果

Fig. 5 Experimental result of auto-evaporating deposition rate control after adjusting frequency of sweeping

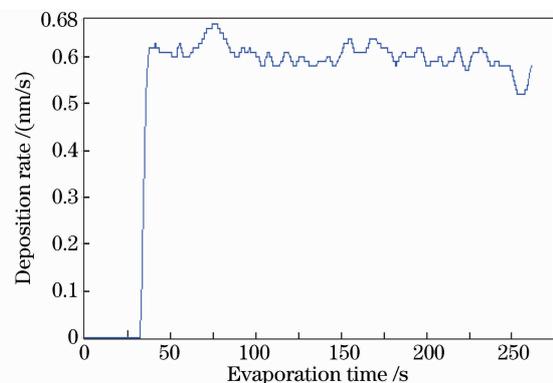


图 6 调整 PID 参数后的自动蒸发沉积速率控制实验结果

Fig. 6 Experimental result of auto-evaporating deposition rate control after adjusting PID parameters

如图 6 所示,沉积速率能稳定在目标沉积速率周围,并且波动不大,出现沉积速率的改变后,能够及时进行调整,将速率控制在允许的范围内。

实验中使用的材料在蒸发后的表面特性示意图如图 7 所示,材料的表面没有出现凹坑,具有良好的表面特性。

5 结 论

由于 SiO_2 材料的特殊蒸发特性,利用电子枪设备进行蒸发时难以控制沉积速率并同时保持良好的

图 7 蒸发后的 SiO₂ 材料Fig. 7 SiO₂ after evaporation

表面特性,会影响薄膜的应力分布和膜厚均匀性等特性,因此对 SiO₂ 材料的自动蒸发速率控制十分重要。对于广泛应用的圆形坩埚中蒸发块状 SiO₂;通过 SiO₂ 材料的自动蒸发速率控制实验结果及分析可知,利用直线快速扫描的方法可以保证 SiO₂ 材料的表面平整性,并且通过 PID 控制,能够在扫描的过程中保持沉积速率的稳定性。SiO₂ 材料的自动蒸发速率控制对实际生产和镀膜工艺的改进有实际意义。

参 考 文 献

- 1 Shao Shuying, Fan Zhengxiu, Fan Ruiying *et al.*. Study of residual stress in ZrO₂ thin films [J]. *Acta Optica Sinica*, 2004, **24**(4):437~441
邵淑英,范正修,范瑞瑛等. ZrO₂ 薄膜残余应力实验研究[J]. 光学学报, 2004, **24**(4):437~441
- 2 Zhu Guanchao, Fang Ming, Yi Kui *et al.*. An instrument for in-situ stress measurement in thin optical films by using two light beams [J]. *Chinese J. Lasers*, 2009, **36**(8):2150~2153
朱冠超,方明,易葵等. 双光束在线实时测量光学薄膜应力的装置[J]. 中国激光, 2009, **36**(8):2150~2153
- 3 Fang Ming, Shao Shuying, Shen Xuefeng *et al.*. Evolution of growth stress of HfO₂ thin film [J]. *Acta Optica Sinica*, 2009, **29**(6):1734~1739
方明,邵淑英,沈雪峰等. HfO₂ 薄膜生长应力演化研究[J]. 光学学报, 2009, **29**(6):1734~1739
- 4 Yu Hua, Cui Yun, Shen Yanming *et al.*. Deposition rate's effects on properties of LaF₃ films prepared by thermal boat evaporation [J]. *Chinese J. Lasers*, 2007, **34**(11):1557~1561
余华,崔云,申雁鸣等. 沉积速率对热舟蒸发 LaF₃ 薄膜性能的影响[J]. 中国激光, 2007, **34**(11):1557~1561
- 5 Gan Shuyi, Liu Zhengkun, Sheng Bin *et al.*. Study on Ir layer in vacuum ultraviolet wavelength region deposited by electron gun evaporation [J]. *Acta Optica Sinica*, 2008, **28**(10):2036~2040
干蜀毅,刘正坤,盛斌等. 电子束蒸发沉积 Ir 膜真空紫外反射特性[J]. 光学学报, 2008, **28**(10):2036~2040
- 6 Tang Jinfa, Gu Peifu, Liu Xu *et al.*. Modern Optical Thin Film Technology [M]. Hangzhou: Zhejiang University Press, 2006. 221, 271
唐晋发,顾培夫,刘旭等. 现代光学薄膜技术[M]. 杭州:浙江大学出版社, 2006. 221, 271
- 7 Wang Yanzhi, Zhang Weili, Fan Zhengxiu *et al.*. Analysis for accurately fitting the refractive index of SiO₂ thin film [J]. *Chinese J. Lasers*, 2008, **35**(5):760~763
王胭脂,张伟丽,范正修等. SiO₂ 薄膜折射率的准确拟合分析[J]. 中国激光, 2008, **35**(5):760~763
- 8 B. Xu, M. Gevelber, D. Smith *et al.*. E-gun sweep design to improve silica coating performance: E-gun nonlinearity investigation and silica evaporation modeling for sweep design [C]. Society of Vacuum Coaters, 49th Annual Technical Conference Proceedings, 2006. 319~325
- 9 Zhou Jing, Guo Shihai, Yi Kui. Computer controlled equipment of e-beam deflection: China, 200610028628.8 [P], 2006
周婧,郭世海,易葵. 计算机控制的电子束偏转设备:中国, 200610028628.8[P], 2006
- 10 Wang Shancheng, Guo Shihai, Yi Kui. The equipment of controlling deposition rate of e-beam evaporation and the control method: China, 200710047629.1 [P], 2007
王善成,郭世海,易葵. 电子束蒸发速率自动控制设备及其控制方法:中国, 200710047629.1 [P], 2007
- 11 Wang Shancheng, Fang Ming, Yi Kui *et al.*. Rate control in electron-beam evaporated optical coatings [J]. *Chinese J. Lasers*, 2008, **35**(10):1591~1594
王善成,方明,易葵等. 电子束蒸发镀膜速率控制[J]. 中国激光, 2008, **35**(10):1591~1594