

文章编号 : 0253-2239(2002)11-1300-03

溅射功率对多层膜质量的影响

冯仕猛 赵海鹰 窦晓鸣

(上海交通大学物理系,上海 200240)

范正修 邵建达

(中国科学院上海光学精密机械研究所,上海 201800)

摘要: 用磁控溅射技术制备薄膜,用 X 射线衍射研究在基片和靶间距离固定的情况下不同的溅射功率对薄膜结构的影响。结果表明: 过低的溅射功率下淀积的薄膜有畸变的 X 射线衍射特征峰,特征峰强度小,半峰全宽大。而比较高溅射功率得到的薄膜有比较尖锐的 X 射线衍射特征峰,强度高和半峰全宽非常窄。研究表明, X 射线衍射特征峰强度小和半峰全宽大的薄膜结构疏松,而强度高和半峰全宽非常窄的薄膜结构致密。

关键词: 磁控溅射; 溅射功率; 薄膜

中图分类号: O484.4⁺1 文献标识码: A

1 引 言

软 X 射线多层膜反射元件与现代科学技术研究的前沿课题密切相关,它在生物样品的全息术和显微术、惯性约束核聚变和实验室天体物理有关的稠密等离子体偏折测量术、干涉量度学和 X 射线照相术等方面都非常重要。实现 X 射线激光的饱和输出,加 X 射线反射腔镜是一种非常有效的方法。制备软 X 射线多层膜的方法有多种,但一般都采用磁控溅射法。磁控溅射法制备多层膜有两个工艺参量是非常重要的: 一是溅射气压,溅射气压高,溅射过程容易进行,但获得的薄膜结构质量差,溅射气压过低,对电压的稳定性有非常高的要求,电压的些微波动都会使等离子辉光湮灭,影响多层膜的周期结构。关于溅射气压对多层膜的质量影响,已经有了比较详细的研究^[1~4]。用透射电子显微镜进行的研究表明,溅射气压与薄膜的生长形态有关。溅射气压高,薄膜一般都会呈三维柱状生长,导致多层膜界面粗糙度增加,使多层膜的光学性能变坏;低的溅射气压有助于薄膜呈二维生长,有助于降低多层膜的界面粗糙度。二是溅射功率,溅射功率与薄膜的质量也是有关的,本文主要是研究不同溅射功率对薄膜结构的影响。实验研究表明: 在基片和靶面之间的距离固定的条件下,然后用不同溅射功率制备多

个单层膜样品,用 X 射线衍射分析薄膜的质量,低的溅射功率会使单层薄膜特征峰消失,在此功率下制备的多层膜反射率也比较低。

2 实 验

多层膜中反射层结构对多层膜光学质量的影响非常大,反射层结构一直是多层膜研究的重点。多层膜反射层绝大多数是金属材料淀积的,而金属材料在淀积过程中一般要析晶,反射层实际上是由众多的小晶粒堆积而成。小尺寸晶粒堆积在薄膜中有两种方式,一是密集堆积,二是疏松堆积。对于金属薄膜,紧密堆积的薄膜的 X 射线特征峰强度大,半峰全宽度窄;对于疏松堆积,因为薄膜内有较多的气孔,薄膜 X 射线特征衍射峰强度小,半峰全宽大。

本文以 Mo 单层膜为研究对象。实验思路是: 固定靶和基片位置间的距离,用不同的溅射功率制备 Mo 的单层膜,然后进行大角度 X 射线扫描,观察不同溅射条件下单层膜样品特征峰的变化,然后分析薄膜结构质量。最后用与制备单层膜相同的工艺参量制备多层膜,测量多层膜的软 X 射线反射率,观察多层膜反射率与制备功率的关系。

薄膜的制备采用直流溅射。溅射系统的本底真空度为 1.33×10^{-3} Pa,溅射气压 5.50×10^{-2} Pa。基片与溅射靶间的距离是 70 mm,所有薄膜的厚度在 400 nm 左右。所有样品的工艺参量列在表 1 中。

根据表 1 的工艺参量,制备一定周期厚度的多

层膜,然后在北京同步辐射装置上测量它们的反射率。

Table 1. Samples fabricated under the different electric current and voltage

sample	electric current /A	voltage /V	sputtering pressure /Pa
1	0.2	410	5.50×10^{-2}
2	0.3	460	5.50×10^{-2}
3	0.1	380	5.50×10^{-2}
4	0.2	360	2.66
5	0.05	330	5.50×10^{-2}

3 结果和讨论

所有单层膜样品的 X 射线衍射试验是在一台 D/max-3C 衍射仪上进行的。使用铜的 $K\alpha$ 散射射线,其波长是 $\lambda = 0.154 \text{ nm}$,掠入射角(2θ)从 20° 到 60° ,步幅是 0.01° 。

所有样品的 X 射线衍射曲线见图 1,为了便于观察,将曲线 A、B、C、D 进行平移。从图 1 中可以看出,虽然所有样品都有一个特征衍射主峰,其角度在 39° 左右,但其样品衍射峰的形状与样品的溅射电流有关。

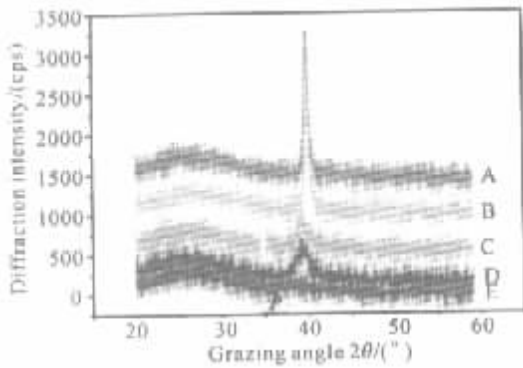


Fig.1 X-ray diffraction pattern of Mo single film, the thickness is about 400 nm, the diffracton angle is 39°

1) 溅射电流为 0.2 A 和电压为 410 V 时,1 号样品获得一个相当尖锐的衍射峰(曲线 A),这说明在该功率下制备的薄膜具有较完整的晶体结构,薄膜的密度比较高。当电流值大于 0.3 A 时,2 号样品的衍射峰仍然比较尖锐(曲线 B)。说明在电流比较大的情况下制备的薄膜也有完整的晶体结构,薄膜致密度比较高。这两个衍射峰的角度位置一致(39.9°),说明这两个样品的密度基本相等。

2) 电流为 0.1 A 和电压为 320 V 时制备的 3 号样品,其衍射峰出现明显的变形,峰值降低和半峰全宽增大(见图 1 中曲线 C),说明薄膜结构不完整,

薄膜内有一定量的缺陷。因为这些缺陷会增强 X 光散射,使衍射峰峰值减少和半峰全宽加大;3 号样品的衍射峰角度位置为 39.5° ,与 1 号样品的特征峰位置相比偏移了 0.4° 。用文献 [5] 的计算方法,3 号样品和 1 号样品密度差约为 4% 左右。进一步将溅射电流减小到 0.05 A 和电压为 330 V 时制备的 5 号样品,其 X 射线衍射谱如图中的曲线 E。可以看到,薄膜衍射主峰接近消失,角度位置在 39.1° (见图 1 曲线 E 上的 P 点),与 1 号样品角度位置相比,角度位置相差 0.8° ;计算结果表明样品 5 号和样品 1 号的密度差约为 8% 左右。说明过低的溅射功率制备的薄膜结构疏松,薄膜中会有大量的气孔,薄膜的密度低。

3) 在本底真空度不变的情况下,稳定溅射电流在 0.2 A,但溅射气压升高到 2.66 Pa,制备的 4 号样品 X 射线衍射谱(见图 D 曲线),与曲线 A 相比,曲线 D 衍射峰强度低、半峰全宽大。说明虽然 4 号样品制备时的电流与 1 号样品相同,但因为溅射气压比较高,导致 4 号样品的薄膜结构质量差,文献 [4] 已经报道了这一点。

4) 考察 3 号样品和 4 号样品的工艺条件,发现过低的溅射功率制备的薄膜和过高的溅射气压下制备的薄膜获得的 X 射线衍射曲线基本相同,如图 1 中曲线 C 和曲线 D;考虑到溅射气压较高时制备的薄膜内结构质量差,通常含有一定量的气体,由此判断较低的溅射功率下制备的薄膜同样含有较多的气孔。

在溅射电流比较小的条件下,制备的多层膜结构疏松,这主要是当溅射电流比较小时,溅射出的原子或者原子团能量很低,在经过与气体原子、离子等的碰撞,到达基底的原子或者原子团能量就更低,并且只有很小一部分原子到达基底。这小部分原子或者原子团实际上在基底上呈自由堆积,所以会导致薄膜的结构疏松。如果到达基片的粒子能量大,一方面这种高能量的粒子会给薄膜表面一定的冲击力,提高薄膜的致密度;另一方面,高能量的粒子把一部分能量传给其它粒子,这些粒子会在晶格位置上重新排列,提高薄膜的晶化程度,使薄膜中的小晶粒连成大晶粒,提高了薄膜的密度。所以在薄膜的制备过程中保持适当的制备功率是必须的。

所制备的多层膜在北京同步辐射装置上进行检测,在波长为 13.9 nm 处其测量反射率结果如图 2 所示。从图 2 可以看出,与 1 号样品对应的工艺参量制备的多层膜,其反射率为 31%(曲线 A)。与 2

号样品对应多层膜反射率为 29%(曲线 B),与 3 号对应的多层膜反射率为 5.0%(曲线 C),与 4 号样品相对应的多层膜反射率为 5.2%(曲线 D)。与 5 号样品相对应的多层膜反射率为 0.8%(曲线 E)。多层膜反射率这些测量结果也说明上面的分析讨论是正确的,因为多层膜中气体原子的存在会导致多层膜界面粗糙度增加,降低多层膜的反射率,而且气体原子本身会使入射光散射增加,降低其反射率。

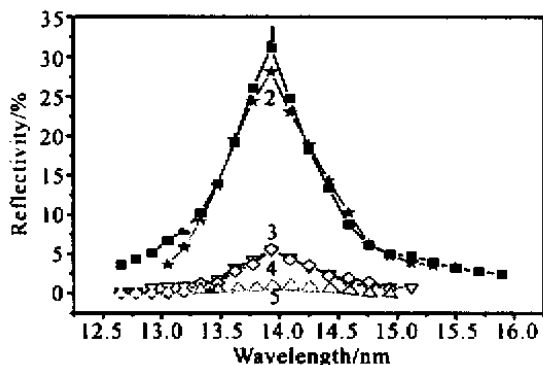


Fig.2 The reflectivity for Mo/Si multilayer measured in Beijing Synchrotron Radiation Facility, the incidence angle is 7°

结论 在基片与靶间的距离确定的情况下,靶上的溅射功率与薄膜的质量相关。较低的溅射功率会使薄膜结构疏松,导致薄膜的 X 射线光学性能变坏。在制备多层膜中应该根据基片位置与靶间距离选择合适的溅射功率。

参 考 文 献

- [1] Vernon S P, Stearns D G, Rosen B S. Ion-assisted sputter deposition of molybdenum-silicon multilayers. *Appl. Opt.*, 1993, **32**(34):6969~6974
- [2] Boher P, Houdy Ph, Hennet L *et al.*. Magnesium silicide based multilayers for soft X-ray optics. *Proc. SPIE*, 1991, **1546**:502~518
- [3] Stearns D G, Rose R S, Verns S P. Multiplayer mirror technology for soft X-ray projection lithography. *Appl. Opt.*, 1993, **32**(34):6952~6960
- [4] Slaughter J M, Schulze D W. Structure and performance of Mo/Si multiplayer mirrors for the extreme ultraviolet. *J. Appl. Phys.*, 1994, **76**(4):2144~2154
- [5] England C D, Bennett W R, Falco C M. Magnetic and structural characterization of copper/cobalt multilayers. *J. Appl. Phys.*, 1988, **64**(10):15~20

Influence of Sputtering Power on Optical Quality of Thin Film

Feng Shimeng Zhao Haiying Dou Xiaoming

(Physics Department, Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200240)

Fan Zhenxiu Shao Jianda

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, The Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800)

(Received 4 January 2002; revised 30 January)

Abstract: The thin films were fabricated by varying the magnetron sputtering power in order to investigate the influence of the sputtering power on the structure of thin films. The results show that the thin film deposited at very low power has the distorted XRD characteristic peaks with low intensity and the large width of half peak, while the films deposited at high power show the sharp characteristic peak. The related investigations illustrate that the thin film deposited with low power has the loose structure, and that with high power has coherent structure.

Key words: magnetron sputtering; sputtering power; thin film