

文章编号:1007-1180(2010)11-0056-05

晶振膜厚监控技术中 Tooling Factor 的精确标定

张立超

(中国科学院 长春光学精密机械与物理研究所 应用光学国家重点实验室, 吉林 长春 130033)

摘要: 晶振监控法是一种实现非规整膜系监控的重要手段。在晶振监控中, 晶振片与镀膜基片上沉积薄膜厚度的比值, 即 Tooling Factor 是相对固定的。采用晶振监控法实现薄膜厚度的精确控制必须对 Tooling Factor 进行精确标定。本文提出了精确标定 Tooling Factor 的方法, 并对这种方法进行了实验验证。结果表明, 该方法能够将膜厚控制误差从~20%降低到 6%的水平, 从而使多层膜的反射率曲线更加接近设计结果, 实现多层膜膜厚的精确控制。

关键词: 膜厚控制; 晶振监控; Tooling Factor

中图分类号: O484.4

文献标识码: A

DOI: 10.3788/OMEI 20102711.0056

Accurate Calibration of Tooling Factors for Quartz Crystal Coating Thickness Monitoring Technique

ZHANG Li-chao

(State Key Laboratory of Applied Optics, Changchun Institute of Applied Optics, Fine Mechanics and Physics,
Chinese Academy of Sciences, Changchun 130033, China)

Abstract: Quartz crystal monitoring is an important method to control film thicknesses in non-quarterwave coatings. In this method, the ratio of thicknesses on the crystal slab and the coating substrate, that is, the Tooling Factor has a fixed value. Therefore, accurate calibration of Tooling Factors is critical for accurate control of coating thicknesses. In this paper, a method to accurate calibrating Tooling Factors is presented together with validating experiments. Results show that film thickness control errors can be reduced from the level of ~20% to ~6% when taking this method. Thus the measured reflectivity curve is consistent with the designed one. The accurate film thickness control can be realized.

*基金项目: 国家自然科学基金项目 (No.60678034), 国家科技重大专项项目

Keywords: film thickness control; quartz crystal monitoring; Tooling Factor

1 引言

对于光学干涉薄膜来说,膜厚的监控是至关重要的环节,直接决定了实际制备出的薄膜与理想设计膜系之间光谱响应曲线的差别。对于膜厚为 $1/4$ 波长的规整膜系,通常采用光学监控的方法实现膜厚控制。然而,某些应用需要采用非规整的膜系设计,在这种情况下,光学监控方法的控制效果常常不尽人意,膜厚的监控需要采用晶振监控法实现^[1]。晶振监控法最显著的特点是膜厚测试的间接性,即在晶振片与镀膜基片位置固定的情况下,由晶振片上沉积的薄膜厚度推导出镀膜基片上的薄膜沉积厚度。因此,采用晶振监控法实现薄膜厚度的精确控制需要获得晶振片与镀膜基片上薄膜厚度比例的精确值,即 Tooling Factor 的数值。本文提出了精确标定 Tooling Factor 的方法,并对这种方法进行了实验验证。结果表明,该方法能够将膜厚控制误差从 $\sim 20\%$ 降低到 6% 的水平,从而使多层膜的反射率曲线更加接近设计结果,实现多层膜膜厚的精确控制。

2 Tooling Factor 的精确标定方法

2.1 晶振监控原理

晶振监控法源于石英晶体的性质^[1]。石英晶体压电效应的固有频率 f 与其厚度 D 成反比关系:

$$f = ND \quad (1)$$

其中, N 是晶体的频率常数, D 为晶体的厚度。对右旋光,如果晶体的切割面通过或平行于电轴且与光轴成顺时针的特定夹角,则称为 AT 切割。对于 AT 切割的石英晶体,其振动频率对质量的变化极其灵敏,这个特性使石英晶体适合于薄膜沉积中的质量控制。

对 (1) 式微分得到石英晶体振动频率变化与厚度增量 ΔD 之间的关系为:

$$\Delta f = \frac{N\Delta D}{D^2} \quad (2)$$

将厚度增量 ΔD 转换成膜层厚度增量 ΔD_m , 可利用关系式:

$$\Delta m = A\rho_m\Delta D_m = A\rho_q\Delta D \quad (3)$$

得到:

$$\Delta f = -(\rho_m f^2)/(\rho_q N)D_m \quad (4)$$

其中, Δm 为膜层质量增量; A 是晶体受镀面积; f 为石英晶体的基频; ρ_m 为膜层密度,对于既定材料是已知的; ρ_q 为石英密度,为 2.65 g/cm^3 。因此, $(\rho_m \cdot f^2)/(\rho_q \cdot N)$ 为常数,使 Δf 与 D_m 之间具有了线性关系。通过动态地测试晶体震荡频率的变化,即可得到膜厚的变化情况。

2.2 Tooling Factor 的精确标定方法

上文所述的情况只是对于晶振片而言。实际上,测试得到的结果是晶振片上沉积的膜厚,而不是镀膜基片上的膜厚。在晶振片与基片位置固定的情况下,二者具有固定的比值,即 Tooling Factor:

$$\text{Tooling Factor (\%)} = 100\% \times D_s/D_q \quad (5)$$

其中, D_s 和 D_q 分别为基底和晶振片上沉积的薄膜厚度。通常校正 Tooling Factor 的方法是先先将 Tooling Factor 设为 100% , 进行单层膜沉积实验,再测出基片上沉积薄膜的实际厚度,与晶振控制器显示的结果相除得到 Tooling Factor。然而,这样确定的 Tooling Factor 通常具有一定的误差。为消除这些随机误差,可采用多次多层膜沉积实验,通过对结果进行最小二乘拟合的方法得到精确的 Tooling Factor。对于两种材料 A 与 B 构成的周期型多层膜,其周期厚度为:

$$d = d_A + d_B + \delta \quad (6)$$

其中 d 为多层膜的周期厚度, d_A 和 d_B 为两种材料的膜厚, δ 为膜层间扩散引起的周期厚度变化。而根据 (5) 式,材料的膜厚为:

$$d_A = d_{Aset} \times TF_A; \quad d_B = d_{Bset} \times TF_B \quad (7)$$

其中, d_{Aset} 和 d_{Bset} 分别为两种材料在晶振控制系统中设定的厚度, TF_A 和 TF_B 分别为两种材料的 Tooling Factor。这样, 进行多次沉积实验后, (6) 式可写成矩阵形式:

$$\begin{pmatrix} d_{Aset}^1 & d_{Bset}^1 & 1 \\ d_{Aset}^2 & d_{Bset}^2 & 1 \\ \dots & \dots & \dots \\ d_{Aset}^n & d_{Bset}^n & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} TF_A \\ TF_B \\ \delta \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} d^1 \\ d^2 \\ \dots \\ d^n \end{pmatrix} \quad (8)$$

通过在每次沉积实验中改变两种材料厚度的设定值, 并测试实际得到的多层膜周期厚度, 就能够采用公式 (8) 计算出两种材料的 Tooling Factor 和 δ 值。由于 (8) 中有 TF_A 、 TF_B 和 δ 3 个未知数, 因此, 必须进行 3 次以上的沉积实验, 对结果作最小二乘拟合, 才能够得出 TF_A 、 TF_B 和 δ 的最小二乘解。

3 精确标定方法的实验验证

3.1 宽带多层膜的设计与制备

为验证上文所述的方法, 设计了一个非周期的 Mo/Si 多层膜系。设计目标为在 13~16 nm 处取得尽量高的反射率。膜系优化设计通过基于遗传算法的自编程序^[2]实现, Mo 和 Si 的光学常数取自文献^[3]。经过优化后, 得到的膜系结构与反射率分别如图 1 和图 2 所示 (按照入射角 10° 设计, 下文多层膜反射率实测结果也均为入射角 10°)。

多层膜沉积采用 Oxford Ionfab600 离子束溅射镀膜机进行。在该设备中, 采用 Inficon DSH5P1 晶振控制器, 两个探头分别用于 Mo 和 Si 膜层的膜厚监控。

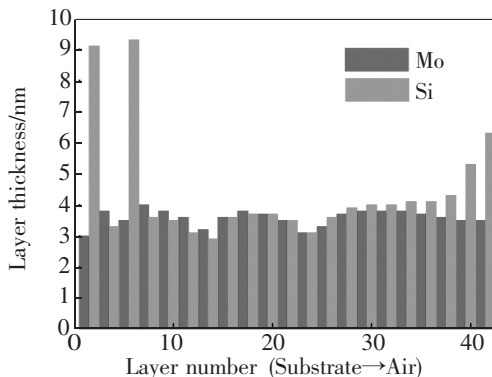


图1 膜系结构示意图

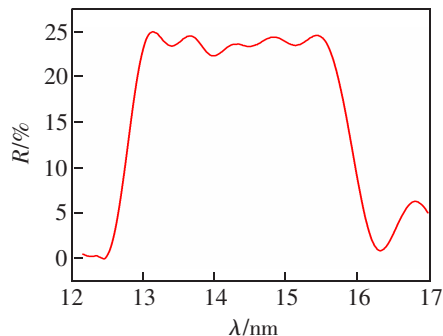


图2 多层膜理论反射率

探头前有一个可移动的挡板, 当沉积 Mo 时, 挡板遮挡住 Si 对应的探头; 当沉积 Si 时, 挡板遮挡住 Mo 对应的探头, 从而实现了两种材料膜厚的分别监控。

3.2 实验结果

为验证上节中的方法能否实现对 Tooling Factor 的精确标定, 进行了两次实验。作为对比, 第一次实验未采用该标定方法, 而在第二次实验中采用了该方法。

在第一次实验中, 分别镀制了 Mo 和 Si 的单层膜, 采用台阶仪测量其厚度, 将结果带入 (5) 式, 计算出两种材料的 Tooling Factor 分别为 169 和 165。将这一 Tooling Factor 存入镀膜机控制程序, 制备图 1 中的多层膜膜系, 最终得到的反射率实测结果见图 3。

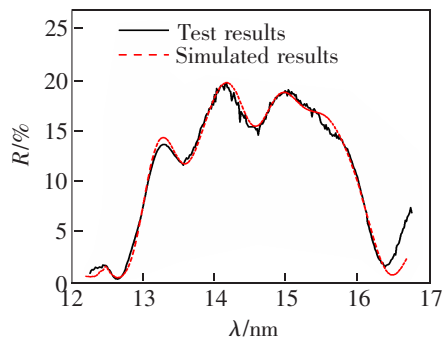


图3 未采用精确标定法制备出的多层膜反射率测试与膜系拟合结果

通过拟合, 得到的多层膜实际结构如下: Mo-on-Si 与 Si-on-Mo 上的扩散层厚度分别为 1 nm 和 0.8 nm; 两种材料的厚度也存在系统误差, 其中所有 Mo 膜层比设计值大 22%, 而所有 Si 膜层比设计值小 15%。在第二次实验中, 共进行了 4 次多层膜沉积, 每次

沉积后采用 X 射线衍射仪测试多层膜样品的周期厚度^[5-6]。各次实验中 Mo 和 Si 膜层的设置厚度值与多层膜周期厚度测试结果见表 1。

表 1 实验中膜厚设置值与周期厚度测试结果 (单位: nm)

实验编号	d_{Mo} 设置值	d_{Si} 设置值	周期厚度测试结果
1	6	4	15.49
2	5	6	17.59
3	7	3	15.16
4	6	5	17.28

将上述数据代入 (8) 式, 进行最小二乘拟合, 得到 $\text{TF}_A=147$ 、 $\text{TF}_B=179$ 、 $\delta=-0.50$ nm。采用这一组 Tooling Factor 制备图 1 中的多层膜膜系, 得到的反射率实测结果见图 4。

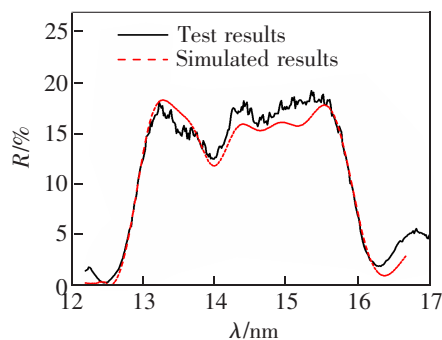


图 4 采用精确标定法制备出的多层膜反射率测试与拟合结果

反射率拟合得到的多层膜实际结构如下: Mo-on-Si 与 Si-on-Mo 上的扩散层厚度同样分别为 1 nm 和 0.8 nm; 两种材料的厚度仍存在系统误差, 但大幅度减小, 其中所有的 Mo 膜层比设计值大 6%, 而所有 Si 膜层比设计值小 6%。

由此可以看出, 经过对 Tooling Factor 的精确标定, 膜层厚度的误差大幅度降低, Mo 膜层从+22%降低到+6%, Si 膜层从-15%降低到-6%。两次实验中, 都存在膜层间的扩散, 这使得图 3 与图 4 中反射率

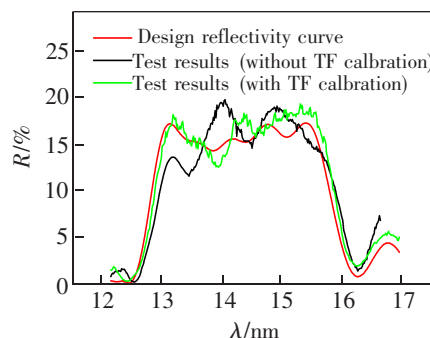


图 5 考虑膜层扩散的设计膜系反射率与实测结果对比

的测试结果与图 2 中设计结果相差较大。这一效应可以通过将膜层扩散看作常量、在设计时将其作为一个固定膜层考虑, 从而解决设计结果与实测结果之间的差别^[4]。如果单纯考虑膜厚控制精度对多层膜反射率的影响, 可以将 1 nm 的 Mo-on-Si 和 0.8 nm 的 Si-on-Mo 加入图 1 中的膜系, 计算其理论反射率, 与实测结果进行比较。

从图 5 可以看出, 在采取了精确定标方法的第二次实验中, 多层膜反射率实测结果与考虑了膜层扩散的理论反射率曲线基本一致, 而未采取精确定标的第一次实验结果则与理论结果相差较大。这说明, 由于采取了对 Tooling Factor 的精确标定方法, 极大减小了膜层厚度的控制误差, 从而使实际制备出的多层膜反射率更加符合理论设计曲线。

4 结 论

在采用晶振监控进行多层膜制备的方法中, 对 Tooling Factor 进行精确标定是使多层膜光谱相应曲线与设计结果相符的前提条件。本文提出了精确标定 Tooling Factor 的方法, 采用该方法, 将膜厚控制误差从~20%降低到了 6%的水平, 使多层膜的反射率曲线更加接近设计结果, 实现了多层膜膜厚的精确控制。

参考文献

- [1] 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.

- [2] 姚志华, 金春水, 杨雄, 等. X 射线 W/B4C 宽带多层膜的优化设计和制备 [J]. 光学学报, 2005, 25(10): 1433-1435.
- [3] HENKE B L, GULLIKSON E M and DAVIS J C. X-ray interactions: photoabsorption, scattering, transmission and reflection at $E=50\sim30,000\text{eV}$, $Z=1\sim92$ [J]. *Atomic. Data and Nucl. Table.*, 1993, 54: 181-342.
- [4] AQUILA A L, SALMASSI F, DOLLAR F, *et al.* Developments in realistic design for aperiodic Mo/Si multilayer mirrors [J]. *Opt. Express*, 2006, 14(21): 10073-10078.
- [5] SPILLER E. *Soft X-ray Optics* [M]. Washington: SPIE Optical Engineering Press, 1994.
- [6] 张立超. 纳米级薄膜厚度的精确测量[J]. 光机电信息, 2010, 27(10): 45-49.

作者简介: 张立超 (1979-), 男, 回族, 吉林吉林人, 博士, 副研究员, 2007年于中科院长春光机所获得博士学位。主要从事短波光学薄膜技术的研究。E-mail: lichao@yaho.com.cn

从原子水平检测硅材料的技术出炉

有望研发出新型硅结构材料

据报道, 美北卡罗莱纳州立大学科学家们研究出一种先进的方法, 能从原子尺度分析出硅材料里的组合成分。这种技术增进了人们对原子结合形式的理解和控制, 有望改善硅材料的结构性能, 开发高效微晶片和新型设备。相关研究发表在美国《国家科学院院刊》(PNAS) 网站上。

相邻原子之间的化学反应形成了化学键, 决定了不同材料各自的特性。“基本上, 化学键就是一种把两个原子粘在一起的胶水, 正是这种胶水决定了材料的特性, 比如硬度、透明度等。”研究合作者、北卡罗莱纳大学物理副教授凯南·甘道杜博士说, 不同材料靠在一起很近时, 就会形成化学键。在化学键形成过程中, 利用张力能影响硅晶体的排布序列。制造商以硅为基础材料来开发电子设备, 他们知道张力可以对化学键的形成产生影响, 但还不能在原子水平理解这一过程。

研究小组发明了一种先进的分析方法, 能在特定方向实时探测化学键的形成, 并做出反馈。结合光谱分析方法, 研究人员能在原子水平对整个过程中进行研究。他们演示了对氧化羟基硅 (oxidation of H-terminated Si) 的控制和测量。从外部施加一个单轴张力, 利用二次谐波产生 (second-harmonic generation, SHG) 和非线性光学的各向异性对化学键模型进行了检测。在整个系统中, 处于张力方向上的化学键氧化速度比垂直方向的更快, 从而产生了各向异性, 导致了瞬间的结构改变, 这种改变能被 SHG 检测出来。

据甘道杜介绍, 即使施加很小的张力, 也会在一定方向产生化学反应, 形成分子键或原子键, 导致结构变化。能从一个特定方向上影响化学反应, 我们就能在制造过程中有更多选择, 有望制造出新结构材料。

北卡罗莱纳大学物理教授戴维·阿斯波尼斯说, 张力作用会长时间影响整个化学过程, 此前还没人观察过外加张力对单个化学键形成造成的影响。尽管我们能施加某个方向的力来控制整个反应速率, 但还需要进一步认识其中的隐藏因素, 从而最终制造出性能更佳的硅基材料, 开发出效率更高的新设备。