

工作在放电环境中的石英 晶体膜厚监控仪*

胡炳森 邱家稳

(兰州物理研究所)

主题词: 晶体、复层厚度测量、电气试验。

内容提要: 石英晶体膜厚监控仪已广泛应用于蒸发镀膜、离子刻蚀厚度的精细控制和真空系统污染监测等方面。但一般的石英晶体膜厚监控仪使用的蒸发型探头却不能在溅射系统放电区中正常工作。实践表明, 在溅射系统中, 由阴极靶发射的二次电子碰撞测量晶体而引起的热应力是导致石英晶体膜厚监控仪测量失效的主要原因。为此, 对测量探头做了改造, 设计了一种带偏转磁场的溅射型测量探头, 使石英晶体膜厚监控仪能在平面直流磁控溅射镀膜系统中稳定地作原位膜厚监控。为了对测量计算公式进行修正, 用实验确定了修正因子。

一、引言

石英晶体膜厚监控仪, 具有结构简单、使用方便、灵敏度高以及可进行原位置监控等优点, 已广泛应用于蒸发镀膜、离子刻蚀的厚度的精细控制和真空系统污染监测等方面。但一般的石英晶体膜厚监控仪使用的蒸发型探头却不能在溅射系统放电区中正常工作。文献⁽¹⁾曾报道: 当石英晶体微量天平在rf二极溅射系统中工作时, 会出现开关现象。在开和关的瞬间显示出较大的质量密度的假像, 并在沉积期间出现测量的不稳定性等。在使用兰州物理研究所生产的SF—3A型石英晶体膜厚监控仪⁽²⁾(蒸发型探头)进行平面直流磁控溅射镀膜系统的原位置监测时, 出现了严重的测量不稳定和石英晶体停振等现象。仪器不能正常地工作。文献⁽¹⁾分析造成这种现象的主要原因是由电子轰击晶体而产生的热应力引起的。溅射镀膜时的带电粒子(特别是电子)和原子会以远大于蒸发镀膜时的粒子的能量与测量晶体相碰撞而引起晶体加热。在监测过程中, 测量晶体总是处于带电粒子轰击热、外部辐射热及沉积粒子所释放的凝聚热等热环境中, 特别是在作原位监测的动态条件下, 测量晶体和比较晶体之间是很难建立起热平衡的。这样, 由温度的改变而引起的频率变化便得不到补偿, 结果导致频率不稳, 甚至发生晶体停振等现象。除了这种热效应的影响外。因等离子体的电子振荡和正离子振荡而引入的电噪声也影响了仪器的稳定性。

本文通过对石英晶体膜厚监控仪蒸发型探头在溅射系统放电区中的不适用性的分析, 对SF—3A型石英晶体膜厚监控仪蒸发型探头作了改造。改造后的探头能在平面直流磁控溅射系统中稳定地作原位膜厚监测。

* 1987年10月20日收到

二、带电粒子与测量晶体的碰撞

在一般的二极rf或dc溅射中,由阴极发射的二次电子被加速穿过等离子体暗区,以几乎相当于阴极直流电位的全部能量碰撞测量晶体或基底,从而使测量晶体或基底的温度上升。除此之外,还有其它过程会使测量晶体和基底加热。资料⁽³⁾详细地考虑了各种过程,并估计了各种过程对温升的贡献(表1)。

可见,在一般的rf和dc溅射系统中,二次电子的碰撞是引起测量晶体温度升高的主要原因(特别是在dc溅射系统中)。

下面看看平面直流磁控溅射的情况。

平面磁控靶的结构如图1所示。它由环形磁铁、中心圆柱形磁铁、软铁和靶(图中未示出)组成。图1中还给出了磁控靶磁场的三种可能情形。象图1中间型的那种理想情况——所有从中心圆柱状磁铁出发的磁力线全部终止于环状磁铁,即所有的磁力线都是闭合的,在实际中是很难实现的⁽⁴⁾。而实际情形如图1中的类型I、类型II所示,它们都存在非闭合磁力线。只有从这些磁力线不闭合部位的阴极表面发射出的二次电子会打到测量晶体或基底上。由于这部分电子是被阴极电位(约500伏)加速的,所以能量很大。而由处于闭合磁力线区域发射出的二次电子通过阴极与等离子体之间的电势差所加速,但这些电子在磁场的影响下,最终又回到阴极靶表面。此外,在等离子区中由电离或碰撞产生的电子和离子通过电场和磁场作用而流向阳极和阴极,一般也很难打到测量晶体上。因此,它们对测量晶体温升的贡献可以忽略。文献⁽³⁾引用的数字表明在以2000安/分的速度磁控溅射沉积Cu时,基底温度达90℃。这主要是由于高能电子碰撞和沉积材料的凝聚热造成的。沉积粒子的凝聚热随沉积速度的增加而对测量晶体温升的贡献越大。由于它的能量较低(约10电子伏量级),仪器在低沉积条件下运用时,它的影响也不是很大的。

通过上面分析表明:在溅射系统中,由阴极发射的二次电子与测量晶体碰撞是引起测量晶体温度升高的主要原因。而且这种影响的大小直接决定于磁控靶磁场设计的好坏。

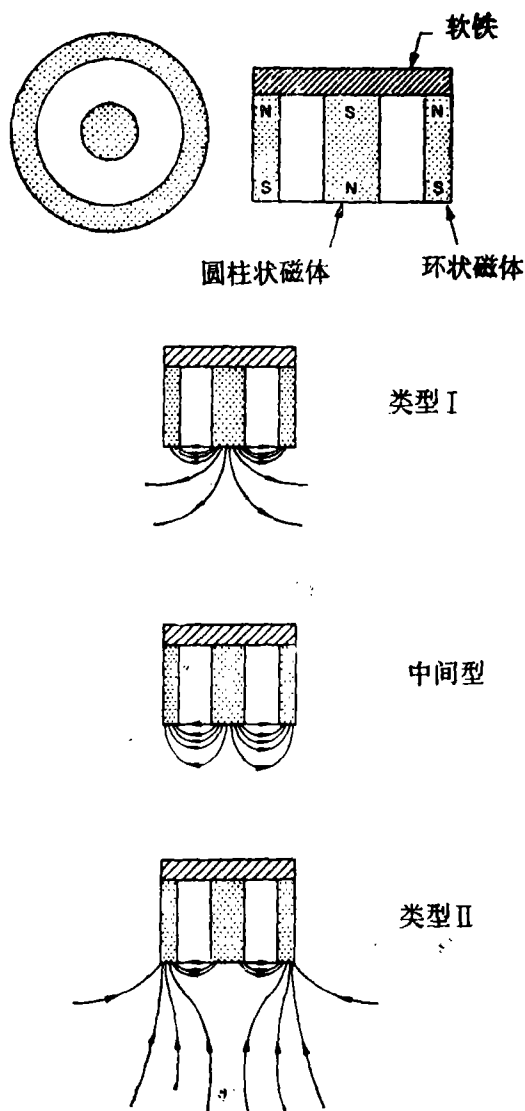


图1 磁控靶结构及磁控靶磁场的三种可能情形

表1 一般的rf和dc溅射系统中引起基底温升过程(3)

过 程	对温升的贡献(%)	
	rf	dc
二次电子碰撞	58	98
Ar离子碰撞	22	可忽略
离子-电子在基底处的复合	22	可忽略
中性和亚稳态离子碰撞	22	可忽略
被溅射原子动能	15	1.5
沉积材料的凝聚热	5	0.5

三、探头的改造

要减小由电子碰撞而引起的热应力,就必须消除或减少电子与测量晶体的碰撞。一般可采用两种方法(1):

(1) 在测量晶体前放置金属网来收集入射电子。这种方法不可避免地要屏蔽掉一部分溅射沉积材料,从而降低了仪器的灵敏度。

(2) 在测量晶体前引入一个适当场强的局部磁场来偏转掉入射带电粒子。此方法对中性粒子轨迹无影响,而且磁场可以很方便地由小型永久磁体提供。因此,我们选用了这种方法。

图2是我们改造的石英晶体膜厚监控仪测量探头的示意图。其中磁场由两块 $7 \times 7 \times 12$ 毫米,相距14毫米的永久磁体提供。磁场强度约1500高斯。

假定这个磁场是均匀场,那么电子进入磁场后将作圆周运动,其运动半径为:

$$R = \frac{mv}{eB} = \frac{m}{eB} \sqrt{\frac{2eV}{m}} = \frac{1}{B} \sqrt{2V / \left(\frac{e}{m}\right)}$$

式中: B是磁场强度, $B = 1500$ 高斯 $= 0.15$ 特斯拉, v 为电子运动速度; V 是电子加速电位, (e/m) 为电子的荷质比,其数值为 1.76×10^{11} 库仑/公斤。

就我们的平面直流磁控溅射系统来说,一般靶阴极在约-500伏电压下工作,阳极和测量探头外壳均处于零电压,因此,进入磁场的电子能量约-500电子伏。由上式可算得 $R = 0.5$ 毫米。而电子进入磁场的最大深度为 $2R$,只有1毫米。因此,电子打不到测量晶体上。所以,可以说这个磁场足够强,可以使进入磁场的几乎全部电子偏转掉,从而保证仪器能在溅射系统中稳定地工作。此外,这样强的磁场对进入磁场由碰撞而产生的正离子亦有偏转作用,从而更进一步地减小由带电粒子与测量晶体碰撞而产生的热效应的影响。

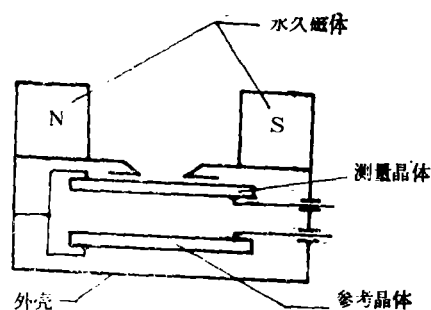


图2 改造后的测量探头示意图

四、测量公式的修正及实验

SF—3A型石英晶体膜厚监控仪是通过测量两个晶体的混频频率变化 Δf ，由下式来确定厚度的：

$D_f = (\rho_g V_g / 2) C / \{ \rho_f (f_1 - f_0) [(f_1 - f_0) / \Delta f - 1] \}$ 其中： D_f 是工件上沉积的膜厚度（厘米）； ρ_g 为石英晶体密度（克/厘米³）； V_g 为超声波在石英晶体中的传播速度（厘米/秒）； $(\rho V_g / 2)$ 称为石英晶体的声阻抗，其值为 4.42×10^5 赫兹·厘米²/克； G 为位置因子， $G = D_f / D_g$ ， D_g 为测量晶体上沉积的膜厚度（厘米）； ρ_f 为沉积膜密度（克/厘米³）； f_1 为参考晶体频率（赫兹）； f_0 为沉积前测得的混频频率（赫兹）； Δf 为测量过程中的频率变化量（赫兹）。

由于对探头作了改造，需要对上式进行修正。为使上式仍能使用，对上式中的 G 重新作了定义。新定义的 G 应包括下列修正：

- (1) 对由位置不同而引起的测量误差的修正；
- (2) 对因探头的改造而引入误差的修正；
- (3) 如果校对测量的是膜的绝对厚度（即测得的膜厚与 ρ 无关），则 G 还包括了对 ρ 取值误差的修正，因为膜密度有时与体密度有很大的不同。

改造后的用于平面直流磁控溅射镀膜系统的SF—3A型石英晶体膜厚监控仪的测量探头、基底及靶相互位置及电压关系如图3所示。其中阴极靶直径为116毫米，靶与样品台间距为120毫米。基底位于靶中心的正下方，测量探头位于靶边缘的正下方。下面通过实验确定在这种条件下工作的膜厚监控仪修正因子 G 。

在镀ITO膜的过程中，在不考虑修正因子 G 的情况下（即令 $G = 1$ ），设定一个厚度 D_0 （使用改造后的膜厚监控仪作原位监测），然后对镀出的膜厚用干涉显微镜进行比较测量，便得到膜的实际厚度 D 。实际测得的 D 与 D_0 的关系如图4所示。由图算得 G 大约为1.25。

由于干涉显微镜的测量误差较大，为了保证一定的精度，图4中的数据 D 都是经过多次测量取其平均值而得到的。如果对膜厚的误差有更严格的要求，可以采用其它更为精确的测量手段，以精确确定修正因子 G 。

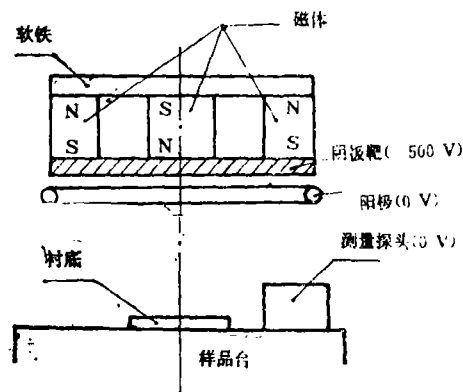


图3 基底、测量探头及靶间相互位置及电压关系

五、结 论

通过分析表明，在溅射系统中，由阴极靶发射的二次电子碰撞测量晶体而引起的热应力是导致石英晶体膜厚监控仪测量失效的主要原因。我们对SF—3A型石英晶体膜厚监控仪的测量探头作了改造，设计了一种带偏转磁场的测量探头。改造后的膜厚监控仪能够在平面直流磁控溅射镀膜系统中作原位监测。仪器工作稳定，取得了满意的效果。通过校对实验，确定了改造后监控仪的修正因子 G 。

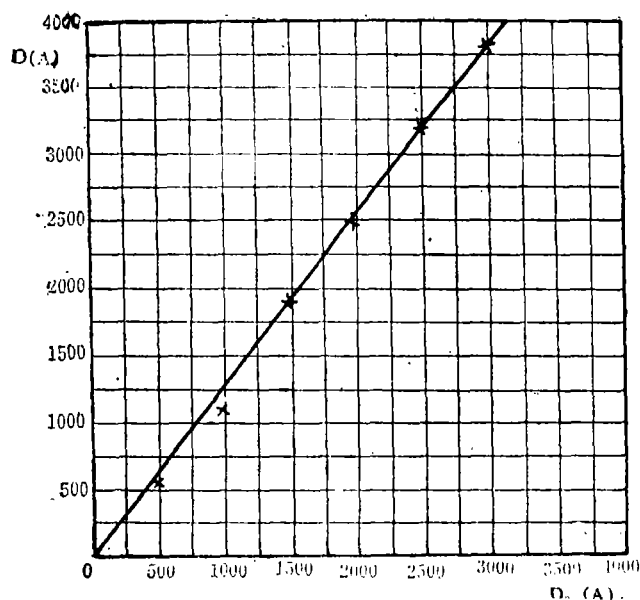


图4 修正因子的确定

我所有关单位即将在上述实验的基础上,设计、投产SF—3A型石英晶体膜厚监控仪溅射型探头,以满足广大用户的要求。

本工作得到了薛大同、魏向荣同志的支持,以及任妮、王滨、王士敏等同志的帮助,在此一并表示感谢。

参 考 文 献

- (1) Lu C., Applications of Piezoelectric Quartz Crystal Microbalances (Eds. Lu C. Czanderna A. W.), ELSEVIER, (1984) 56
- (2) 兰州物理研究所, SF—3A型石英晶体膜厚监控仪技术说明书
- (3) Waits R. K., Thin Processes (Eds. Vossen J. K. Kern W.), Academic Press, (1978) 157
- (4) Window B. et al, J. V. Sci. Technol., A 4 (2), (1986) 196

(上接第37页)

分是胶粘剂,同时从试验后的试样可以明显地看出材料表面发黄。

我们的设备刚建成,将为航天技术的发展需要作更多的工作,通过大量的工作,探讨紫外辐照损伤机理和抗辐照措施。

刘京兰、房临河两同志参加了实验工作。

参 考 文 献

- (1) 陈杰锋, 第一届空间热物理会议文集 (1974) 70
- (2) 王素素、张贞子等, 控制工程, 2 (1985) 15
- (3) 张景饮、卜忍安, 真空与低温, 3 (1985) 6