

# 同步辐射X射线光刻光束线真空系统设计

关志远

**摘要:** 本文介绍了 BEPC 工程 (北京正负电子对撞机) 同步辐射 X 射线光刻光束线真空系统设计。对反射镜箱的气载、系统的有效抽速及极限气压进行了分析和计算, 并简要论述了有关的一些超高真空工艺问题。

## 一、引言

同步辐射 X 射线光刻光束线的一个重要部件是光学反射镜。强的同步辐射入射到反射镜上, 必然会导致许多问题的发生。如果反射镜处在一个含碳氢化合物且真空度较低的环境中, 强的辐射必然引起碳氢物的分解, 而使镜面上复盖一层裂解的碳, 反射率大大降低, 特别是在碳的  $k$  带边 (大于或近于  $4.4\text{nm}$ ) 光谱区更为严重。

因此, 反射镜必须在无碳氢化合物且超高真空环境中。另外, 反射镜箱紧靠前端区, 它与前端区都应是超高真空。

光学反射镜面受碳氢化合物污染的程度, 与反射镜所处环境的真空度、温度、光辐照强度及残余气体成分有关<sup>[1]</sup>。在  $10^{-8}\text{torr}$  气压下, 受同步辐射照射后碳氢化合物裂解产生碳污染层的速率随光子流 (或光电子流) 强度增加非常缓慢, 即可认为无污染。在大于  $10^{-7}\text{torr}$  气压时, 污染速率随光子流强度增加而迅速增加, 且与压力无关, 即已达污染饱和的程度 (图 1)。

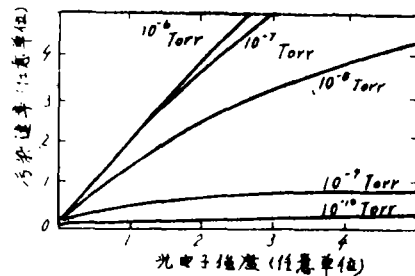


图 1 不同气压时, 污染速率与光电子强度的关系

美国 Wisconsin 大学, NBS 及法国 ACO 的同步辐射工作者已经证明<sup>[2]</sup>, 在  $10^{-8}\text{torr}$  超高真空环境中, 反射镜工作一年多, 反射率仍未降低。日本光子工厂 BL-11<sup>[3]</sup> 光束线前置反射镜在  $10^{-8}\text{torr}$  真空下工作一年多, 产生两条明显可见的污染带。

从我们所了解到的各国同步辐射装置 X 射线及真空紫外光束线的前置反射镜箱来看, 大多数镜箱的静态极限气压 (基本压力) 在  $3 \times 10^{-8}$  至  $5 \times 10^{-10}\text{torr}$  范围<sup>[3-6]</sup>。根据国内现有真空设备的能力, 在设计镜箱时, 尽可能地提高系统极限真空度。这就要求我们在材料选取及清洁处理上下功夫 (如严格的化学清洗、真空去气、长时间烘烤及真空机组的防返油措施等)。最大限度地减少碳氢化合物污染 (可以做到系统内质量峰  $M$  大于 44 的所有残气压力总和小于百分之一<sup>[6]</sup>), 以期达到延长反射镜使用寿命的目的。

## 二、光束线真空系统设计

光束线真空系统包括前端区、反射镜箱及传输管道三部分。前端区在这里不讨论。

反射镜箱紧靠前端区，反射镜中心距光源点只有8m。镜箱总容积为120L，内表面积(包括反射镜架及波纹管等)为3m<sup>2</sup>，有20个活法兰接口，要求静态极限气压值优于5×10<sup>-10</sup> torr。

传输管道全长22m，直径15cm。是由每个长80cm的短管并间隔有焊接波纹管通过CF法兰连接而成。总容积为420L，内表面积大于10m<sup>2</sup>，要求气压值优于10<sup>-8</sup> torr。

超高真空镜箱与高真空管道之间用10μm厚的铍窗(12×50mm<sup>2</sup>或50×50mm<sup>2</sup>两种)隔离。传输管道与曝光室之间用18μm厚的铍窗(12×50mm<sup>2</sup>或50×50mm<sup>2</sup>两种)隔离。铍窗对1.8nm以下的软X射线有较大的透过<sup>[7, 8]</sup>。

镜箱室全部采用不锈钢0Cr18Ni9Ti加工而成，高真空管道可用不锈钢1Cr18Ni9Ti。接口统一按《同步辐射CF法兰标准》，用无氧高导(OFHC)铜垫密封。镜箱室的φ400mm法兰采用金丝密封。焊缝均为氩气保护无填料钨极焊接。全部采用内焊，外侧为加固性非连续焊接，以增加其强度。如果内焊无法进行，需百分之百穿透性焊接。但真空侧的焊缝要光滑无缝隙，不允许补焊。

镜箱的内表面要求尽可能高的光洁度(▽7)，并电解抛光，要在850℃至1000℃下真空去气，严格的化学清洗以及经得住150℃至400℃的长时间烘烤。

镜箱使用抽速为440L/sec和220L/sec两台三极溅射离子泵(SIP)做主泵。传输管道使用两台200L/sec的二极溅射离子泵做主泵。镜箱及传输管道的粗抽共用450L/sec的涡轮分子泵(TMP)，为防止粗抽时前级泵油对系统的污染，在系统与分子泵之间加液氮冷阱(LN<sub>2</sub>)。

气压的测量用Balzers公司的PKG-100组合真空计进行，其中Pirani规(G<sub>1</sub>)可测760—10<sup>-3</sup> torr，冷阴极规(G<sub>2</sub>)可测10<sup>-4</sup>—10<sup>-10</sup> torr。用四极滤质器做分压强测量及残气分析。图2给出了真空系统结构图。

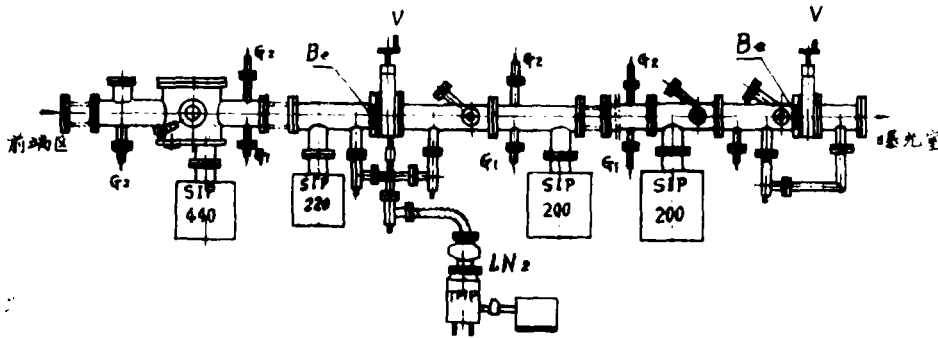


图2 真空系统结构图

### 三、镜箱室的静态极限气压

一个真空系统的极限气压可用下式计算

$$P = P_0 + \frac{Q}{S} \tag{1}$$

其中P<sub>0</sub>为泵的极限压力，Q和S分别为系统的总气载及有效抽速。气载Q包括：从系统外部

漏入到真空室的气体量 $Q_{leak}$ ；泵的反扩散及倒流的气体量 $Q_{back}$ ；真空系统的内表面及内部器件的热出气量 $Q_{outgas}$ 。其中 $Q_{leak}$ 又包括从系统的接口和漏孔处漏入的气体量及薄壁处渗透的气体量 $Q_{perm}$ ，前者可通过选择好的密封及仔细地安装而大大降低，通常可以做到一个系统的漏气只占全部气载的十分之一。对主泵为离子泵的无油系统， $Q_{back}$ 一项完全可以消除。所要考虑的主要是表面热出气及薄不锈钢波纹管及铍窗的渗透。根据渗透公式

$$Q_{perm} = K \cdot A \cdot (P_1^n - P_2^n) / d \quad (2)$$

其中 $K$ 是气体对材料的渗透常数， $A$ 和 $d$ 是材料的表面积及厚度， $P_1$ 和 $P_2$ 分别是材料壁两边的压力。 $n$ 为常数，对双原子气体分子 $n = \frac{1}{2}$ ，对单原子气体分子 $n = 1$ 。我们取 $H_2$ 对不锈钢波纹管的渗透常数 $K = 1.3 \times 10^{-14} m^2/sec$ ，则通过 $0.2mm$ 厚波纹管渗透到镜箱室的 $H_2$ 小于 $10^{-10} torr \cdot l/sec$ 量级。取 $He$ 对铍窗的渗透常数 $K = 1 \times 10^{-13} m^2/sec$ ，则从充三分之一巴 $He$ 气曝光室通过 $18\mu m$ 厚的铍窗渗透到高真空传输管道，再通过 $10\mu m$ 厚铍窗渗透到镜箱的 $He$ 气量也小于 $10^{-11} torr \cdot l/sec$ 量级，这样小的渗透量完全可以忽略。但在设计时，镜箱选用对惰性气体有较大抽速的三极离子泵更为适宜。

表面热出气在排气过程中并不是固定不变的，它与气体的种类、排气时间、材料性质及处理情况有关。同时泵的有效抽速也与所抽气体种类、气压及泵的类型有关。要想通过公式(1)准确地计算出系统极限气压是很困难的。

### 1 表面热出气

表面热出气包括：(1) 真空表面吸附（物理吸附或化学吸附）气体或蒸汽的析出；(2) 溶解（吸收）在材料体内或残留在微孔中气体或蒸汽的析出；(3) 由于材料自身蒸汽压关系，在低压环境中材料自身汽化使分子析出。对室温下的不锈钢，情况(3)可忽略。而(1)和(2)两项可通过真空去气、化学清洗及长时间烘烤而大大降低。

表面出气率的定义是单位时间、单位几何表面积析出的气体量，常用的单位是 $torr \cdot l/sec \cdot cm^2$ 。它是排气时间的函数

$$q_t = q_1 t^{-r} \quad (3)$$

其中 $q_1$ 和 $q_t$ 分别是排气1小时和 $t$ 小时后的出气率。 $r$ 值为常数，介于0.5和2之间，对金属 $r = 1$ 。同时，出气率也是温度的函数

$$q/q_0 = e^{T/T_0} \quad (4)$$

其中 $q_0$ 和 $q$ 分别是室温 $T_0$ 及温度 $T$ 时的出气率。图3给出了出气率随排气时间及温度变化的关系曲线。可以看出，提高烘烤温度是加快出气的最有效办法。

经过真空去气并化学清洗的不锈钢，在烘烤后室温下的出气，其中90%是 $H_2$ ，其余10%是 $CO$ ， $CO_2$ ， $CH_4$ 和水汽等。大量资料给出<sup>[9-12]</sup>，经过 $150^\circ C$ 至 $400^\circ C$ 烘烤的不锈钢，室温下的出气率在 $10^{-12}$ 至 $10^{-14} torr \cdot l/sec \cdot cm^2$ 范围，合金铝更低一些。如果将不锈钢在大气压下烘烤2小时（温度为 $150^\circ C$ 或 $400^\circ C$ ），紧接着在真空中用与前面相同的温度烘烤18小时，这时不锈钢的出气率比只在真空中烘烤20小时的出气率低一个数量级左右。这是因为，在空气中烘烤导致材料壁形成氧化层，该氧化层阻碍了氢分子从材料体向外扩散，减少了氢的解吸。但这种烘烤办法不适于有反射镜存在的情况，反射镜至关重要是清洁，特别要严禁表面氧化层形成。

假如我们先对反射镜箱进行 $300^\circ C$ 烘烤24小时，然后充入干燥 $N_2$ 气，再装入反射镜，然后对镜箱连同反射镜一起低温（ $150^\circ C$ ）长时间（72小时以上）烘烤，再排气24小时。假定

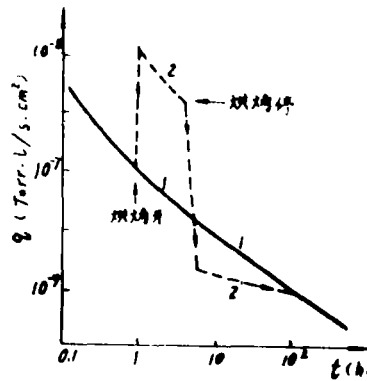


图3 排气过程中的出气率变化曲线  
1 室温下 2 烘烤一个过程

这时不锈钢的出气100%是 $H_2$ ，取出气率 $q_1 = 1 \times 10^{-12}$  torr·/sec·cm<sup>2</sup>，则镜箱壳体连同镜架的出气量 $Q_1 = 3 \times 10^{-8}$  torr·l/sec。

由于反射镜是铝合金表面镀金，经150℃烘烤后 $H_2$ 的出气率取 $q_2 = 1 \times 10^{-11}$  torr·l/sec·cm<sup>2</sup>，反射镜表面积为 $A = 5 \times 10^2$  cm<sup>2</sup>，则反射镜在无光照时的出气量 $Q_2 = 5 \times 10^{-9}$  torr·l/sec。

系统在理想情况下，如果保证每个接口漏率小于 $1 \times 10^{-10}$  torr·l/sec，则反射镜箱室总漏率 $Q_3 < 2 \times 10^{-9}$  torr·l/sec。

因此，在无光照时反射镜箱总气载 $Q = 3.7 \times 10^{-8}$  torr·l/sec。

### 2 镜箱的有效抽速

在气压很低时，离子泵的有效抽速随气压降低很快减少，这是离子泵的最大缺点。在气压低于 $10^{-9}$  torr时，二极或三极离子泵的有效抽速 $S$ 只是它的标称抽速的百分之几，最多不过20%<sup>[11-13]</sup>。根据任务需要，我们委托国内某厂家试制新的三极溅射离子泵，要求其极限压力值优于 $5 \times 10^{-11}$  torr，在 $1 \times 10^{-9}$ 至 $2 \times 10^{-9}$  torr范围其抽速不低于标称抽速的50%。该两台泵在 $10^{-9}$  torr时对空气的标称抽速分别为440 L/sec和220 L/sec，对 $H_2$ 的抽速分别是760 l/sec和380 L/sec。在计算时我们留有余地，假定在中等 $10^{-10}$  torr范围即便有10%的抽速，则两台泵对 $H_2$ 的有效抽速（忽略泵口连接管道的管阻）

$$S = (760 + 380) \times 0.10 = 114 \text{ (L/sec)}$$

### 3 反射镜箱的静态极限气压

在无辐射照射时，反射镜箱的静态极限压力为

$$P = P_0 + Q/S = 3.7 \times 10^{-10} \text{ (torr)}$$

上述计算是把 $H_2$ 当成100%出气，而电离规通常都是以 $N_2$ 气进行标定的，即相对 $N_2$ （或空气）响应为1，而对 $H_2$ 气的响应小于1。如果把以上计算 $H_2$ 的压力值换算成等效 $N_2$ （或空气）的压力，则应乘上一个系数 $\eta$ （ $\eta$ 值通常在0.38至0.60之间）。

上述分析只是考虑表面热出气及接口漏气这两项气载，系统其它气载尚未考虑在内。当有辐射照射时，反射镜及镀窗都有解吸现象，使真空度降低。特别是贮存环在贮存电子束时真空度降低很大，通常降低一个数量级以上，大大影响反射镜箱真空度。本文只是按工程技术指标的要求，论证达到预期的静态极限气压。

## 四、有关的一些工艺问题

### 1 化学清洗

为了获得好的超高真空,除了对材料进行真空去气和烘烤外,化学清洗是十分重要的工作。目前,对不同材料进行不同工艺程序的清洗已有大量报导,而且每个同步辐射装置都严格建立了自己的清洗工艺。我们初步确定如下不锈钢清洗工艺。

- (1) 过氯乙烯蒸汽去油 5 分钟 (76°C),
- (2) 冷的流水中漂洗,
- (3) 硷性洗液超声清洗 10 分钟 (50°C),
- (4) 去离子水冲洗 2 分钟,
- (5) 热去离子水冲洗 2 分钟,
- (6) 在清洁无油的烘箱内烘干 (65—150°C),
- (7) 先用无纤维纸包,再用新铝箔包好,封在干净塑料袋内或贮存在真空柜内。

### 2 检漏

除了部件在焊接后进行检漏外,整个系统在安装完先进行粗检,待烘烤后再复检。因为烘烤后的系统接口有松动。另外,烘烤后表面吸附的水汽去掉,因水汽堵塞的微小漏孔完全曝露。要求能检出小于  $1 \times 10^{-10}$  torr·l/sec 的微小漏孔。

### 3 装配

经过清洁处理过的真空部件,绝不允许用手或其它未经严格真空清洁处理过的工具去接触其表面。操作者必须戴清洁的无纤维白尼龙手套,在洁净室内安装,然后整体进入光束线位置。一个手指印的出气率约为  $1 \times 10^{-6}$  torr·l/sec·cm<sup>2</sup>[6]。如果稍有不慎,用手摸了真空表面,将会给系统带来严重后果。

### 4 充氮及控制

如果需要真空室曝露大气,必须先充干燥纯氮气,防止表面吸附水汽。一旦曝露空气,必须进行烘烤。

为保护两个镀膜不致破碎,在粗抽和充氮时,镜箱室与高真空管道必须同时进行(通过旁路阀门连通)。

### 参 考 文 献

- [1] K.Boller, Investigation of carbon contamination of mirror surface exposed to synchrotron radiation, Nucl Inst and Meth, 208(1983)273
- [2] M.R.Howells, Beam line design for synchrotron spectroscopy in the VUV, Appl Opt, 19(1980)4027
- [3] K.Kohra et al., Photon Factory Activity Report(1982/83, 1983/84, 1984/85)
- [4] T.Koide, Mirror System for aVUV Beam Line at the Photon Factory, Nucl Inst and Meth, 239(1985)350
- [5] M.W.Poel, Synchrotron Radiation Appendix to Daresbury Annual Report (1981—1982)
- [6] J.B.Godel et al., Requirements and guidelines for NSLS experimental beam line vacuum systems, BNL28073(1980)
- [7] R.P.Haelbich, Synchrotron radiation X-ray lithography Nucl Inst and Meth,

222(1984)291

- [8] E.Spiller, Soft X-ray for biological and industrial pattern replications, 5th Inter Conf on VUV Radiation physics(1977)
- [9] A.Roth, Vacuum Technology(1976)
- [10] P.A.Redhead, The Physical Basis of Ultrahigh Vacuum(1968)
- [11] E.Fischer, Two Kilometers at  $10^{-10}$  Torr—The CERN Intersecting storage Ring for Protons, J.Vac.Sci.Technol 9(1972)41
- [12] G.Moraw, Attainment of outgassing rates below  $10^{-18}$  T·l/sec·cm<sup>2</sup> for stainless steel after bakeout at moderate temperature, proc.6th Inter.Vac.Congr(1974) 261
- [13] J.C.Schuchuman, Summary of vuv vacuum system, NSLS Tech Note (219/80, 43)

## Vacuum System Design for the X-Ray Lithograph Beam Line of Beijing Synchrotron Radiation Facilities

Guan Zhiyuan

### Abstract

This paper describes the design of a vacuum system for the X-ray lithograph beam line of Beijing Electron Positron Colliding Device.

The gas load of mirror box, effective pumping speed and basic pressure of mirror box are analysed and calculated. The some ultrahigh vacuum technology is briefly discussed.