

用磁控溅射法制备软 X 射线多层膜

张俊平 马月英 高宏刚 陈 斌 裴 舒 吕俊霞 曹健林

(中国科学院长春光学精密机械研究所, 应用光学国家重点实验室, 长春 130021)

摘要 本文介绍用直流—射频平面磁控溅射法制备软 X 射线多层膜的初步实验结果。在一定工艺条件下, 采用计算机定时控制膜厚的方法, 严格按照设计周期制备了多层膜样品, 并给出了 X 射线衍射仪小角衍射的检测结果。

关键词: 磁控溅射; 软 X 射线多层膜

1 引 言

七十年代以来, 随着同步辐射及激光等离子体光源的发展, 软 X 射线光学成为一大热门学科。基于正入射的软 X 射线光学系统研究非常活跃, 正入射软 X 射线望远镜、软 X 射线显微镜、软 X 射线投影光刻、软 X 光激光等都展示出广泛的应用前景。在这些光学系统中, 高质量的软 X 射线多层膜是最重要的关键元件。

软 X 射线多层膜的制备通常有三种方法: 电子束蒸发、离子束溅射、磁控溅射。磁控溅射法具有以下特点: 溅射速率高, 基片温升高, 膜层致密且附着力强, 工作气压范围广, 易得到稳定的镀膜速率, 并且通过控制工作参数, 可以方便地调节镀膜速率。这些特点均有利于多层膜的制备。

目前, 美国、日本、俄罗斯为代表的许多国家都在研究软 X 射线多层膜制备技术。他们采用的方法大多是磁控溅射法。美国劳伦斯—利弗莫尔实验室研究小组已用直流平面磁控溅射法制备出 13nm 处正入射反射率高达 66% 的多层膜反射镜, 并用于软 X 光投影光刻的研究^[1]。

我们自 1990 年以来, 已用离子束溅射方法制备了大量的实用型多层膜光学元件。其中的色散元件用在北京同步辐射光束线上; 多层膜反射镜用于 X 射线激光打靶实验, 实现 X 射线激光双程放大^[2]。

在此基础上, 我们又自行研制一台磁控与离子束溅射复合镀膜设备。开始研究磁控溅射法制备软 X 射线多层膜的工艺。经大量实验, 已找到较佳的工作参数, 膜厚控制精度达 0.1nm 左右。制备的一系列多层膜样品经 X 射线衍射仪检测证明结构清晰, 周期厚度与设计值相符。

本文主要介绍磁控溅射的镀膜工艺。第二部分简介设备, 第三部分介绍磁控溅射的放电

特性和溅射特性以及工作参数的选择。第四部分给出其中一个样品的衍射仪检测结果。最后在第五部分中简述今后工作展望。

2 磁控溅射与离子束溅射复合镀膜设备

本设备具有磁控溅射和离子束溅射两种主要功能，同时兼有离子束清洗、加温退火等附属功能。两个真空室分别是样品室和溅射室，样品室用来在不破坏溅射室真空的情况下将样品送入或取出溅射室，内有加热炉可以对样品做加热处理（annealing）。溅射室中央两个 Kauffman 离子枪用于溅射及清洗；加热炉用于溅射室中的加温并具有自动控温功能；室中装有两个射频磁控溅射靶和一个直流磁控溅射靶，尺寸均为 $\varphi 100\text{mm}$ 。所加磁场为永磁式，强场约 0.03T 。样品与靶之间距离可调。样品转盘上均匀分布有四个小圆盘用来放置样品。小圆盘在转盘转动（公转）的同时也可自转。自行研制的计算机控制装置控制转盘在特定靶位下的摆角（保证膜层均匀性）、停留时间、靶位间交换次数（膜层数），可按要求自动完成多层膜的制备过程。

直流电源和射频电源提供的最大功率均为 2kW ，射频频率为 13.56MHz 。

真空系统由蜗轮分子泵和机械泵组成。溅射室在加热烘烤去除水汽情况下，本底真空可达 $1 \times 10^{-4}\text{Pa}$ 。溅射室有两路进气通道，各自的气体流量由质量流量计控制以维持工作气压的稳定。这样需要时可方便地通入反应气体，进行反应溅射。

鉴于以上特点，本设备除制备软 X 射线多层膜外，还能制备其它各种类型的薄膜，如光学膜、透明导电膜、特殊保护膜等。

3 磁控溅射法制备软 X 射线多层膜工艺

为了确定最佳工艺参数，必须了解磁控溅射的放电特性和溅射特性。这对制备周期膜厚为 nm 量级的多层膜是至关重要的。

3.1 磁控溅射特性

磁控溅射放电属于反常辉光放电。溅射过程中放电电流与电压关系服从关系式： $I = kV^n$ ，其中 k 是常数， n 值随溅射方法及工作气压的不同而变化。在磁控溅射中，电子受靶面所加环状封闭磁场作用，只能在靶附近的封闭等离子体内作螺旋式运动，气体的电离效率很高，因此电子密度较高， n 值较大（通常在 $3 \sim 10$ 之间），属于低电压、高电流密度工作方式。图 1 为一个典型的电流—电压关系曲线，是直流平面磁控溅射中针对 Si 靶在不同气压下测得的^[3]。

磁控溅射中影响镀膜速率的因素很多。对于特定靶材，镀膜速率与样品—靶间距、工作气压、功率等有关。靶与样品间距增加，镀膜速率下降。在其它条件相同的情况下，速率与功率呈线性关系。在一定气压范围内，速率有最大值，气压过高或过低都将降低镀膜速率。气压过高将增加气体原子对靶材原子的散射，气压过低则降低了离子密度和溅射速率。图 2 给出一个典型的电流与速率之间的关系曲线，也是直流平面磁控溅射中针对 Si 靶实测的^[3]。

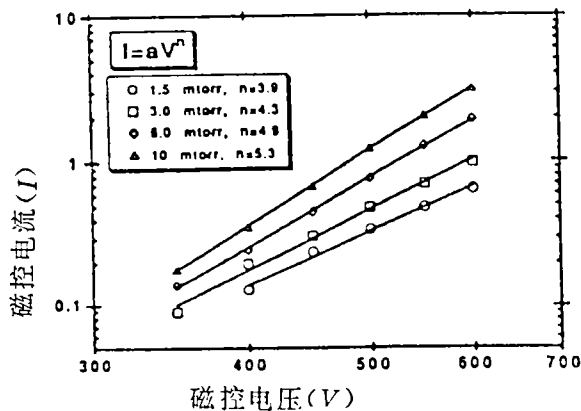


图1 电流—电压关系曲线

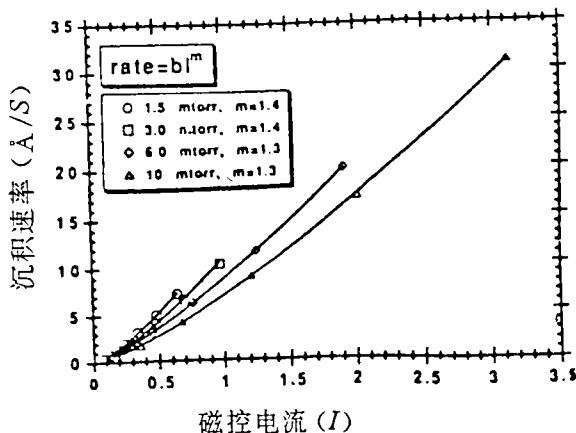


图2 电流—镀膜速率曲线

通常磁控溅射工作参数为：气压 0.1~10Pa，电压 300~800V，样品—靶间距 3~20cm。在此条件下，相应的靶面平均电流密度 4~60mA/cm²，功率密度 1~36W/cm²，镀膜速率 100~1000nm/kW·min。

3.2 工艺参数的选择

由于软 X 射线多层膜周期厚度为 nm 量级，因此必须将膜厚控制精度提高到原子尺度。膜厚控制通常采用反射率极值法、石英晶振法以及时间控制法。前两种方法在磁控溅射，特别是射频磁控溅射中很难采用。磁控溅射一般用时间控制法。这就要求有稳定的工作参数以保证稳定的镀膜速率。

放电的稳定与工作气压有关。一般地，气压越高，放电越趋稳定；气压越低，放电越不稳定，最终导致熄灭。但气压高时将严重影响多层膜质量。气压在 3Pa 以上时，多层膜界面已模糊不清，反射率急剧下降^[3]。

对于我们的设备，样品转盘转速不够高，计算机时间控制精度为 1s，考虑到膜厚控制精度要求，须将镀膜速率量化到 ~0.1nm/s。

综合以上考虑，经大量实验，我们找到了较佳的工作参数。在工作气压为 0.4Pa 时，Mo 靶采用直流磁控溅射，所加功率 60W；Si 靶采用射频磁控溅射，所加功率 80W。经 Talystep 及 X 射线衍射仪进行速率定标，测得 Mo 的速率为 0.12nm/s，Si 的速率为 0.07nm/s。

3.3 多层膜的制备

在上述制备工艺条件下，我们针对 X 射线激光波长试做了一系列多层膜样品。基片用超光滑 Si 片（表面粗糙度小于 0.5nm）。其中一个样品为 121 层 Mo/Si 多层膜，设计工作波长 $\lambda=13\text{nm}$ ，正入射，设计周期厚度 $d=6.8\text{nm}$ ， $d_{\text{Mo}}=2.8\text{nm}$ ， $d_{\text{Si}}=4.0\text{nm}$ 。

镀膜过程中工作参数相当稳定，每个样品镀膜时间在 1 小时左右，较离子束溅射法效率提高了十倍以上。

4 多层膜周期结构特性检测—X 射线小角衍射

软 X 射线多层膜的周期结构可用 X 射线衍射仪检测。衍射峰强度越高，峰的个数越多，说

明多层膜周期性越好。通过测量所得衍射峰级次及相应位置 (2θ) 也可计算周期厚度, 计算采用修正的 Bragg 公式:^[4]

$$m\lambda = 2d[\sin\theta - (1 - n)/\sin\theta]$$

式中 m 为衍射级次, λ 为波长, d 为周期厚度, θ 为相应的衍射角, n 为折射率平均值。

我们对每块样品都做了检测, 所用 X 射线衍射仪为日本理学公司的 D/Max3B 型, CuK α 线 ($\lambda=0.154\text{nm}$), 最大功率 2kW。图 3、表 1 为该样品的小角衍射检测结果。可以看出, 多层膜样品周期结构清晰, 计算所得周期膜厚值与设计值吻合得很好, 说明我们已将膜厚控制精度做到 0.1nm 左右。

表 1 衍射仪检测结果及周期厚度

衍射级次 (m)	衍射角 (2θ)
1	1.574
2	2.798
3	4.078
4	5.394
5	6.676
6	7.976
7	9.292
设计周期厚度	6.80nm
计算周期厚度	6.67nm

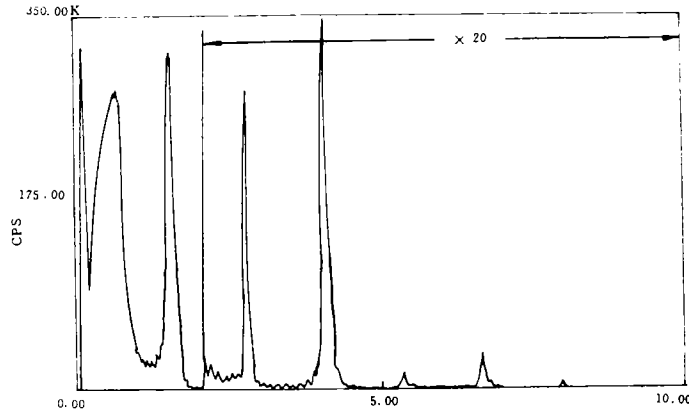


图 3 多层膜样品的小角衍射图

5 工作展望

以上只是我们用磁控溅射法制备软 X 射线多层膜的初步结果。下述工作正在进行之中:

- (1) 工艺参数的进一步寻优, 如溅射室内温度与成膜质量关系的研究;
 - (2) 最小成膜厚度的研究, 以制备实用化的 X 射线多层膜色散元件;
 - (3) 采用多种检测手段以配合工艺研究, 如透射电镜对结构的观测, 反射率的测量等。
- 本项目得到国家自然科学基金及国家高技术 863-410-3 专题的资助。

参 考 文 献

- [1] D. G. Stearns et al., Multilayer Mirror Technology for Soft X-ray Projection Lithography. Appl. Opt. 1993, 32 (34): 6952-6960
- [2] 王世绩等, 反射镜多靶串接增益饱和软 X 光激光实验. 强激光与粒子束, 1993, 5 (4): 557-563

- [3] D. G. Stearns et al. , Fabrication of High-reflectance Mo/Si Multilayer Mirror by Planar Magnetron Sputtering. *J. Vac. Sci. Technol.* , 1991, A (9): 2662—2669
- [4] T. W. Barbee, *Multilayers for X-ray optics*. *rpc. SPIE*, 1985, 563: 2—28

Soft X-ray Multilayer Fabrication by Magnetron Sputtering

Zhang Junping, Ma Yueying, Gao Honggang Chen Bin, Pei Shu,
Lu Junxia and Cao Jianlin

(The State Key Laboratory of Applied Optics, Changchun Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Changchun 130021)

Abstract

The preliminary experiment of fabricating soft X-ray multilayer by DC-RF planar magnetron sputtering is described. Under appropriate working conditions, multilayers can be automatically deposited according to designed period (thickness) using computer controlled timing method. The results of X-ray small angle diffraction show that the film thickness accuracy is about 0.1nm.

Key Words: Magnetron sputtering, Soft X-ray multilayer