

## 石英晶体测厚仪监控核靶厚度

许国基

(中国原子能科学研究院, 北京)

关键词 石英晶体厚度监控仪, 核靶。

### 一、引言

随着核物理研究的不断深入和高稳定性加速器及高分辨探测系统的发展, 对核靶质量的要求越来越高。为获得高质量的核靶, 必须在靶膜沉积过程中控制薄膜形成的条件。就蒸发膜而言, 除了要有较好的蒸发源, 清洁的高真空系统及一定的衬底温度外, 必须对膜层厚度和蒸发速率进行精确控制。为此, 国内外制薄膜工作者已研究出多种膜厚和蒸速动态监控方法, 其中用石英晶体作为监控元件是较理想的方法。北京仪器厂与英国合作生产的 IL 100 型膜厚监控仪具有稳定度高、厚度分辨率高、显示直观和测量快速等特点。利用该仪器, 我们开展了厚度显示单位的转换、蒸发源热辐射对厚度测量的影响和沉积膜层的吸气效应等研究。

### 二、测量原理

早期的石英晶体监控仪用频率法测厚, 只能近似地找出频率和厚度的关系曲线。用频差对应厚度, 不仅精度低, 而且也不能直接显示厚度。改进的石英晶体监控仪采用周期法测厚, 实现了仪器的数字化, 直接读出膜层厚度。但是无论是频率法还是周期法测厚, 都把沉积在石英表面的材料等效为石英晶体本身的加厚, 即两种物质的混合振动模式, 而不认为沉积材料已改变了石英晶体本身的振动模式。若考虑到这个因素, 则必须使用声阻抗测厚公式<sup>[1]</sup>:

$$T_r = (D_q/D_r)(N_q \cdot T \cdot Z_r/\pi Z_q) \cdot \tan^{-1}(Z_q/Z_r) / \tan \pi(1 - T_q/T) \quad (1)$$

式中  $T_r$  为沉积薄膜的厚度, cm;  $D_q$ ,  $D_r$  分别为石英晶体和沉积材料的密度, g/cm<sup>3</sup>;  $N_q$  为 AT 切割石英晶体振荡频率常数, Hz·cm<sup>-1</sup>;  $T$ ,  $T_q$  为有载和空载石英晶体振荡周期;  $Z_r$ ,  $Z_q$  为沉积材料和石英晶体的声阻抗, g/s·cm<sup>2</sup>。

公式(1)是考虑到石英晶体和沉积材料的声阻抗系数后推导出来的, 它完整而精确地体现了膜层厚度和石英晶体振荡周期期间的关系。IL 100 型膜厚监控仪就是根据这个公式计算膜层厚度的。

### 三、厚度显示单位的转换

从公式(1)可看出, 膜层厚度由频率的变化、材料的密度和声阻抗决定, 要得到精确的结果, 要求这三个变量比较准确。对于频率变化, 因计算机高速运行, 它的误差可以忽略; 对于声阻抗, 它对一般的膜层厚度不十分敏感, 只是当晶体已承受了停振厚度的80%

时才有必要进行校准；但对材料密度的准确性不容忽视，因为一般情况下只能得到材料的静态密度，其动态密度往往是不确定的，它由沉积条件和基片温度等参数决定。因此要得到精确的膜厚，必须校准密度值。但这种校准需要光束干涉仪或台阶仪等精密仪器，目前国内制靶实验室一般不具备这种条件。然而核靶测量常用质量厚度单位，即  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$  或  $\text{mg}/\text{cm}^2$ ，如果仪器的显示单位为  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ，不仅读数直观、方便，而且能避免复杂的密度校准工作。

IL 100 型膜厚监控仪的电气原理是中央处理单元记录石英晶体振荡周期的变化，计算出膜层的质量厚度，并取出静态存储器中用户置入的材料密度和声阻抗等参数，代入公式(1)计算，结果显示在显示器上。由此可见，仪器先得到质量厚度，然后再转换成几何厚度。如果将输入参数作些改变，有可能将几何厚度转换成质量厚度。公式(1)可改写成

$$D = T_r \cdot D_r = D_q \cdot (N_q \cdot T \cdot Z_t / \pi Z_q) \cdot \tan^{-1} \cdot (Z_q / Z_t) \cdot \tan \pi(1 - T_q / T) \quad (2)$$

式中  $D$  即为沉积薄膜的质量厚度， $\text{g}/\text{cm}^2$ 。

令(1)式中的  $D_r = 1 \text{ g}/\text{cm}^3$ ，则  $T_r$  和  $D$  在数值上相等，这意味着不论蒸镀何种材料，只要输入的材料密度为  $1 \text{ g}/\text{cm}^3$ ，那末仪器显示的几何厚度与质量厚度值相等，但此时几何厚度单位为  $\text{cm}$ ，质量厚度单位为  $\text{g}/\text{cm}^2$ 。

IL 100 型膜厚监控仪厚度读数为  $\text{nm}$ ，而核靶常用的厚度单位是  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 。通过转换公式

$$T_r(\text{nm}) = 10 D(\mu\text{g}/\text{cm}^2) / D_r(\text{g}/\text{cm}^3)$$

可知，取  $D_r = 10(\text{g}/\text{cm}^3)$  时，以  $\text{nm}$  为单位的几何厚度对应于以  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$  为单位的的质量厚度。因此，如果输入材料密度值均取  $10 \text{ g}/\text{cm}^3$ ，而不用材料密度的实际值，则仪器显示器上的以  $\text{nm}$  为单位的几何厚度，在数值上就等于以  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$  为单位的的质量厚度，也就是说，几何厚度显示单位已转换成质量厚度单位。

为了验证上述结论，我们用电阻加热法在  $\phi 25 \text{ mm}$  的 Al 基片上分别沉积 Au 和 Al 膜，然后用天平称重法测量其厚度并和仪器显示值进行比较，其结果见表 1。实验中，蒸发源至基片的距离为  $18 \text{ cm}$ ，输入材料密度为  $10 \text{ g}/\text{cm}^3$ ，刻度工具因子的仪器是最小感量为  $0.01 \text{ mg}$  的精密天平。

表 1 称重值和仪器显示值的比较

Table 1 Comparison of weighing value with the value of monitor

序 号	1	2	3	4	5	6	
材 料	Au	Au	Au	Al	Al	Al	
膜层厚度	称重法用 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	107.4	86.1	79.2	38.1	67.3	83.2
	仪器显示为 $\text{nm}$	102.7	81.5	82.2	36.4	69.8	87.5
$\frac{ \text{天平值} - \text{仪器值} }{\text{天平值}} / \%$	4.4	5.3	3.9	4.5	3.7	4.9	

由表 1 可见，称重结果和 IL 100 型显示值比较一致，说明上述结论是可靠的。

#### 四、蒸发源热辐射对测量的影响

资料[2]报道, 在空载实验中, 随着舟被通电加热, 钟罩靠近舟处温度也上升, 同时, 晶体混频频率也增加, 电流越大, 频率上升越快, 停止加热后, 频率仅略下降。认为频率变化的原因是晶体吸附了热出气的结果。我们仔细地研究了蒸发源温度对仪器显示厚度的影响, 结果如表 2 所示。实验中先在新晶片上蒸镀  $10 \mu\text{g}/\text{cm}^2$  的 Al 膜, 然后用  $18 \times 55 \text{mm}^2$  的空 Ta 舟对晶体进行烘烤, 记录膜层厚度的变化量。

表 2 蒸发源温度与显示厚度的关系

Table 2 The relation between crucible temperature and monitor value

空Ta舟温度/°C		1130	1260	1330	1390	1450	1550	1560	1620	1670
显示值变化/ $\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$	源衬距离10cm	0.33	0.45	0.64	0.77	0.97	1.17	1.38	1.62	1.86
	源衬距离20cm	0.16	0.36	0.47	0.57	0.73	0.84	0.95	1.10	1.17
	源衬距离30cm	0.12	0.31	0.40	0.45	0.53	0.60	0.64	0.70	0.73
真空度/ $\times 10^{-3}$ 托( $1.333 \times 10^{-3}\text{Pa}$ )		2.1	2.1	2.0	2.1	2.2	2.3	2.4	2.6	3.2

从表 2 可以看出, IL 100 型监控仪显示值随 Ta 舟温度变化而变化, 温度越高, 显示值变化越大, 而舟的温度对真空度的影响不大。由此可见, 空载时仪器显示值的变化是由 Ta 舟的热辐射效应引起的, 而不是晶体吸附了热出气的结果。当晶体及其上的膜层受到舟的辐射热后, 就释放吸附的气体, 晶体重量下降, 频率上升, 显示值减小; 当舟的温度下降至室温后, 晶体又吸附真空室中的剩余气体, 其质量增加, 显示值也上升。上述结果告诉我们, 在蒸镀膜层时, 为减少蒸发源热辐射对膜厚测量的影响, 除增大蒸发距离外, 预熔阶段显示器出现的负厚度值和蒸发源关闭后显示器继续增加的厚度值都不能计算在总厚度内。

#### 五、沉积膜的吸气效应

我们用 IL 100 型膜厚监控仪测量了 Au, Al, Ag 和  $\text{CaF}_2$  等沉积膜充大气后的吸气量, 结果列于表 3。

表 3 沉积膜的吸气量

Table 3 Gas absorption by deposition foil

蒸镀材料	晶体本身	Au	Au	Au	Ag	Al	Al	$\text{CaF}_2$	$\text{CaF}_2$	$\text{CaF}_2$
膜层厚度/ $\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$	0	11.2	50.6	216.4	98.7	11.3	50.6	8.5	20.2	98.1
吸气量/ $\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$	0.43	0.98	1.0	1.16	1.70	1.26	1.46	2.24	5.34	10.13

从表 3 可知, 沉积膜从真空室中取出后会吸附一定量的气体, 其吸气量随膜厚增加而增加; 粉末材料膜层的吸气量比金属膜大。因此用天平校准工具因子和测量核靶厚度时, 必须考虑膜层的吸气效应。对于大于  $200 \mu\text{g}/\text{cm}^2$  的金属靶, 其吸气效应可以忽略。对于粉末材料靶和小于  $20 \mu\text{g}/\text{cm}^2$  的金属靶, 其厚度应从称重结果中扣除在大气中吸附的气体

量。

## 六、结 论

IL 100 型膜厚监控仪是当代先进的微机化仪器, 它可以动态监控核靶的沉积厚度和沉积速率, 是核靶研制工作的理想设备。实验表明, 膜层材料输入参数稍加改变, 就能将显示单位从 nm 转换成  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ; 蒸发源的热辐射和沉积膜的吸气效应对核靶厚度测量有一定程度的影响, 为减小测量误差, 应采取必要措施。

## 参 考 文 献

[1] Behrndt, K.H., *J.Vac.Sci.Technol.*, 8, 622(1971).

[2] 薛大同和魏向荣, 真空与低温, (2), 1(1983)。

(编辑部收到日期 1988 年 3 月 3 日)

# DETERMINATION AND CONTROL OF TARGET THICKNESSES WITH QUARTZ CRYSTAL THICKNESS MONITOR

XU GUOJI

(China Institute of Atomic Energy, P. O. Box 275, Beijing)

## ABSTRACT

The measurement principle of model IL 100 thickness and rate monitor are described. The method of converting linear thickness in nm units into mass thickness in  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$  units is mentioned. The effect of crucible temperature upon thickness determination is discussed. The gas amount absorbed by deposition foils is given.

Key words Quartz crystal thickness monitor, Nuclear target.