

石英晶体膜厚监控仪在红外镀膜中的初步应用*

李复蝉 蒲发通

(西南技术物理研究所)

本文介绍了兰州物理所研制的SF-3A石英晶体膜厚监控仪在红外镀膜(10.6 μm波段)中的初步实验应用。SF-3A作为光学镀膜的膜厚监测是可行的,实验结果与理论计算一致,与光电极值法的效果相同。

一、前 言

膜厚监控技术,是光学薄膜技术的主要内容之一。在薄膜技术发展过程中,曾经使用过各种各样的监控方法,如极值法及其改进、双色法、波长扫描法、电子模拟微分法、单色定值比较法、双色四光路控制法、电离感测器法以及石英晶体监控法。其中石英晶体监控法以由质量转换成厚度,与工作波段无关,设置简单,各种厚度皆可控制,精度高,易于实现自动控制等独特的优点,将会越来越广泛地在光学薄膜技术中得到应用^[1,2]。

本文对SF-3A石英晶体膜厚监控仪用于红外镀膜的初步实验加以介绍。

二、原 理 和 性 能

SF-3A系利用石英晶体微量天秤原理,采用特定切角、孪生晶体差频技术,以专门的晶体装配座降低温漂。配以中规模CMOS数字电路检测,消除线路时漂,实现了真空沉积膜厚的精确监测^[3]。

沉积量的计算公式^[3]

$$Q = \frac{z}{2} \left(\frac{1}{f} - \frac{1}{f_0} \right) = 4.42 \times 10^{-5} \left(\frac{1}{f} - \frac{1}{f_0} \right)$$

式中, Q是沉积量 (g/cm²) ; f₀、f是测量晶体沉积前、后的频率 (Hz) ; z是晶体的声阻抗 (8.86 × 10⁵ g/cm² · s) 。

SF-3A的主要性能指标如下:

1. 灵敏度: 4.43 × 10⁻⁹ (Hz/g/cm²)

收稿日期: 1986年11月17日。

* 本文曾在1986年11月在桂林召开的“全国光学薄膜技术交流会”上宣读。

2. 沉积量: 最小可检 $4 \times 10^{-8} \text{g/cm}^2$ ($\cong 1 \text{\AA}$)
 分辨率 $4 \times 10^{-9} \text{g/cm}^2$ ($\cong 0.1 \text{\AA}$)
 累积最大可检、固体膜 $8.9 \times 10^{-4} \text{g/cm}^2$ ($\cong 2 \mu\text{m}$)
 采样间隔 1s
 3. 沉积率: 最小可检 $4 \times 10^{-9} \text{g/cm}^2 \cdot \text{s}$ ($\cong 0.1 \text{\AA}/\text{s}$)
 分辨率 $4 \times 10^{-9} \text{g/cm}^2 \cdot \text{s}$ ($\cong 0.1 \text{\AA}/\text{s}$)
 最大可检 $3.96 \times 10^{-7} \text{g/cm}^2 \cdot \text{s}$ ($\cong 10 \text{\AA}/\text{s}$)
 采样间隔 1s
 4. 混频输出: 方波频率 0.01~200kHz
 方波幅度 $> 5\sqrt{v}$
 5. 探头频漂: 时漂 $72\text{h} > 15\text{Hz}$
 温漂 $-80 \sim +40^\circ\text{C}$ 往返 $> 300\text{Hz}$
 6. 晶体最高运用温度 100°C
- SF-3A的主要特点是:

(1) 监控灵敏度高, 厚度控制达“埃”级水平; (2) 沉积膜增厚(镀膜)、减薄(刻蚀)均可监控; (3) 频率漂移小, 读数稳定、准确; (4) 厚度与速率参量同时显示, 保证成膜质量; (5) 数字显示, 醒目直观; (6) 可自动巡检频率差值, 使故障暴露在镀膜之前, 并可了解晶体的累积频率, 以清洗或更换晶体; (7) 对使用环境无特殊要求。

三、安 装 和 准 备

本实验在兰州真空设备厂的GD-450B高真空多层镀膜机上进行, 镀制中红外波段($10.6\mu\text{m}$)用的增透膜和反射膜, 实验装置如图所示。

在镀膜机底板上, 将备用孔 $\phi 33.5$ 用作接线座, 真空室内、外用真空密封电引线过渡。将晶体探头(传感器)安装在真空室内监控位置, 即原来的监控比较片位置, 工件盘的中心, 由于工件盘是旋转的。将探头位置抬高, 离工件盘一段距离(越

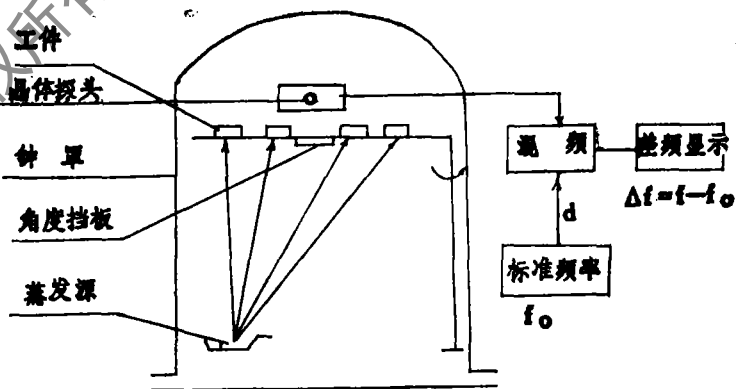


图1 实验装置示意图

短越好)以恰好与工件盘脱离接触为宜。安装冷却水管, 把底板上另一备用孔作真空室内、外的过渡接头, 紫铜管的一端接橡胶水管, 另一端接晶体座基板。把探头附属电路盒安在传感器附近, 两者间的连线越短越好。将电路盒与监控线路接通。监控仪后面板上频率走向开关拨右边位置(增加), 功能选择开关拨右边位置(镀膜), 采用倒数计数方式。制作角度挡

板,使晶片的有效累积厚度值提高若干倍。计算在各种不同工艺条件下的位置因子G的数值。在石英晶体片上镀铝保护膜(200Å左右),便于清洗后重复使用。取消光源,滤光片(单色仪),PbS探测器,FD-1放大器那一套光电极值的膜厚控制装置。按常规程序,清洗真空室、作舟、加料、装样片、抽高真空,作好镀膜前的一切准备工作。

四、实验及其数据

实验1: 86127*在K₉玻璃上镀ZnS,预置厚度d=3600Å;

实验2: 86123*在Ge基底上镀单层ZnS增透膜;

实验3: 86131*在Ge基底上镀Ge-ZnS多层反射膜;

实验4: 86201*同实验3(试验重复性)。

例1: 在K₉玻璃上镀ZnS,预置厚度d=3600Å

本机器是旋转的,按余弦定律计算沉积率Q。

$$A^2 = D^2 + B^2 - 2DB\cos\phi$$

$$L^2 = H^2 + A^2$$

$$R = \frac{A}{\sin Q} = \frac{L^2}{2H}$$

$$\theta = \frac{M}{4\pi R^2} = \frac{MH^2}{\pi(H^2 + A^2)}$$

$$\bar{\theta} = \frac{1}{180} \int_0^{180} \theta d\phi = \frac{MH^2}{180\pi} \int_0^{180} \frac{d\phi}{(H^2 + D^2 + B^2 - 2DB\cos\phi)^2}$$

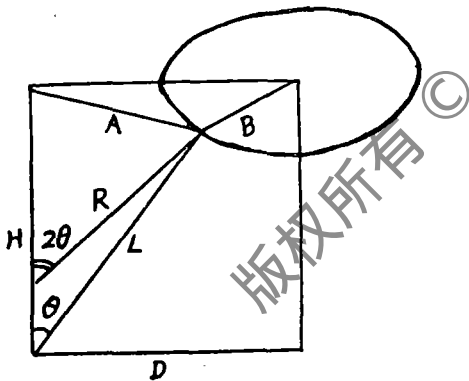


图2

$$f_0 \div 1000 = -5 \times \times = \times 2.26 \div G \times D \times 9 \times 0.1^{[3]}$$

$$974 \div 1000 = -5 \times \times = \times 2.26 \div 1.05 \times 3600 \times 4.1 \times 0.1 = 7939$$

将7939输入拨盘所设预置厚度参量,六位发光数码管显示7939,开始蒸镀,有关数据见表I、I。镀完后取出在JT75-1激光椭圆测厚仪上测得d=4207Å。说明结果是比较准确的,一是薄膜材料的ρ值取有误差,二是数字显示到零后,才关挡板(第一次操作,无经验)。动作稍有1~2s的滞后,使数字显示多了73(膜厚偏长)。

例2: 在Ge基板上镀单层ZnS增透膜,膜系Ge(H)L。

式中, M为蒸发量,取R=38, D=125, H_{工件}=180, H_{晶体}=193, M=1, 则Q_{工件}=4.459×10⁻⁶, Q_{晶体}=4.241×10⁻⁶, 位置因子G=Q_{工件}/Q_{晶体}=4.459/4.241=1.051。

硫化锌的密度ρ_{ZnS}=4.1g/cm³[6.7], 几何厚度d=3600Å。

混频频率初始值f₀=974(拨盘六位全置于0。打开监控线路电源,按一下预置按钮,等待片刻即可获得3秒钟的f₀显示)[3],把f₀=974输入EL-838计算器,按面板上刻的公式进行计算。计算厚度参量预置Δf₀的公式为:

表 I 各次试验的蒸发参数

实验编号	晶体 (MHz)	探头与样片的距离 (mm)	挡板开角 (°)	沉积率Q		位置因子G		密度ρ(g/cm ²)	
				Q _{工件}	Q _{晶体}	ZnS	Ge	Ge	ZnS
86127*	5	13	/	4.459 × 10 ⁻⁶	4.241 × 10 ⁻⁶	1.051	/	/	4.1
86123*	5	13	/	4.459 × 10 ⁻⁶	4.241 × 10 ⁻⁶	1.051	1.051	5.327	4.1
86131*	5	13	15	4.446	Ge 3.792 ZnS 3.833	27.963	28.266	5.327	4.1
86201*	5	13	15	4.446	Ge 3.792 ZnS 3.833	27.963	28.266	5.327	4.1

用5MHz晶体，探头与样片距离13，有关参数见表 I，用EL-838计算，

(H) 层1330 ÷ 1000 = -5 × × 2.26 + 1.05 × 1375 × 5.327 × 0.1 = 3939

L层5090 ÷ 1000 = -5 × × 2.26 ÷ 1.05 × 12619 × 4.1 × 0.1 = 27783

实验数据见表 I，取出后在PE983G分光光度计上测得T_{1.00} = 62.81% (透射率测试误差约1%)。曲线见图5、图6，另一面增透后T = 96.77%。

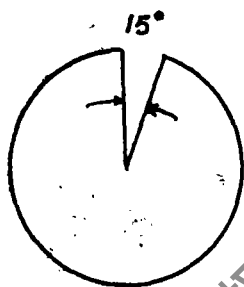


图3

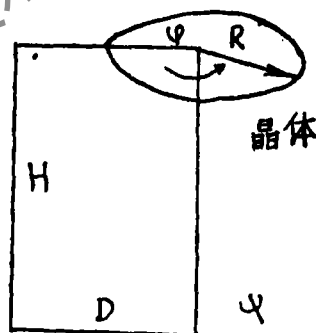


图4

例3：在Ge基底上镀反射膜，膜系Ge (H) LHLH。

晶体5MHz，探头与样片距离13，挡板开角15°，如图5所示。

$$Q_{晶} = \frac{MH^2}{\pi (H^2 + D^2 + R^2 - 2DR\cos\phi)^2}$$

M = 1, H = 193, D = 125, R = 12。对于ZnS, $\phi_{ZnS} = 150^\circ$, $Q_{晶} = 3.833 \times 10^{-6}$ 。对于Ge, $\phi_{Ge} = 165^\circ$, $Q_{晶} = 3.792 \times 10^{-6}$ 。

$$\bar{Q}_{工件} = \frac{MH^2}{180\pi} \int_0^{180} \frac{d\phi}{(H^2 + D^2 + R^2 - 2DR\cos\phi)^2}$$

M = 1, H = 180, D = 125, R = 28, $Q_{工件} = 4.446 \times 10^{-6}$ 。

因用15°角度挡板，故G需除以15°/360° = 1/24，所以G_{ZnS} = 4.446/3.833 + 1/24 = 1.165

$\times 24 = 27,963。$

$G_G = 4.446/3.792 + 1/24 = 1.178 \times 24 = 28,266$

蒸发参数见表 I。EL-838 计算:

1. (H) 层 $14486 \div 1000 = -5 \times = \times 2.26 + 28.226 \times 1375 \times 5.327 \times .01 = 146$
2. L 层 $14625 \div 1000 = -5 \times = \times 2.26 + 27.963 \times 12619 \times 4.1 \times .01 = 1039$
3. H 层 $15674 \div 1000 = -5 \times = \times 2.26 + 28.266 \times 6625 \times 5.327 \times .01 = 701$

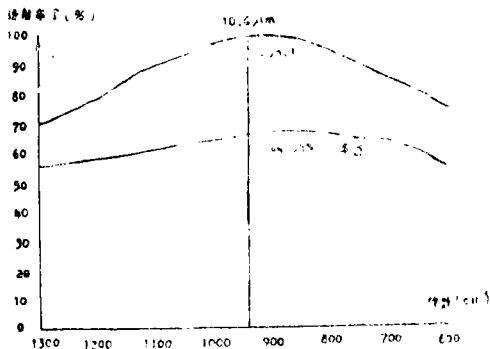


图5 锗基片单面、双面增透曲线
86123* ($\delta = 2$)

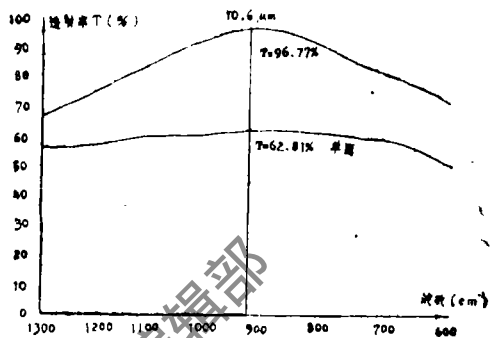


图6 锗基片单面、双面增透曲线
86123* ($\delta = 5$)

4. L 层 $16373 \div 1000 = -5 \times = \times 2.26 + 27.963 \times 12619 \times 4.1 \times .01 = 1038$

5. H 层 $17448 \div 1000 = -5 \times = \times 2.26 + 28.266 \times 6625 \times 5.327 \times .01 = 700.5$

实验数据见表 II。取出后在 PE983G 分光光度计上测得 $T_{10.6} = 11.20\%$ ，曲线见图 7。

例 4: 在 Ge 基板上镀反射膜。有关参数，实验数据同上，见表 I、表 II。Ge 基板取出后在 PE983 分光光度计上测得 $T_{10.6} = 11.18\%$ ，曲线见图 8。

将 86131* 和 86201* 样片背面增透后 $T = 8 \sim 9\%$ ，曲线见图 7、图 8。

五、测试曲线和结论

测试曲线见图 5、6、7、8。SF-3A 石英晶体膜厚监控仪，作为光学镀膜的精细监测是可行的，实验结果与理论计算一致，与用光电极值法镀制的膜片效果相同，它醒目直观，小巧灵便，精度高，是精细监测蒸发镀膜的理想工具。

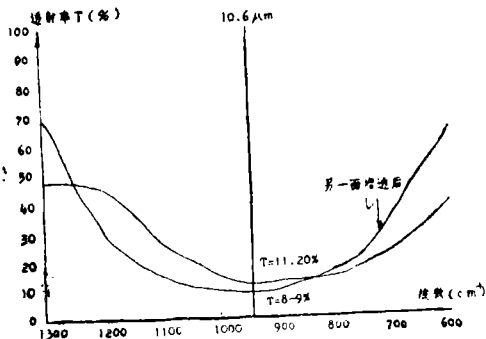


图7 锗基片反射膜曲线86131* ($\delta = 2$)

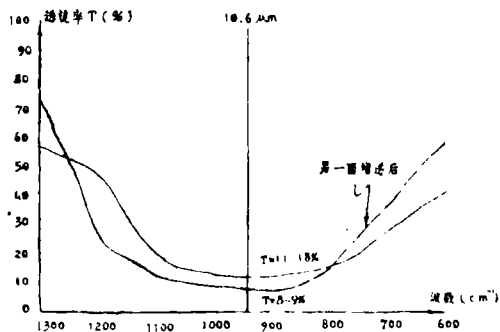


图8 锗基片反射膜曲线86201* ($\delta = 5$)

表 I 各次试验的实验数据

实验 编号	膜系	几何厚度 (Å)	初始频率 f_0	预置参量 Δf_0	数码显示	蒸 发 参 数			蒸发速率Hz/s	
						电流(A)数压(V)	蒸镀时间	真空度(Torr)		
86127*	ngH	3600	974	7939	7939~0~-73	207	67	7'47"	2×10^{-5}	10~18~28
86123*	Ge (H)	(H)1375	1330	3939	3939~0	214	96	5'01"	6×10^{-5}	13~15
		L 12619	5090	27783	27783~0	220	65	4'16"	1×10^{-5}	8~10
86131*	Ge (H) LHLH	(H) 1375	14486	146	146~0	225	100	2'15"	6×10^{-5}	1
		L 12619	14625	1039	1039~0~-10	240	68	6'47"	2×10^{-5}	1.5
		H 6625	15674	701	701~2	225	100	10'38"	/	1
		L 12619	16373	1038	1038~0~-24	230	70	7'09"	2×10^{-5}	2
		H 6625	17448	700.5	700~16*	230	105	8'53"	4×10^{-5}	1
		(H) 1375	18109	145	145~0	225	100	3'12"	/	1
86201*	Ge (H) LHLH	L 12619	18247	1038	1037~0~-6	225	65	8'15"	/	2
		H 6625	19292	700	700~2	225	100	9'58"	4×10^{-5}	1
		L 12619	19996	1037	1037~0~-2	225	65	7'01"	1×10^{-5}	2
		H 6625	21023	699	700~3	230	105	11'39"	2×10^{-5}	1

由于当时试验条件所限，基片加热实验没有作成，否则会更有实验价值。但从[4]报导中：“SF-3A与基底热接触相当良好，在条件不具备，精度要求与蒸发温度不很高的时候，晶体基座板可以不通水冷却……不能认为，不通水有明显的影晌。”

本实验工作得到兰州物理所薛大同、魏向荣同志的大力协助，周九林同志的指导，唐和玲同志测试，赵学力、谢朝珍、邓根固同志参加焊接、机械加工、镀铝膜，在此一并致谢。

参 考 文 献

- [1] 《SF-3A型石英晶体膜厚监控仪》，兰州物理所出版。
- [2] 薛大同、魏向荣，蒸发镀膜的精细监测（内部资料）。
- [3] 周九林、尹树百编译，《光学薄膜技术》，国防工业出版社，1974年。
- [4] 《红外光学手册》，国外红外与激光技术编辑组，1973年。

The preliminary application of the quartz crystal monitor to infrared coating

Li Fuchan, Pu Fatong

(Southwest Institute of Technical Physics)

Abstract

The preliminary experiments using the model SF-3A quartz crystal monitor for infrared coating are described. SF-3A monitor is feasible as a film thickness monitor, and the resulting results are consistent with the calculation and similar with optical monitoring.

作者简介：李复蝉，女，1941年1月出生，中国真空学会会员。从事光学薄膜工艺工作，曾参加“光学薄膜偏振片”课题的研制，该课题81年获兵器工业部“重大技术改进一等奖”，85年获“国家科学技术进步三等奖”。

蒲发通，男，1938年4月出生，现从事光学薄膜工艺工作，曾参加“光学薄膜偏振片”课题的研制，该课题81年获兵器工业部“重大技术改进一等奖”，85年获“国家科学技术进步三等奖”。