

核靶厚度控制方法的研究

许国基 郝秀红

(中国原子能科学研究院 北京 102413)

摘要 介绍了核靶厚度的在线控制和离线控制技术。在线控制包括石英晶体膜厚计法、时间法和计算法;离线控制有天平称重法、 α 测厚仪和分光光度计法。

关键词 核靶, 在线控制, 石英晶体膜厚计, 称重

为提高核物理实验的测量精度,要求核靶的厚度控制在一定范围。因此在靶膜沉积过程中必须有效地控制膜层的厚度。膜厚控制技术可分为在线控制和离线控制两大类,前者指在膜层的沉积过程中进行动态测量,而后者则是在沉积结束后,采用适当的方法测量膜层的厚度和均匀性。为满足物理实验的需要,我们建立了石英晶体膜厚计法、时间法和计算法等在线控制方法以及天平称重法、 α 测厚仪和分光光度计法等离线控制技术。

1 在线控制

1.1. 石英晶体膜厚计

1.1.1 原理。早期的石英晶体膜厚计采用频率法测厚,近似地找出频率和厚度的关系曲线。改进的石英晶体测厚仪采用周期法测厚^[1],实现了仪器的数字化,能直接读出膜层的厚度。无论是频率法还是周期法测厚都是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。IL100型膜厚监控仪就是根据声阻抗公式计算膜层厚度的。

1.1.2 蒸发源热辐射对测量的影响。为了对超薄膜层进行精细监控,我们测量了蒸发源热辐射对仪器显示厚度的影响(结果见表1)。实验中先打开晶体探头的水冷系统,然后将18mm×55mm的空钽舟加热,同时记录仪器的显示值。

由表1可见,IL100型膜厚监控仪显示值随蒸发源温度变化而变化,温度越高,显示值变化越大,而蒸发源的温度对真空度的影响不大。由此可见,蒸发源空载时仪器显示值的变化是由于晶体的热效应所致,而不是晶体吸附了热出气的结果。因此,为减少蒸发源热辐射对膜厚度控制的影响,在蒸镀靶膜时,除增大蒸发距离外,还须采取如下措施:①预熔时,安排一个挡板,使其只挡住基衬而不挡住晶体探头,让晶体有足够时间完成热平衡;②预熔结束后,在打开挡板的同时按下工艺启动键,厚度显示从零计算;③厚度达预定值后,关闭挡板。

1.1.3 测量。在待镀基衬或样品的边上安装石英晶体探头,接通冷却水,仪器预热20min后即可测量。由于探头和基衬的几何位置有差别,需要进行几何因子校正,以便减少测量误差。

收稿日期:1994-05-27, 修回日期:1994-09-20

表1 石英晶体膜厚计的显示厚度与蒸发源温度的关系
Table 1 The monitor value for a quartz crystal thickness gauge versus temperature of evaporation source

T/℃	对应不同源衬距离的显示厚度 Thickness corresponding to different source-to-substrate distance/ $\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$			真空度 Vacuum /mPa
	10cm	20cm	30cm	
900	0	0	0	2.6
1020	-0.12	0	0	2.6
1130	-0.33	-0.16	-0.12	2.6
1260	-0.45	-0.36	-0.31	2.6
1330	-0.64	-0.47	-0.40	2.7
1390	-0.77	-0.57	-0.45	2.7
1450	-0.97	-0.73	-0.53	2.8
1550	-1.17	-0.84	-0.60	2.9
1580	-1.38	-0.95	-0.64	2.9
1620	-1.62	-1.10	-0.70	3.1
1670	-1.86	-1.17	-0.73	3.7

1.2 时间法

在辉光放电裂解制备碳膜和电镀制靶过程中,当工作参数固定后,沉积膜的厚度与时间成正比,只要事先刻度出靶厚 d 和时间 t 之间的关系曲线,就能方便地控制靶膜的厚度。

1.2.1 辉光放电裂解法的膜厚控制。直流辉光放电裂解 C_2H_4 是制备碳剥离膜^[2]的有效方法。实验表明,当阴极尺寸、放电电压和 C_2H_4 气压固定后,沉积膜的厚度与放电时间成正比。图1表示放电电极尺寸为 $\phi 150\text{mm}$ 、放电电流为 20mA 、 C_2H_4 压力为 8Pa 条件下的沉积膜厚度与放电时间的关系。

1.2.2 电镀制靶的膜厚控制。在电镀法制备核靶的过程中,当电镀液的配方和电镀条件确定后,电沉积的厚度随时间增加而增加。图2为钴靶的厚度与电镀时间的关系曲线^[3],实验所对应的电镀液配方为 $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}-3\text{g}$, $\text{NaCl}-0.2\text{g}$, $\text{H}_3\text{BO}_3-0.3\text{g}$, $\text{H}_2\text{O}-10\text{ml}$ 。实验条件:Pt为阳极;Cu为阴极;电流密度为 $20\text{mA}/\text{cm}^2$;阳极与阴极间距离为 3cm ;温度为 50°C 。

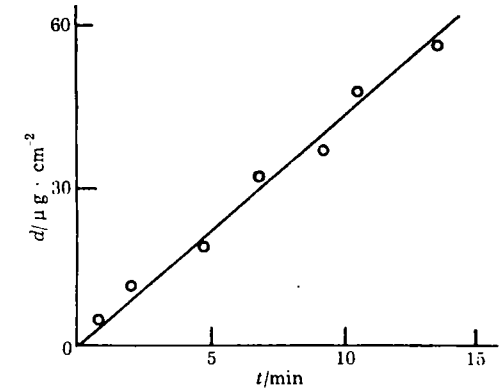


图1 沉积膜厚度(d)与放电时间(t)的关系
Fig.1 Relation between the foil thickness and discharge time

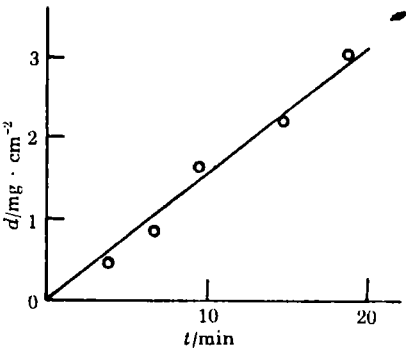


图2 钴靶的厚度(d)与电镀时间(t)的关系
Fig.2 Relation between thickness of Co foils and electroplating time

1.3 计算法

根据由余弦定律导出的真空蒸发膜层的厚度分布公式^[4]可计算出沉积一定厚度膜层所需的投料量,从而实现膜厚的在线控制。

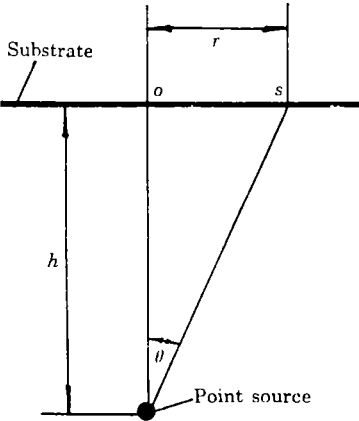


图3 点源蒸发

Fig.3 Evaporation of a point source

1.3.1 理想点源和理想小面源。设点源的质量为 m , 位于基衬中心法线上(见图3), 点源至基衬的距离为 h , 则基衬中心处膜层的厚度为

$$d(o)=m/(4\pi h^2)$$

基衬某点 s 处的膜厚为

$$d(s)=m\cos^3\theta/(4\pi h^2)$$

基衬上以 os 为半径的沉积层的平均厚度为

$$d=[d(o)+d(s)]/2=m(1+\cos^3\theta)/(8\pi h^2)$$

换言之, 欲获得厚度为 d 的靶膜, 蒸发用料量为

$$m=8\pi h^2d/(1+\cos^3\theta)$$

膜层的均匀性为

$$d/d(o)=(1+\cos^3\theta)/2$$

采用小面源蒸发时的用料公式为

$$m=2\pi h^2d/(1+\cos^4\theta)$$

靶膜的均匀性为

$$d/d(o)=(1+\cos^4\theta)/2$$

理想点源和理想小面源在实验中是不存在的, 但对于螺旋锥形蒸发器和小舟等表面蒸发器可以分别按理想点源和理想小面源来考虑。

1.3.2 管形源。如图4所示, 当管形源的高度为20mm、直径为6mm时, 基衬 s 处膜层的厚度为

$$d(s)=d(o)\cos^4\theta$$

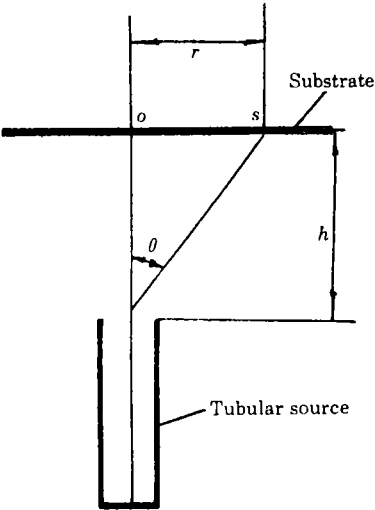


图4 管形源蒸发

Fig.4 Evaporation of a tubular source

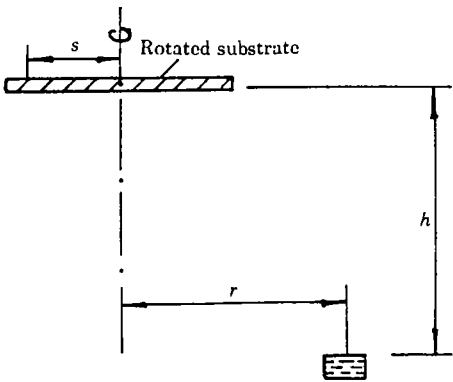


图5 衬底转动装置示意图

Fig.5 Schematic drawing of a rotating substrate setup

蒸发用料公式为

$$m = \pi r^2 d / (1 - \cos^3 \theta)$$

靶膜的均匀性为

$$d/d(o) = (1 + \cos^5 \theta) / 2$$

1.3.3 基衬转动。如果在薄膜沉积过程中基衬能转动(见图5),则蒸发用料公式为

$$m = 2\pi d / \{ (h^2 + r^2)^{-2} + (h^2 + r^2 + s^2) \cdot [(h^2 + r^2 + s^2)^2 - 4s^2 r^2]^{-3/2} \} h^2$$

2 离线控制

2.1 天平称重

将50 μm的Al箔切成2cm×3cm的小块,用乙醇清洗干净,在红外灯下烘烤30min后,用精密电子天平称出重量,并安放在待镀样品边上作为比较片。待真空沉积结束后,再次称重比较片,两次重量之差即为靶膜的总重量,再除以Al片的面积便得到靶膜的面密度。如果此值比预定值小,可进行第二次蒸镀,使靶膜达到预定厚度。

2.2 分光光度法

2.2.1 原理。当某一单色光通过膜层时,其强度会减弱,光强度减弱的程度和薄膜的面密度 d 符合比耳定律

$$\log(I_0/I) = k \cdot d \quad T = I/I_0 \quad d = \varepsilon \cdot A$$

式中, T 为透射率; I_0 和 I 分别为入射和透射光强度; k 和 A 分别为吸光系数和吸光度; ε 为比例常数。

从以上公式可以看出,对于某一波长的人射光,吸光度与膜的厚度成正比,只要先刻度出某一元素的 $d-A$ 曲线,就能用分光光度计测量和控制薄膜的厚度。

2.2.2 测量。将载玻片清洗干净,用分光光度计测出其吸光度 $A(\text{玻})$ 。然后将空白载玻片安放在待镀样品的旁边,蒸镀结束后,测出玻璃连同其上膜层的吸光度 $A(\text{玻}+\text{靶})$,最后按下式计算靶厚

$$d = \varepsilon \cdot [A(\text{玻}+\text{靶}) - A(\text{玻})]$$

2.3 α 测厚仪^[5]

2.3.1 原理。 α 粒子通过薄膜时产生的能量损失等效于它通过一段空气层的能耗,由此可计算出靶膜的厚度。若待测靶的密度为 ρ ,厚度为 ΔX ,质量阻止本领为 $[-(dE/dx)/\rho]$,等效空气层厚度为 ΔR ,空气的密度和阻止本领分别为 $\rho_{\text{空气}}$ 和 $[-(dE/dx)/\rho]_{\text{空气}}$,则

$$[-(dE/dx)/\rho] \cdot \rho \cdot \Delta X = [-(dE/dx)/\rho]_{\text{空气}} \cdot \rho_{\text{空气}} \cdot \Delta R$$

薄膜的质量厚度为

$$\rho \cdot \Delta X = S_m^{-1} \cdot \rho_{\text{空气}} \cdot \Delta R$$

式中, S_m 称作薄膜的相对质量阻止本领

$$S_m = [-(dE/dx)/\rho] / [-(dE/dx)/\rho]_{\text{空气}}$$

2.3.2 测量。先测出靶衬的等效空气厚度 $\Delta R(B)$,待衬底上沉积靶膜后,再测量衬底和靶膜的总等效空气厚度 $\Delta R(T+B)$ 。如果两次测量中空气的密度相同,则可求得靶膜的厚度

$$\rho \cdot \Delta X = S_m^{-1} \cdot \rho_{\text{空气}} \cdot [\Delta R(T+B) - \Delta R(B)]$$

为了测量自支撑靶的厚度和均匀性,需要在靶膜的不同位置测量若干点。设在第1、第

2、……、第*n*个位置测得的等效空气厚度分别为

$$\begin{aligned}\Delta R_1 &= (R_0 - R_1) + (N_0 - N_1)/K \\ \Delta R_2 &= (R_0 - R_2) + (N_0 - N_2)/K \\ &\vdots \qquad \qquad \qquad \vdots \\ \Delta R_n &= (R_0 - R_n) + (N_0 - N_n)/K\end{aligned}$$

靶膜的平均等效空气厚度为

$$\overline{\Delta R} = n^{-1} \sum_{i=1}^n [(R_0 - R_i) + (N_0 - N_i)/K]$$

靶膜的平均厚度为

$$\overline{\rho \cdot \Delta X} = S_m^{-1} \cdot \rho_{\text{空气}} \cdot \overline{\Delta R}$$

靶膜的不均匀性为

$$U = [N - n^{-1} \sum_{i=1}^n N_i] \cdot K^{-1} / \overline{\Delta R}$$

式中，*R*₀和*N*₀分别为无靶膜时探测器的位置 and 定标器的计数；*R_i*和*N_i*分别为靶膜位置*i*处所测得的探测器位置和定标器计数；*N*为*n*次测量中的最大值；*K*=d*N*/d*R*为射程曲线下降部分中央处斜率的绝对值。

3 讨 论

(1) 石英晶体膜厚计具有控制精度高、显示直观等优点，可应用于电阻加热、电子轰击和溅射等制靶方法中，是真空沉积过程中进行膜厚控制的主要方法。IL100型膜厚监控仪的测量精度可达0.1nm，但蒸发高熔点材料时，蒸发源的热辐射对测量结果有影响，应采取必要措施进一步减小误差。

(2) 算法控厚的优点是操作方便、不需要复杂的仪器。使用该法的前提是蒸发材料全部汽化，因此实际操作时应确保材料不跳出蒸发源也不剩下。此法适用于控制精度不高的实验，特别是蒸发距离小于4cm时，用算法控厚更方便。

(3) 离线控厚虽然是控制核靶厚度和均匀性的辅助手段，但在实际工作中，为减少废品和提高工作效率，在线控厚和离线控厚往往都是同时使用的。

参 考 文 献

- 1 张万河. 真空应用, 1984; 1(1):40
- 2 Xu Guoji. Nucl Instr Meth, 1989; A282:161
- 3 许国基. 关守仁, 罗兴华. 原子能科学技术, 1988; 22(3):340
- 4 Maier H J. IEEE Trans Nucl Sci, 1981; NS-28(2):1576
- 5 许国基, 孟祥金. 核技术, 1983; (2):61

Thickness control of nuclear targets

Xu Guoji Hao Xiuhong

(China Institute of Atomic Energy, Beijing 102413)

Abstract

The methods of thickness control of nuclear targets are introduced, including quartz crystal thickness monitor, balance weighing, alpha particle thickness gauge, spectrophotometer, theoretical calculation, etc.

Key words Nuclear target, On-line control, Quartz crystal thickness monitor, Weighing