

PRIMERJAVA METOD MERJENJA DEBELINE TANKIH PLASTI

Miha Čekada, Institut »Jožef Stefan«, Jamova 39, 1000 Ljubljana, Slovenija

Comparison of Methods for the Thin Film Thickness Measurement

ABSTRACT

In this paper methods for the thin film thickness measurement are briefly described. For each method the physical background and the measurement procedure is given as well as the thickness range, where the method is applicable. Also presented are the limitations on substrate and film type and the necessary equipment.

POVZETEK

V članku so na kratko opisane metode, s katerimi merimo debelino tankih plasti. Pri vsaki je opisano fizikalno ozadje in način merjenja ter podan obseg debeline, na katerem je metoda uporabna. Predstavljene so tudi omejitve glede na vrsto plasti in podlage ter potrebna oprema.

1 Uvod

Debelina tankih plasti je eden tistih parametrov, ki odločilno vpliva na večino lastnosti tankih plasti – od mehanskih, toplotnih in optičnih do električnih. Pri študiju lastnosti tankih plasti je zato njihova debelina ključni podatek. Ker za nekatere količine, npr. mikrotrdoto in adhezijo, ne obstaja enostavna zveza med to količino in debelino, je kontrola debeline še toliko bolj pomembna.

Za merjenje debeline tankih plasti ni univerzalne metode. Opisali bomo nekaj metod, ki se med sabo razlikujejo po uporabnosti za različne plasti, natančnosti, enostavnosti uporabe, debelini, kjer dobimo zadovoljivo natančnost, in na koncu seveda tudi po ceni. Nekatere metode zahtevajo posebej pripravljen vzorec, druge so destruktivne oz. uporabne le za določeno vrsto materialov (presojni, prevodni, feromagnetni itd.). Pri svojem delu bomo izbrali metodo, ki nam glede na vrsto sistema podlaga-plast najbolj ustreza, seveda v okviru naprav, ki jih imamo na voljo.

2 Metoda krogelnega obrusa

Za enostavno merjenje debeline trdih prevlek je najbolj uporabna metoda krogelnega obrusa, imenovana tudi kalotest (glej sliko 1). Na površini vzorca naredimo obrus z vrtečo se kroglico, premazano z diamantno pasto (gradacije nekaj desetnik μm do nekaj μm). Če je globina obrusa večja od debeline plasti, vidimo pod optičnim mikroskopom na mestu obrusa podlago, obdano s kolobarjem obrušene plasti. Če je r_1 polmer obrusa in x_1 globina na sredini, velja zveza:

$$x_1 = R - \sqrt{R^2 - r_1^2}$$

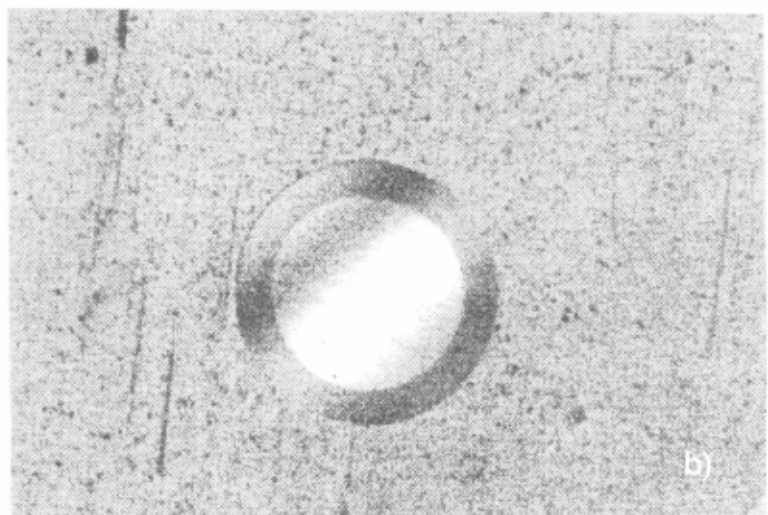
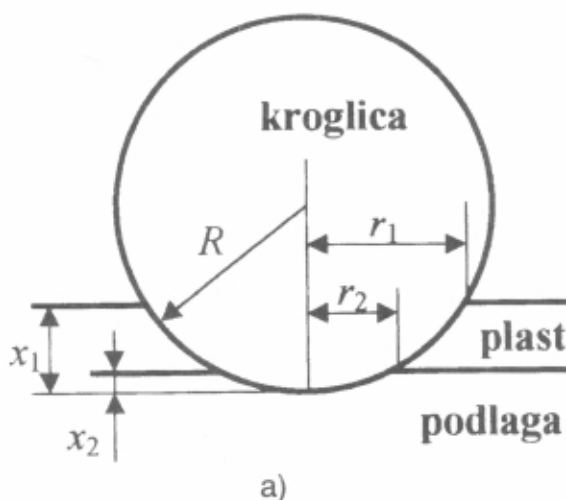
kjer je R polmer kroglice in obenem krivinski radij obrusa. Enaka zveza velja tudi za polmer vidnega dela obrusa podlage (brez plasti) r_2 in globino v podlagi x_2 . Debelina plasti, ki jo iščemo, je enaka razliki globin:

$$d = x_1 - x_2 = \sqrt{R^2 - r_2^2} - \sqrt{R^2 - r_1^2}$$

Ker je polmer obrusa veliko manjši od polmera kroglice, lahko desno stran enačbe razvijemo v vrsto in dobimo:

$$d = \frac{r_1^2 - r_2^2}{2R}$$

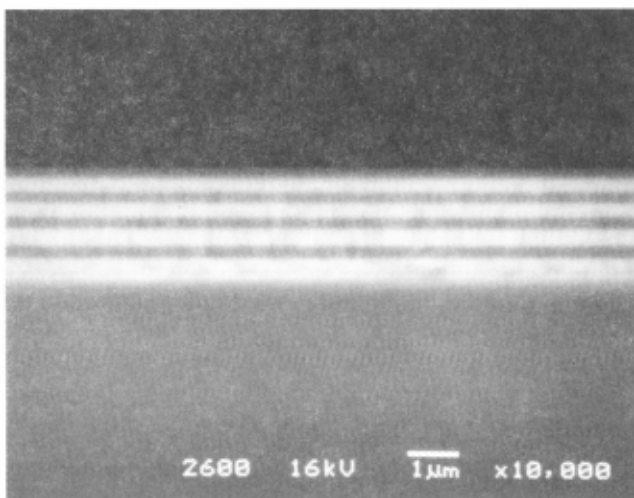
Prednosti metode so enostavnost in nizka cena, uporabna pa je za večino sistemov podlaga-plast (težave nastopijo edino, kadar imata podlaga in plast zelo podobno barvo in odbojnost). Med slabostmi je vsekakor treba povedati, da je metoda lokalno destruktivna, natančno pa jo lahko uporabimo le na gladkih ploskvah. K slabši natančnosti prispevajo tudi vibracije kroglice in morebitna razmazanost meje med podlago in plastjo. Metoda je uporabna za merjenje debelin med 0,5 in 50 μm .



Slika 1: Metoda krogelnega obrusa:
(a) skica prereza čez kroglico in vzorec, (b) pogled na realni obrus od zgoraj

3 Merjenje debeline plasti iz metalografskega obrusa

Če pripravimo metalografski obrus vzorca (le-tega pravokotno prerežemo, zbrusimo in spoliramo) ali pa ga prečno prelomimo, lahko na prerezu oz. prelomu pod mikroskopom odčitamo debelino plasti (glej sliko 2). Če je plast debela nekaj deset μm , zadostuje optični mikroskop. Pri tanjših plasteh pa moramo uporabiti vrstični elektronski mikroskop (SEM). Za preprečitev robnega efekta je priporočljivo obe polovici vzorca zlepiti na tisti strani roba, ki ga nameravamo opazovati. Pozoren je treba biti tudi na to, da pri brušenju ne zaobljimo robu. Metoda je natančna, zanimiva je še posebej, ker lahko direktno slikamo prerez vzorca, nam pa priprava vzame precej časa, še zlasti, če bomo uporabili SEM.



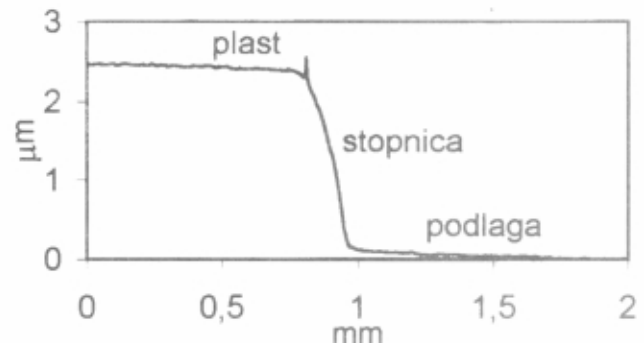
Slika 2: SEM-posnetek metalografskega obrusa večplastne strukture

4 Merjenje s profilometrom

Profilometer je naprava, ki z drsečo konico otipava obliko danega vzorca. Za merjenje debeline moramo vzorec posebej pripraviti: pred nanosom tanke plasti moramo del vzorca prekriti z masko ali kako drugače omejiti nanos plasti le na del površine. Namesto tega lahko del plasti tudi odjedkamo. Na tako pripravljene stopnice s profilometrom enostavno odčitamo debelino (glej sliko 3). Sama meritev je zelo enostavna in natančna, glavni slabosti pa sta visoka cena naprave in že omenjeno dejstvo, da moramo vzorec posebej pripraviti. Težavo predstavlja tudi končna širina stopnice in morebitna ukrivljenost vzorca zaradi notranjih ali termičnih napetosti, kar nam oteži natančen odčitek debeline plasti. Te težave so bolj izrazite pri debelejših plasteh (nad nekaj mikrometrov), metoda pa je navzdol omejena z natančnostjo profilometra. Pri najmodernejših napravah je to lahko le nekaj desetink nm. Če je plast premeška, jo lahko z diamantno konico profilometra poškodujemo in tako izmerimo premajhno vrednost.

Namesto profilometra lahko uporabimo tudi **mikroskop na atomsko silo** (AFM). Razlika je v tem, da ni neposrednega mehanskega stika med konico in po-

dlago, temveč merimo med njima atomsko silo. Meritev traja dalj časa, omogoča pa merjenje zelo majhnih debelin – do atomske ločljivosti. Kot pri merjenju s profilometrom nam težave povzroča nenatančna oblika stopnice ali ukrivljenost vzorca.



Slika 3: Primer meritve debeline s profilometrom

5 Merjenje s tehtanjem

Če imamo opravka z majhnimi vzorci, lahko debelino enostavno izmerimo z merjenjem mase. Vzorec tehtamo pred nanosom plasti in po njem ter iz znane površine izračunamo debelino plasti. Seveda je pogoj natančno poznanje gostote plasti. Pri tem je treba biti previden, saj se lahko gostota tankih plasti precej razlikuje od tabeliranih vrednosti za masivne materiale; ne samo zaradi morebitne poroznosti, ampak tudi zaradi popačenih mrežnih parametrov (notranje napetosti, ujete nečistoče, praznine). Adsorbirana voda in nečistoče tudi lahko pokvarijo natančnost meritve. Če dobro poznamo gostoto plasti, je natančnost določena z natančnostjo tehtnice (pri sodobnih mikrotehtnicah pod $1 \mu\text{g}$). Izračunani rezultat je povprečna debelina plasti na celém vzorcu.

Za in-situ merjenje debeline plasti uporabljamo **kremenovo mikrotehtnico**. V sistemu za nanos plasti imamo kristal kremen. Z rastjo plasti se večja masa kristala in s tem se spreminja tudi njegova lastna frekvenca. Debelino plasti tako določimo z merjenjem lastne frekvence kristala, seveda moramo poznati gostoto plasti. Zveza med majhno spremembo mase (dm) in frekvence (df) je linearna:

$$df \propto -f^2 dm$$

6 Rentgenska fluorescenčna metoda

Nasprotno od prej opisanih metod lahko z rentgensko fluorescenčno metodo izmerimo debelino nedestruktivno, brez predhodne priprave vzorca in neodvisno od njegove geometrije. Na površino vzorca usmerimo kolimiran snop rentgenske svetlobe (značilen premer curka je $100 \mu\text{m}$). Fotoni, navadno je njihova energija okrog 50 keV, vpadajo na vzorec in iz njegovih atomov izbijajo elektrone iz K- oz. L-lupin. Nastale praznine zapolnijo elektroni iz višjih lupin in pri tem izsevajo karakteristične fluorescenčne rentgenske žarke. S proporcionalnim števcem izmerimo spekter izhodnega

valovanja. Če imamo npr. plast cinka na železu, ustreza vrh pri 6,4 keV K-črti železa, vrh pri 8,7 keV pa K-črti cinka. Iz intenzitete obeh vrhov izračunamo debelino – spekter zelo tanke plasti bo pokazal predvsem signal železa, pri zelo debeli plasti pa pretežno signal cinka. Iz intenzitete vrha, npr. cinka (n), izračunamo normirano intenziteto (n_0 je intenziteta za masivni vzorec cinka):

$$X = \frac{n}{n_0}$$

Debelina ni v linearni zvezi z normirano intenziteto, odčitamo jo iz umeritvene krivulje. Če sta elementa v plasti in podlagi sosedna v periodnem sistemu, sta njuna vrhova blizu skupaj in ju težko ločimo. Če je v plasti več elementov z neznan sestavo, moramo oba podatka (debelino in atomsko razmerje) določiti iterativno.

Namesto rentgenskih žarkov lahko uporabimo β -sevalec. Zaradi različnega masnega števila Z atomov podlage in plasti se žarki β sipljejo z različno intenziteto. Če s preprostim števcem merimo intenziteto sipanega sevanja (n), lahko izračunamo normirano intenziteto:

$$X = \frac{n - n_s}{n_t - n_s}$$

kjer je n_s intenziteta gole podlage, n_t pa intenziteta zelo debele plasti.

7 Optične metode

Natančno lahko določimo debelino tudi z opazovanjem interference. Opisali bomo **Tolanskyjevo metodo**. Vzorec moramo posebej pripraviti: tako kot pri meritvi s profilometrom moramo omejiti nastanek plasti le na del podlage, poleg tega moramo na vzorec naporiti tanko plast (100 nm) aluminija ali srebra za boljšo odbojnost. Preko vzorca postavimo referenčno ploščo, imenujemo jo tudi Fizeaujeva plošča. Postavimo jo nad vzorec pod ostrim kotom, tako da plošča z vzorcem tvori zračni klin. V sistem posvetimo z monokromatsko svetlobo in če ima plošča na strani vzorca dovolj visoko odbojnost, dobimo v zračnem klinu veliko število odbojev in lahko opazujemo interferenco (glej sliko 4). Skozi okular opazujemo interferenčne črte, ki so na robu plasti premaknjene. Iz premika črt Δx in razdalje med črtami x izračunamo debelino plasti

$$d = \frac{\Delta x \lambda}{x \cdot 2}$$

Metoda je natančna, ne potrebujemo dragih naprav, toda postopek merjenja ni enostaven. Debelina ne sme biti večja od nekaj valovnih dolžin svetlobe, tako da je območje debelin, kjer je ta metoda uporabna, med 3 nm in 2 μ m.

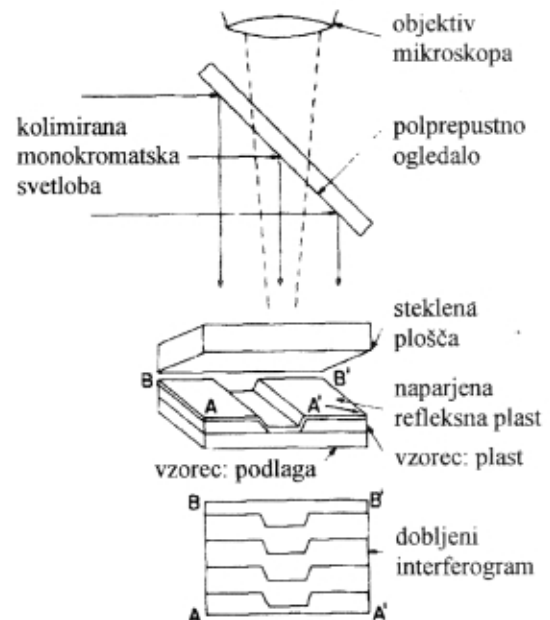
Če je plast presojna, stopnice ne potrebujemo. V tem primeru lahko izmerimo debelino vzorca brez predhodne priprave, treba pa je paziti na fazni zamik zaradi lomnega količnika plasti.

Debelino plasti lahko merimo tudi z **absorpcijo v plasti**, nanoseni na steklo ali kakšen drug prozoren

material. Svetlobni tok eksponentno pada z debelino plasti:

$$I/I_0 = e^{-\alpha d}$$

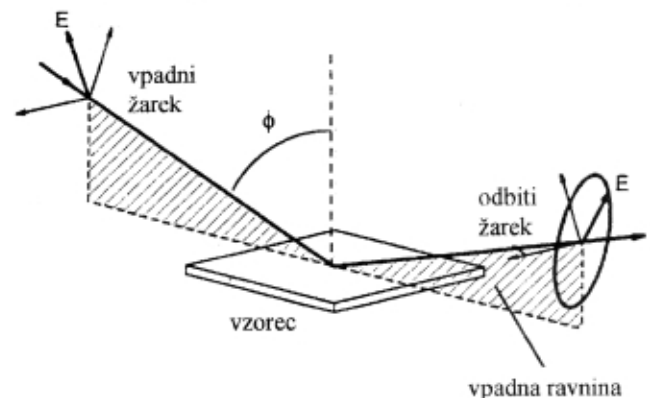
kjer je α absorpcijski koeficient. Obseg debeline, pri katerem je metoda uporabna, je odvisna od vrste snovi. Prepustnost svetlobe za kovine je že pri debelini 100 nm pod 1%. Pri neenakomerno debelih plasteh lahko dobimo popolnoma napačen rezultat.



Slika 4: Shema interferometričnega merjenja debeline po Tolanskem

Elipsometrija je pogosto uporabljena metoda za merjenje debeline presojnih plasti. Na vzorec posvetimo z eliptično polarizirano svetlobo pod danim kotom in merimo polarizacijo odbite svetlobe, ki je odvisna od debeline plasti in njenega lomnega količnika. Ker je odbita svetloba eliptično polarizirana, lahko izmerimo dve količini: zasuk polarizacijske ravnine in razmerje med polosema polarizacije. Če poznamo lomni količnik podlage, lahko iz Fresnelovih enačb izračunamo debelino plasti (glej sliko 5).

Poleg tega poznamo še nekaj metod, kjer iz spremembe spektra odbite oz. prepuščene svetlobe ali iz znanega lomnega količnika določimo debelino plasti.



Slika 5: Shema optične poti in polarizacije pri elipsometriji

8 Magnetne in električne metode

V uporabi sta dve magnetni metodi, s katerima merimo razdaljo med podlago in sondo (s tem posredno izmerimo debelino plasti). Obe sta precej odvisni od vrste podlage, hrapavosti površine in geometrije, zato ju moramo predhodno umeriti.

Z **magnetno-induktivno metodo** lahko merimo le debelino vzorcev, ki imajo neferomagnetno plast na feromagnetni podlagi. S sondo vzpostavimo magnetno polje frekvence nekaj sto Hz. Magnetno polje se v feromagnetni podlagi ojači, njegova vrednost v sondi pa je odvisna od razdalje med sondo in feromagnetno podlago, tj. debelina plasti.

Za merjenje debeline neprevodne plasti na prevodni, a neferomagnetni podlagi lahko uporabimo **metodo vrtilnih tokov**. Edina razlika z merjenjem po magnetno-induktivni metodi je v frekvenci vzbujanja magnetnega polja; pri tej metodi je v megaherčnem področju. V podlagi nastali vrtilni tokovi spremenijo impedanco tuljave v sondi, ta sprememba pa je prav tako odvisna od razdalje med prevodno podlago in sondo.

Debelino dielektričnih plasti na prevodni podlagi lahko določimo tudi z **merjenjem kapacitete**. Če na plast položimo kovinsko ploščo, smo sestavili preprost kondenzator in iz znane dielektričnosti plasti lahko izračunamo njeno debelino (kapaciteta kondenzatorja je obratno sorazmerna debelini dielektrika).

Debelino prevodne plasti na neprevodni podlagi lahko merimo **uporovno**, npr. s štiritočkovno sondo. Izmerjena plastna upornost je enaka kvocientu specifične upornosti plasti in njene debeline. Pri interpretaciji rezultatov je treba biti previden, saj je specifična upornost kovin in polprevodnikov močno odvisna od koncentracije nečistoč.

9 Sklep

V opisanem pregledu so prikazani načini merjenja debeline tankih plasti. Nekatere lahko brez večjih naporov in finančnih vložkov sami izvedemo. Precej metod je vezanih na nakup drage opreme, je pa tak sistem praviloma prilagojen na želeno aplikacijo. Vsekakor je treba biti pri vseh metodah pozoren na pravilno pripravo vzorcev. Prav tako je treba biti previden pri interpretaciji rezultatov in upoštevati dejavnike, ki bi lahko vplivali na natančnost meritve.

Literatura

- P.Neumeier, Metalloberfläche 44 (1990), 397-401
 E.Yanaki, Metal Finishing Oct. 1997, 33-35
 M.Ohring, The Materials Science of Thin Films, Academic Press, San Diego, 1992, 252-264
 W.A.Pliskin, S.J.Zanin v Handbook of Thin Film Technology (ur. L.I.Maissel, R.Glang), McGraw-Hill, New York, 1970, str.11-1 - 11-34

Tabela 1: Pregled metod merjenja debeline tankih plasti

metoda	območje	natančnost	potrebna oprema	opombe
krogelni obris	0,5–50 μm	<10%	elektromotor, optični mikroskop	destruktivna metoda
metalografski obris, prelom	>10 nm (SEM) / > 5 μm (opt.)	<3%	sistem za pripravo vzorcev, optični mikroskop / SEM	destruktivna metoda
profilometer	> nekaj desetink nm	<3%	profilometer	potrebna stopnica; plast ne sme biti premeška
mikroskop na atomsko silo	< nekaj μm	<3%	mikroskop na atomsko silo	potrebna stopnica
tehtanje	> nekaj nm	>1%	mikrotehnica	povprečna debelina; potrebno natančno poznanje gostote
rentgenska fluorescenca		±10%	rentgenski izvir, proporcionalni števec	podlaga in plast ne smeta vsebovati istih elementov
β-sevalec	0,1–50 μm	±5%	β-sevalec, števec	elementa v podlagi in plasti morata imeti dovolj različno vrstno število
interferometrija	1 nm–2 μm	nekaj nm	interferometer	potrebna stopnica in dodatna odbojna plast
absorpcija	<100 nm za kovine		izvir svetlobe, fotometer	presojna podlaga
elipsometrija	nekaj desetink nm – nekaj μm	<1%	izvir svetlobe, fotometer, polarizatorji	presojna plast
magnetno-induktivna			magnetna sonda	neferomagnetna plast, feromagnetna podlaga
vrtilni tokovi			magnetna sonda	dielektrična plast, prevodna podlaga
merjenje kapacitete			merilnik kapacitete	dielektrična plast, prevodna podlaga
uporovno merjenje	< μm		štiritočkovna sonda	prevodna plast, dielektrična podlaga