

УДК 539.216

ИЗМЕРЕНИЕ И КОНТРОЛЬ ТОЛЩИНЫ НАПЫЛЕННЫХ ТОНКИХ ПЛЕНОК МЕТОДОМ КВАРЦЕВОГО РЕЗОНАТОРА

А.С. СТЕПАНЯН, А.З. АДАМЯН

Ереванский государственный университет

(Поступила в редакцию 3 февраля 2004 г.)

Усовершенствован физический метод измерения толщины тонких пленок с помощью кварцевого резонатора. Сравнение предложенного варианта измерений с соответствующими теоретическими расчетами и измерениями, сделанными другими методами, показывает, что с его помощью можно измерять толщины от 1 до 1000 нм с точностью 0.1 нм.

1. Введение

В технологии напыления тонких пленок определение и контроль толщины осаждаемых пленок имеют очень большое значение. Существуют различные физические методы измерения этой толщины, например, методы измерения емкости и электрического сопротивления слоев, оптический, микровесов и др. [1], но метод кварцевого резонатора обладает лучшими характеристиками и применяется чаще [2].

Настоящая работа посвящена изучению возможности управления толщиной тонких пленок путем использования кварцевых резонаторов, причем метод несколько изменен. Если в традиционном методе используются два генератора – эталонный и измерительный, и измеряется разность их частот, получаемая с помощью смесителя, то здесь используется только один – измерительный генератор, и измеряется абсолютная величина его частоты. Обеспечение обработки данных и автоматизация процесса осаждения осуществляется с помощью компьютера, с использованием разработанных нами программных пакетов.

Известно, что резонансная частота кварцевого кристалла изменяется при изменении его массы. Кварцевый резонатор представляет собой разрезанную по специальному срезу АТ тонкую кварцевую пластину диаметром $0,8 \div 1,5$ см. Срез АТ уменьшает зависимость частоты кварца от температуры [3]. С обеих сторон кварцевой пластины выведены золотые или серебряные контакты для приложения электрического потенциала. Увеличение массы кварцевого кристалла, обусловленное напылением пленки на ту или другую поверхность, сопровождается смещением резонансной частоты. Измеряя раз-

ницу между начальной и конечной частотами кварцевого генератора, можно рассчитать толщину осажденной пленки.

2. Свойства кварцевого резонатора как датчика толщины

Рассмотрим физические основы предложенного метода. Известно [4], что основную резонансную частоту кварцевого резонатора можно представить в следующем виде:

$$f = \frac{N}{h}, \quad (1)$$

где h – толщина пластины, N – частотная постоянная, обусловленная срезом кристалла ($N=1,67 \cdot 10^6$ Гц·мм для среза АТ). Масса резонатора – $M = h\rho_k S_k$, где ρ_k – плотность кварца ($\rho_k = 2,65$ г/см³), S_k – площадь пластины. Очевидно, что при увеличении толщины кварца на Δh ($\Delta h \ll h$) его масса увеличивается на ΔM , а частота резонатора изменяется на Δf , при этом

$$\frac{\Delta f}{f} = -\frac{\Delta h}{h} = -\frac{\Delta M}{M} = -\frac{\Delta h f}{N} = -\Delta M \frac{f}{N\rho_k S_n}, \quad (2)$$

где S_n – площадь осажденной пленки, $\Delta M = \Delta h\rho_k S_k$ – изменение массы. Из (2) следует, что

$$\Delta f = -\frac{\Delta M f^2}{N\rho_k S_k} = -C_M \Delta M, \quad (3)$$

где величину $C_M = \partial f / \partial \Delta M = f^2 / N\rho_k S_k$ называют чувствительностью кристалла по массе [5]. Из выражения (3) следует, что чувствительность по массе не зависит от характера осажденной пленки, а определяется только параметрами кварцевого кристалла.

При изменении толщины осажденного покрытия Δh_n изменение массы равно $\Delta M = \Delta h_n \rho_n S_n$, где ρ_n – плотность тонкой пленки. Отсюда

$$\Delta f = -\frac{\rho_n S_n f^2}{N\rho_k S_k} \Delta h_n = -C_h \frac{S_n}{S_k} \Delta h_n, \quad (4)$$

где $C_h = f^2 \rho_n / N\rho_k$ – чувствительность по толщине.

Очевидно, что зависимость изменения частоты от Δh квазилинейна, если удовлетворяется условие $\Delta h \ll h$.

Опыты показывают, что значение Δf не должно превышать 5% от значения f . Это означает, что высокие частоты расширяют пределы измерений. С другой стороны, выбор сверхвысоких частот тоже нецелесообразен, потому что кварцевые пластины с резонансной частотой в этом диапазоне бывают очень тонкими, что связано со значительными трудностями при их эксплуатации [6]. Для проведения высокоточных измерений наиболее оптимальным является диапазон $4 \div 10$ МГц. Это ограничивает пределы измере-

ния толщины пленки сверху до $3 \div 5$ мкм, поскольку зависимость частоты от толщины пленки далее выходит за пределы отмеченной выше линейной зависимости.

3. Экспериментальные данные

В наших экспериментах использовались кварцевые кристаллы с резонансной частотой 8 МГц. Блок-схема метода измерения приведена на рис.1. Кварцевый резонатор помещался в специальную кассету с отверстием (центр отверстия совмещен с центром пьезоэлемента), через которое испаряемое вещество осаждалось на электрод пьезоэлемента датчика. Кассета помещалась в вакуумной напылительной установке рядом с подложками, на которые наносилась пленка с тем, чтобы на пьезоэлемент датчика и на подложки осаждалась пленка одинаковой толщины. Нами был разработан и собран специальный измерительный генератор, который обеспечивает малую мощность рассеивания резонатора [7]. За счет этого повышена стабильность генератора, что обеспечивает более точные измерения. Генератор, благодаря своим малым размерам и возможности работы в вакууме, устанавливается рядом с кварцевым датчиком (в отличие от традиционного метода размещения генератора вне объема камеры). Это дает возможность избежать использования длинных коаксиальных кабелей, соединяющих кварцевый датчик с генератором, которые снижают добротность последнего. Точность усовершенствованного нами генератора доведена до 107-%. К выходу генератора подключен частотомер ЧЗ-64, который измеряет частоту генератора с точностью 0,01 Гц. Данные частотомера вводятся в компьютер, который обеспечен соответствующими программными пакетами, разработанными нами, и определяет текущую толщину пленки. Управляющая программа контролирует процесс напыления, а также при достижении требуемой толщины выключает напылитель.

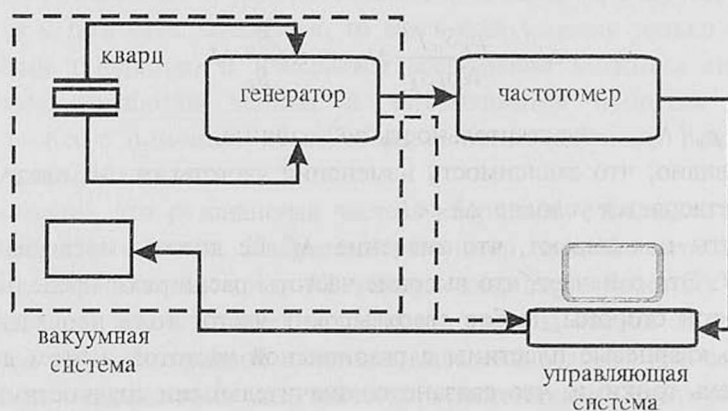


Рис.1. Блок-схема метода измерения.

Для получения точных результатов важной задачей является тепловая компенсация кварцевого генератора, поскольку резонансная частота кварцевого резонатора зависит от температуры. Чтобы снизить зависимость частоты генератора от температуры кристалла, нами применялись указанные ниже два способа одновременно. При этом был реализован теплокомпенсационный узел, который стабилизирует работу генератора в температурном диапазоне $-50 \div +90^\circ \text{C}$. И поскольку кварц при напылении нагревается в основном вследствие теплового излучения катодов и тигелей, напыление осуществлялось импульсным способом в установке ионно-плазменного распыления УРМЗ-279-040. Блок питания установки, обеспечивающий плазму, периодически включался и выключался с частотой около 1 Гц. В выключенное время измерялось изменение частоты. Этот цикл повторялся до достижения требуемой толщины. Это дало возможность отчасти избежать непрерывного теплового излучения кварца, а также напылять сверхтонкие пленки (порядка нескольких нанометров).

При контроле процесса напыления с помощью кварцевого резонатора были осаждены слои металлов различной толщины и сравнены с результатами измерений другими методами (методом интерферометрии, эллипсометрии, а также зондовым инструментом "Talystep", точность измерений которого достигает 5 нм). Результаты были сравнены также с теоретическими расчетами. На рис.2 приведены теоретические и экспериментальные кривые зависимости частоты от толщины напыляемых пленок. Опыты показали, что с помощью кварцевого резонатора можно измерять толщины от 1 до 1000 нм с точностью 0,1 нм. Экспериментально нами успешно напыляются металлические и оксидные пленки толщиной $1 \div 1000$ нм, которые применяются в различных тонкопленочных структурах, в том числе и в газовых датчиках.

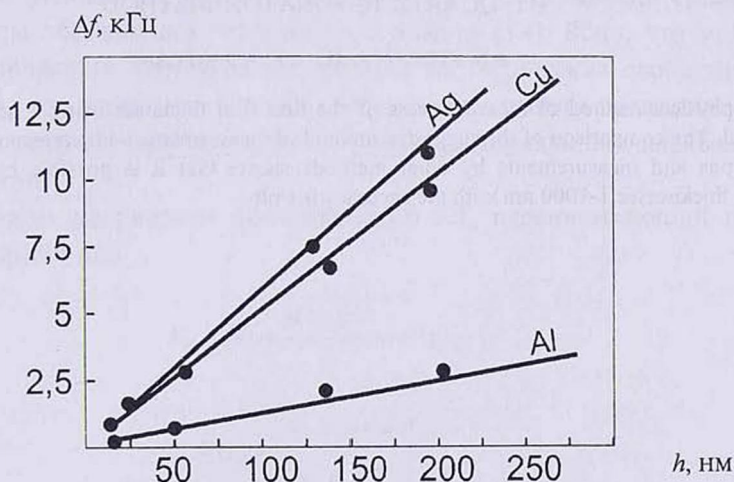


Рис.2. Зависимость частоты кварца от толщины осажденных пленок. Точками отмечены экспериментальные данные, полученные нами.

Авторы благодарят В.М.Арутюняна, З.Н.Адамяна, Р.С.Барсеяна и В.Н.Аветисяна за постановку задачи и обсуждение результатов. Работа выполнена в рамках проекта МНТЦ А-322.

ЛИТЕРАТУРА

1. Измерения и контроль в микроэлектронике. Под ред. А.А.Сазанова. М., Высшая школа, 1984.
2. G.G.Guilbault, S.S.Lu, A.W.Czadema. Application of Piezoelectric Quartz Crystal Microbalances. Elsevier, New York, 1984.
3. Технология тонких пленок. Справочник. Под ред. Л.Майссела, Р.Глэнга. М., Советское радио, 1977.
4. T.Nakamoto, T.Morizumi. Jpn. J. Appl. Phys., 29, 963 (1990).
5. Г.Б.Альтшуллер, Н.Н.Елфимов, В.Г.Шакулин. Кварцевые резонаторы. М., Радио и связь, 1984.
6. T.Nakamoto, Y.Suzuki, T.Morizumi. Sensors and Actuators, B84, 98 (2002).
7. J.Scroder, R.Borngraber, F.Eichelbaum, P.Hauptmann. "Sophisticated Interface electronics for QCM-s." In: Transducers 01 Eurosensors XV, 11th International Conference on Solid-State Sensors and Actuators, pp.104-107, Munich, Germany, 10-14 June 2001.

ՓՈՇԵՑՐՎՈՂ ԲԱՐԱԿ ԹԱՂԱՆԹՆԵՐԻ ՀԱՍՏՈՒԹՅԱՆ ՉԱՓՈՒՄԸ
ԵՎ ՂԵԿԱՎԱՐՈՒՄԸ ԿՎԱՐՑԱՅԻՆ ՌԵԶՈՆԱՏՈՐԻ ՄԵԹՈՂՈՎ

Ա.Ս. ՍՏԵՓԱՆՅԱՆ, Ա.Զ. ԱԴԱՄՅԱՆ

Կատարելագործված է կվարցային ռեզոնատորի միջոցով բարակ բաղաձայնների հաստության չափման ֆիզիկական մեթոդը: Առաջարկված չափման մեթոդի և համապատասխան տեսական հաշվարկների ու այլ մեթոդներով արված չափումների հետ համեմատությունները ցույց են տվել, որ առաջարկված մեթոդով կարելի է չափել 1-1000 նմ հաստություններ 0,1 նմ ճշտությամբ:

DEPOSITED THIN FILMS THICKNESS MEASUREMENT AND CONTROL BY QUARTZ RESONATOR METHOD

A.S. STEPANYAN, A.Z. ADAMYAN

A physical method of measurements of the thin film thickness using a quartz resonator is improved. The comparison of the suggested method of measurements with corresponding theoretical calculations and measurements by other methods shows that it is possible by our method to measure thicknesses 1-1000 nm with the accuracy 0,1 nm.