

ВИМІРЮВАННЯ ТОВЩИНИ ПЛІВОК

Для одержання високоякісних плівок з наперед заданими і повторюваними параметрами необхідно строго контролювати процес конденсації плівки. Вимірювання швидкості нарощування у процесі її напилення та контроль товщини тонкоплівкових шарів являє собою значну технічну трудність.

Різноманітність хімічного складу напилюваних матеріалів і різні способи, що застосовуються для їх випаровування, а також широкий діапазон потрібних швидкостей нарощування змушують використовувати методи вимірювання, основані на різних хімічних принципах.

До приладів, призначених для контролю швидкості нарощування плівки та її товщини, ставляться такі специфічні вимоги:

1. Мінімальна похибка при вимірюванні як швидкості нарощування, так і товщини плівки – порядку декількох процентів.
2. Висока надійність, стабільність у часі та незалежність показників від умов роботи.
3. Придатність для вимірювання товщини як металевих, так і діелектричних плівок.
4. Незмінність у широких діапазонах товщин чутливості датчиків.

Зараз детально опрацьовано багато систем визначення товщин плівок і швидкості нарощування, кожна з яких має свої переваги і недоліки порівняно з іншими. Вибір того чи іншого способу визначається конкретними умовами та фізичними властивостями плівок.

Опишемо деякі з найбільш поширених методик вимірювання товщин плівок.

Оптичні методи

Оптичні методи ґрунтуються переважно на явищах інтерференції. Наприклад, вимірювання товщини за методом “кольору тонкої плівки” базуються на інтерференції променів рівного нахилу на поверхні плоско-паралельної плівки. При визначенні товщини у процесі напилення у відбитих променях спостерігається колір контрольної пластини. Цим методом можна виміряти довільної товщини плівку аж до 1м. При використанні методу смуг рівного хроматичного порядку (РХП) інтерференційна картина спостерігається на паралельних пластинах з малим повітряним зазором. Процедура вимірювання розпадається на декілька операцій. Спочатку готують плоско-паралельні пластини і наносять досліджувану плівку на одну з пластин. При цьому частина пластини екранується шматком фольги. Після напилення фольгу знімають і на пластині утворюється прямокутна сходи́ни. Потім на цю пластину напилюють непрозорий шар срібла, що повторює початковий рельєф, а на іншу – напівпрозорий шар срібла. Пластини притискають одна до другої і освітлюють паралельним пучком білого світла. Інтерференційна картина, що утворюється у повітряному прошарку між пластинами, проектується лінзою на щілини спектрографа. У фокальній площині формуються дві системи ліній рівного хроматичного порядку.

Точність вимірювання 0,5 мм. Цей метод застосовується як калібрувальний до інших, посередніх методів.

Товщину плівки можна виміряти, визначаючи ступінь поглинання світла при проходженні через неї. Інтенсивність світла, що поглинулось, описується виразом:

$$I = I_0(-\exp(-4\pi kt/\lambda_0)) \quad (1)$$

де k – коефіцієнт поглинання; t – товщина плівки; λ_0 - довжина хвилі.

Однак I та I_0 повинні бути заміряні всередині середовища, що поглинає. Тому I_0 слід замінити на $(1-R)$, де R – коефіцієнт відбивання, який значно залежить від товщини.

Цим методом найкраще вимірювати товщину металевих плівок, він зручний для контролю товщини багат шарових покриттів.

Мікрозважування

Для вимірювань тонкопліткових покриттів користуються мікровагами різної складності їх пристроїв. Принципи, на яких засновані пристрої такого роду, дуже різноманітні:

1. а) згин тонкої стрічки, один з кінців якої нерухомий, а на інший поміщається тіло, що зважується;
2. б) розтяг тонких кварцових чи вольфрамових спіралей (пружинні терези);
3. в) скручування довгої тонкої нитки (крутильні терези);
4. г) магнітні підвіски;
5. д) системи підвісів на обертовій осі.

Найкращі результати дає використання в пристроях автоматичного балансування, оснований на дії електростатичних або електромагнітних сил, що виводять систему з рівноваги.

За допомогою мікрозважування можна проводити перевірку інших, посередніх методів контролю товщини.

Радіометричний метод

При використанні цього методу плівка, товщину якої потрібно виміряти, і контрольний зразок, виготовлений з того самого матеріалу, одночасно опромінюється в пучку α - або β - частинок. Товщина визначається через співвідношення утворених внаслідок опромінення активностей плівки і контрольного зразка.

Метод кварцового вібратора

Найбільш поширеним методом контролю процесу напилення в сучасних промислових установках для отримання тонких плівок став метод “кварцевого резонатора”, який вирізняється серед інших універсальністю та простотою проведення необхідних вимірів. Ним можна вимірювати як товщини плівок, так і швидкість нарощування плівок різних матеріалів - металів, діелектриків, напівпровідників. Перевага його полягає також у можливості контролю товщини та швидкості нарощування безпосередньо в процесі напилення.

В основі методу лежить вимірювання відхилення резонансної частоти кварцевого кристалічного резонатора, зумовленого зміною маси кварцової пластини.

При збільшенні маси пластини механічного резонатора, подібно до кристалу кварца, внаслідок нанесення речовини на його поверхню, резонансна частота зміщується. Можна показати, що

$$j_n^2 = j_{0n}^2 \frac{1}{1 + \frac{K_n \cdot 2m}{A\rho t}}, \quad (2)$$

де j_n та j_{0n} - резонансні частоти збуреного та незбуреного кристалу; t - товщина пластинки; ρ - густина покриття; m - повна маса, що нанесена на площу A ; K_n - постійна; n - порядок обертогу. Таким чином,

$$\frac{\Delta j}{j_{0n}} = -\frac{Km}{\rho At}, \quad (3)$$

і для основної частоти $n = 1$ маємо

$$\frac{m}{A} = -\frac{\rho t \Delta j}{K j} \quad (4)$$

Введемо постійну N , що визначається як $N = j \cdot t$,

$$\Delta j = -\frac{j}{t} \cdot \frac{K}{\rho} \cdot \frac{m}{A} = \frac{A^2 K m}{N \rho A} = C_j \frac{m}{A} \quad (5)$$

Тут C_j - постійна, що називається “масовою чутливістю” кристалу. Знак мінус показує, що приріст маси викликає зменшення резонансної частоти. На практиці для кожного кристалу кварцу величину C_j визначають експериментально.

Однак є інша можливість визначити залежність зсуву частоти від товщини плівки. Запишемо залежність між зсувом частоти і зміною маси кварцевого резонатора

$$\frac{\Delta j}{j_0} = \frac{\Delta m}{m_0} \quad (6)$$

Якщо маса напиленої плівки Δm , її густина ρ , площа, яку займає плівка на кварцовій пластині, S , то можна записати:

$$h = \frac{\Delta m}{\rho S} \quad \text{або} \quad h = \frac{m_0}{j_0 S} \cdot \frac{1}{\rho} \cdot \Delta j \quad (7)$$

На практиці зручно представити залежність товщини не від зсуву частоти, а від вимірюваної частоти кварцевого датчика. Оскільки $\Delta j = j_0 - j$, то після перетворень маємо:

$$h = \frac{m_0}{S\rho} - \frac{m_0}{j_0 S\rho} j \quad (8)$$

Отже, залежність $h = \varphi(t)$ є прямою з кутовим коефіцієнтом $\frac{m_0}{j_0 S\rho}$.

Пропорційність між зсувом частоти та масою покриття зберігається при зміщенні частоти Δj до 5% від основного значення. Точність методу визначається точністю вимірювання частоти та зсуву частоти і при застосуванні сучасної радіоапаратури може досягти часток процента. Практично точність вимірювань лімітується точністю визначення постійної C_j . Однак кварцові кристали дуже чутливі до зміни температури, що є основним джерелом помилок при визначенні товщини. Крім цього, певне значення має адгезія до кварцу матеріалу, що напилюється, оскільки при високих ($j \sim 10^7$ Гц) частотах відбувається самоочищення поверхні кварцової пластинки від бруду та сторонніх частинок.

Слід відзначити також, що густина плівок, знання якої необхідне для визначення товщини h , може відрізнитися від значення, властивого масивним зразкам. Це особливо проявляється при малих товщинах (порядку десятків ангстрем), де густина плівки – функція товщини. Метою лабораторної роботи є визначення товщини плівок “методом кварцового резонатора”.

Хід виконання роботи

1. Підготувати вакуумну установку для термічного напилення до роботи.
2. Зважити робочу пластинку кварцового резонатора. Виміряти частоту кварцового датчика частотоміром. Значення частоти записати після 10÷15-хвилинного прогріву генератора запуску та стабілізації температури повітря біля кварцового датчика.
3. Встановити датчик над випарником, відстань від випарника 7-10 см.
4. Закласти у випарник наважку з олова або срібла і провести термічне випаровування.
5. Після напуску повітря в установку виміряти значення частоти кварцового датчика і визначити за графіком товщину плівки.

Список літератури.

1. Данилин Б.С. Вакуумное нанесение тонких пленок. М., ”Энергия”, 1967.
2. Физика тонких пленок. Под ред. Г.Хасса и Р.Э.Туна. Т.3. М., “Мир”, 1969.

Контрольні запитання

1. Яким вимогам повинні відповідати пристрої для вимірювання товщини?
2. На яких принципах ґрунтуються оптичні методи контролю товщини і швидкості нарощування плівок?
3. В чому полягає радіометричний метод вимірювання товщини?

4. Яка точність у визначенні товщини плівок досягається у методі смуг РХП?
5. В чому полягають переваги методу “кварцевого резонатора” порівняно з іншими методиками вимірювання товщин і швидкості нарощування плівок?
6. Що спричиняє помилки у методі “кварцевого резонатора”?