

Katedra Fizyki Ciała Stałego Uniwersytetu Łódzkiego

Ćwiczenie 4

Wytwarzanie i pomiar grubości cienkich warstw metalicznych.

Cel ćwiczenia: Celem ćwiczenia jest wytworzenie metodą naparowywania termicznego i sputteringu, cienkich warstw metalicznych oraz pomiar ich grubości metodą interferencji dwuwiązkowej i wielowiązkowej.

Plan prac badawczych

1. Wytwarzanie cienkich warstw (progów i zwierciadeł) metodą naparowywania termicznego (PVD) na napyłarce **NP 501**. Grubości wytworzonych warstw zawierają się od 80 nm do 200 nm. Materiał z jakiego są wykonywane to: Cu lub Ag. Grubość zwierciadła odbijającego naniesiona na te warstwy pomiarowe (mające formę progów) wynosi około 50 nm (materiał Al lub Ag). Grubość warstwy półprzepuszczalnego zwierciadła, niezbędnego do pomiarów opisanych w punkcie 4, wynosi około 20nm (Al, Ag).
2. Wytwarzanie cienkich warstw (progów i zwierciadeł) metodą rozpylania jonowego na napyłarce *sputteringowej* **MED 020**. Badaną warstwę o grubości od 50 do 100 nm napyłamy na rysę wykonaną na podłożu węglowym (należy przygotować podłoże węglowe). Warstwę najczęściej wykonuje się miedzi (target Cu). Na naniesioną, tym sposobem, metaliczną rysę napyła się zwierciadło odbijające o grubości około 50 nm (Al lub Ag). Technika tą można również wykonać półprzepuszczalne zwierciadło o parametrach opisanych w punkcie 1.
3. **Interferencja dwuwiązkowa**. Metodą tą, pomiar grubości wytworzonych cienkich warstw, wykonuje się na **mikroskopie interferencyjnym Linnika**, dla różnych długości fal światła z zakresu widzialnego od 450 nm do 650 nm co 50 nm ustawianych monochromatorem H20UV Yobin Ivone. Dla danej długości fali pomiar należy wykonać w kilku punktach badanej warstwy, wynik uśrednić.

4. **Interferencja wielowiązkowa.** Metodą tą, pomiar grubości wytworzonych cienkich warstw, wykonuje się na odpowiednio przystosowanym **mikroskopie metalograficznym MET** z wykorzystaniem konstrukcji **kłina optycznego**. Pomiary wykonujemy dla różnych źródeł światła laserowego (laser półprzewodnikowy LD 670-5 $\lambda=674,1$ nm i laser neodymowy MLG03 $\lambda=532$ nm). Dla danej długości fali pomiar należy wykonać w kilku punktach badanej warstwy, wynik uśrednić.
5. Porównanie, otrzymanych w pomiarach obydwoma metodami wyników z wynikami z pomiaru grubości tych warstw metodą piezokwarcową.

Uwaga: Wszystkie szczegóły co do grubości i rodzaju użytych materiałów przy wykonywaniu cienkich warstw są indywidualnie ustalane z prowadzącym ćwiczenie.

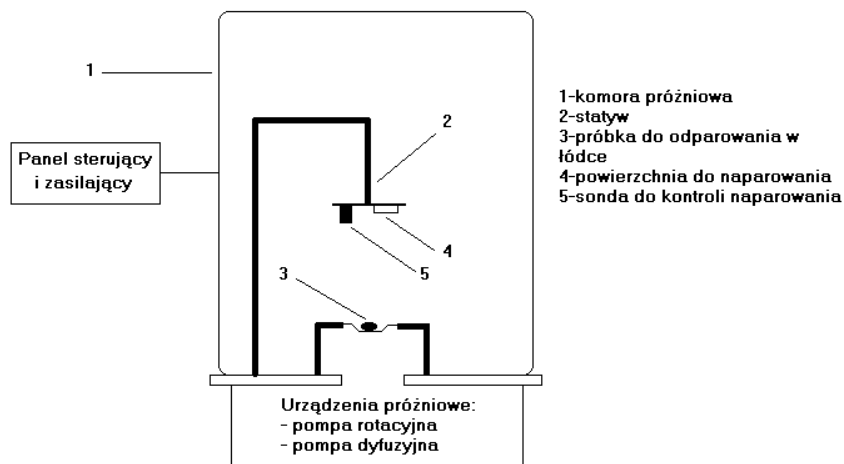
Wstęp teoretyczny

METODY WYTWARZANIA CIENKICH WARSTW STOSOWANE W ĆWICZENIU

Metoda termiczna.

W tej metodzie napyłany materiał jest odparowywany z molibdenowej łódeczki. Przez molibdenową łódeczkę (molibden charakteryzuje się wysoką temperaturą topnienia i dzięki temu nie uczestniczy w procesie odparowywania) płynie bardzo duży prąd, czego skutkiem jest rozgrzewanie się łódki wraz z położonym na niej materiałem. Następuje odparowywanie materiału. Cały proces odbywa się w próżni. Umieszczony w napyłarce piezokwarcowy element (sonda) pozwala kontrolować grubość warstwy powstającej w procesie napyłania.

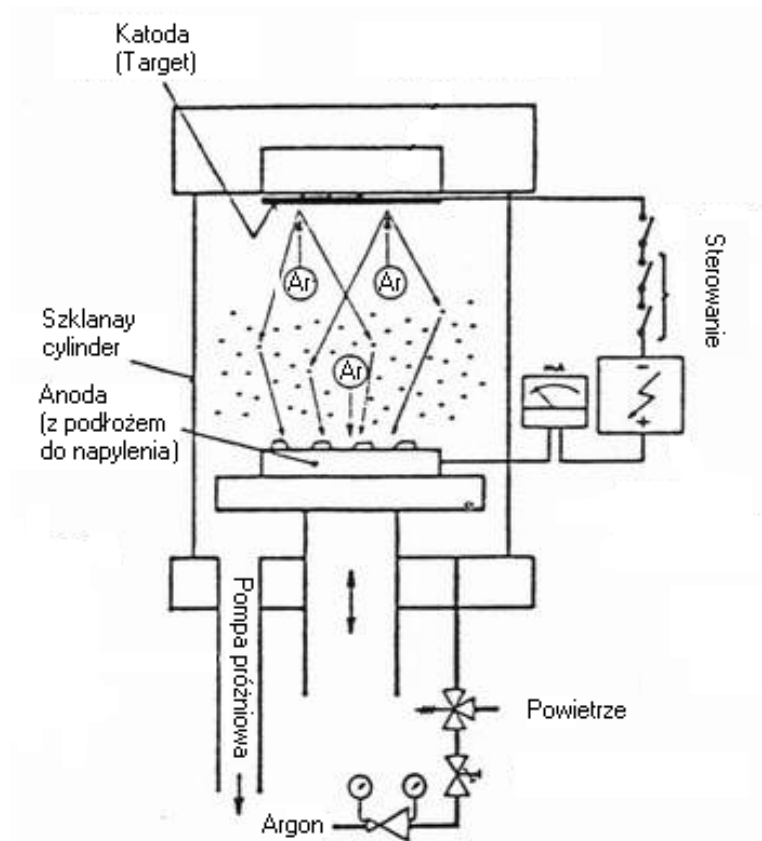
Schemat ilustrujący działanie napyłarki termicznej



Metoda rozpylania jonowego (*sputtering*)

W tej metodzie podłoże, na którym napyłamy warstwę jest umieszczone na stoliku na dnie komory reaktora, z której najpierw jest odpompowane powietrze, a następnie dozowany argon o niskim ciśnieniu. W górnej części komory umieszczony jest target z materiału, z którego chcemy wykonać warstwę. Target ten pełni jednocześnie rolę katody, a stół z podłożem-anody w układzie dwuelektrodowej diody jaką staje się komora reaktora po przyłożeniu napięcia o odpowiedniej polaryzacji (rozpylanie w układzie dwuelektrodowym, nazywane jest też często rozpylaniem diodowym: *DS – Diode Sputtering*). W rozrzedzonym argonie w komorze następuje wyładowanie jarzeniowe, w wyniku czego wysokoenergetyczne jony argonu podążając do katody-targetu rozpylają go. Wybite z materiału targetu atomy opadając, osadzają się na podłożu i napyłanych elementach. Szybkość napyłania i grubość nanoszonej warstwy jest kontrolowana przez umieszczony również na podłożu czujnik piezokwarcowy, w którym napyłany kwarc zmieniając swą częstość drgań własnych informuje nas o grubości nanoszonej warstwy.

Schemat ilustrujący działanie napyłarki jonowej (*sputteringowej*)

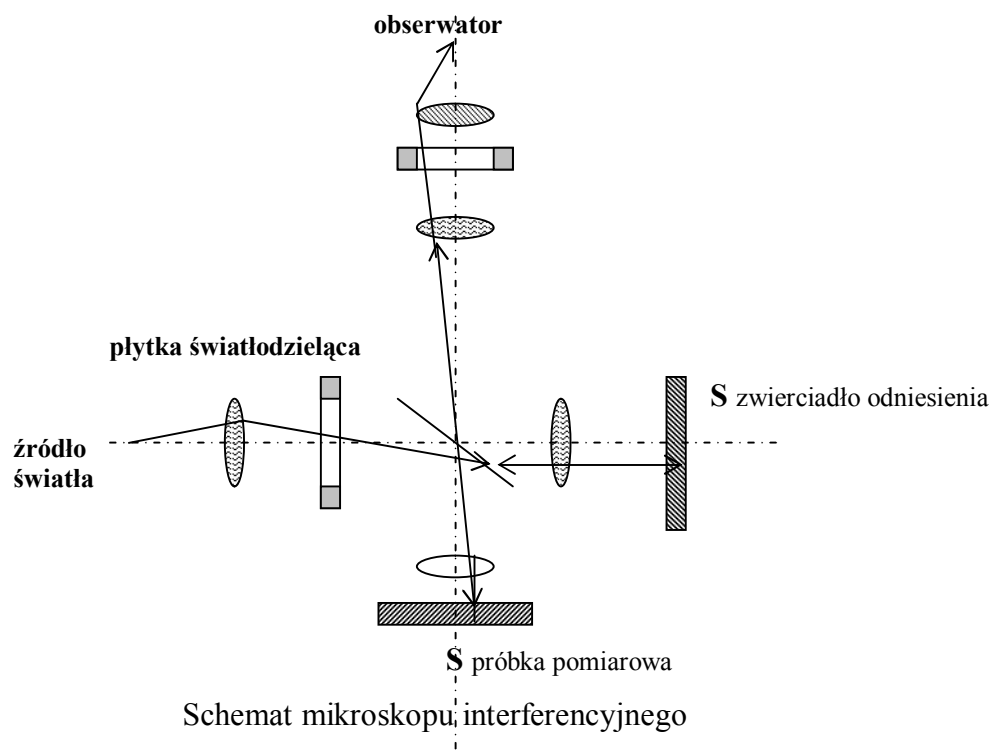


METODY POMIARU CIENKICH WARSTW STOSOWANE W ĆWICZENIU

Metoda dwuwiazkowa

W interferencji dwuwiazkowej (dwupromieniowej) wykorzystujemy układ interferometru Michelsona.

Schemat ideowy mikroskopu metalograficznego z zamontowanym interferometrem Michelsona, zwany od nazwiska konstruktora, mikrointerferometrem Linnika przedstawia poniższy rysunek:



Interferencja zachodzi w klinie wirtualnym między dwoma zwierciadłami S. W takim układzie można uzyskać równość natężeń obu wiązek odbitych.

Jeżeli na jednej powierzchni ograniczającej klin interferencyjny, czyli na powierzchni jednego ze zwierciadeł (niech to będzie próbka pomiarowa) w mikrointerferometrze, wystąpi nierówność, wówczas uwidoczni się to w przesunięciu prążków interferencyjnych.

Mikroskop jest wyposażony w źródło światła monochromatycznego o regulowanej długości fali.

W przypadku interferencji dwupromieniowej natężenie światła odbitego wyraża się wzorem:

$$J = J_0 + J_1 + 2\sqrt{J_0 \cdot J_1} \cos \frac{2\pi}{\lambda} \sigma$$

gdzie:

J_0 – natężenie odbitej wiązki zerowej,

J_1 – natężenie odbitej wiązki pierwszego rzędu,

$\sigma = 2nd \cos \vartheta$ – oznacza różnicę dróg optycznych obu wiązek,

przy czym

n – współczynnik załamania warstwy interferencyjnej,

d – grubość warstwy interferencyjnej,

λ – długość fali w warstwie.

Powyższy wzór można zapisać w postaci:

$$J = J_0 + J_1 + 2\sqrt{J_0 \cdot J_1} \cos 2\pi p$$

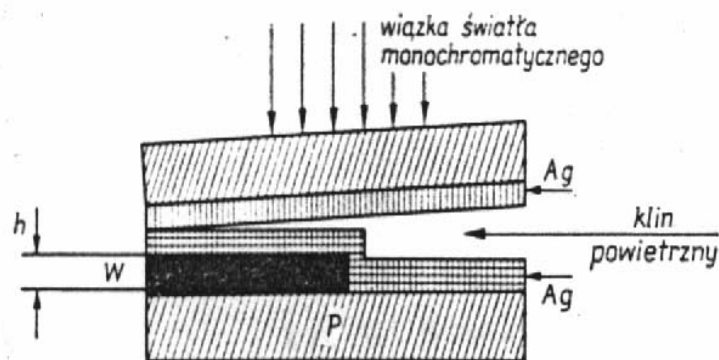
gdzie:

$p = \frac{\sigma}{\lambda}$ – rząd interferencji.

W przypadku interferencji równej grubości rząd interferencji zależy wyłącznie od grubości warstwy. Jeżeli warstwa interferencyjna przyjmie kształt klina i grubość warstwy będzie się zmieniać liniowo, to natężenie światła odbitego, pozostając oscylacyjną funkcją rzędu interferencji będzie się zmieniać periodycznie wzdłuż powierzchni warstwy w kierunku prostopadłym do krawędzi klina, czyli będzie obserwować prążki interferencyjne równej grubości.

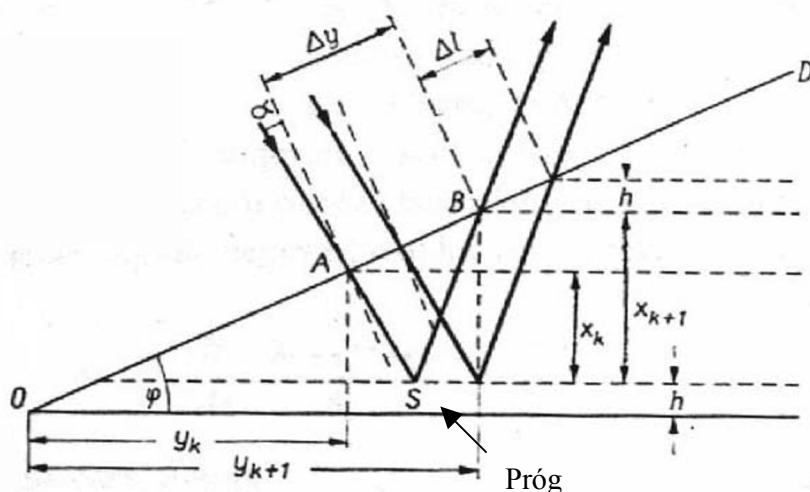
Metoda wielowiązkowa

W metodzie tej tworzy się z badanej warstwy i zwierciadła półprzepuszczalnego klin powietrzny w sposób przedstawiony na rysunku:

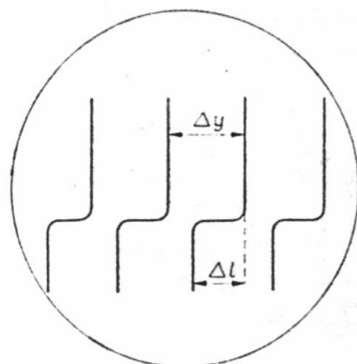


Na podłoże szklane (**P**) nakłada się badaną cienką warstwę w ten sposób aby powstał uskok (próg) o grubości h . Warstwę pokrywamy srebrem lub innym metalem, który równomiernie naporowany zmienia grubości progu.

Klin powietrzny, w którym zostają wytworzone prążki (tzw. prążki Fizeau) uzyskujemy przez nałożenie pod małym kątem drugiej płytki półprzezroczystej. Sposób złożenia płytek ilustruje rysunek. Światło padając niemal prostopadle na półprzezroczystą warstwę srebra przechodzi do klina powietrznego utworzonego pomiędzy półprzezroczystą warstwą i całkowicie odbijającą warstwą srebra z uskokiem. Warunki interferencji promieni w takim klinie oraz obraz powstałych prążków ilustrują poniższe rysunki:



Ilustracja przesunięcia (uskoku) prążków interferencyjnych na granicy cienkiej warstwy.



Jeżeli badana warstwa posiada grubość h to uskok odbijającej warstwy srebra, położonej na cienkiej warstwie, jest także równy h . Półprzezroczysta warstwa srebra jest bardzo cienka

i padające na nią niemal prostopadle światło przechodzi do klina powietrznego praktycznie bez zmiany kierunku. Promienie świetlne przechodzące do klina powietrznego, po odbiciu od nieprzezroczystej warstwy srebra, interferują na nachylonej płaszczyźnie **OD** klina z promieniami padającymi na płaszczyznę. Prążki interferencyjne jednakowej grubości powstają na płaszczyźnie **OD**. Zgodnie z biegiem promieni interferencyjnych, przedstawionym na rysunku, na którym uwzględniono efekt uskoku w tworzeniu prążków interferencyjnych możemy napisać następującą zależność:

$$\frac{h}{\Delta l} = \frac{x_{k+1} - x_k}{\Delta y}$$

Korzystając:
$$x_{k+1} - x_k = \frac{\lambda}{2 n_o \cos \beta}$$

Otrzymujemy:
$$h = \frac{\lambda_o \Delta l}{2 n_o \Delta y \cos \beta}$$

Δl – oznacza wartość uskoku, który odczytujemy z układu prążków. Podobnie z układu prążków odczytujemy Δy .

Z dostatecznie dobrym przybliżeniem możemy przyjąć $n_o \approx 1$, a ponieważ $\beta \approx 0$ więc grubość mierzonej warstwy badanej tą metodą przedstawia zależność

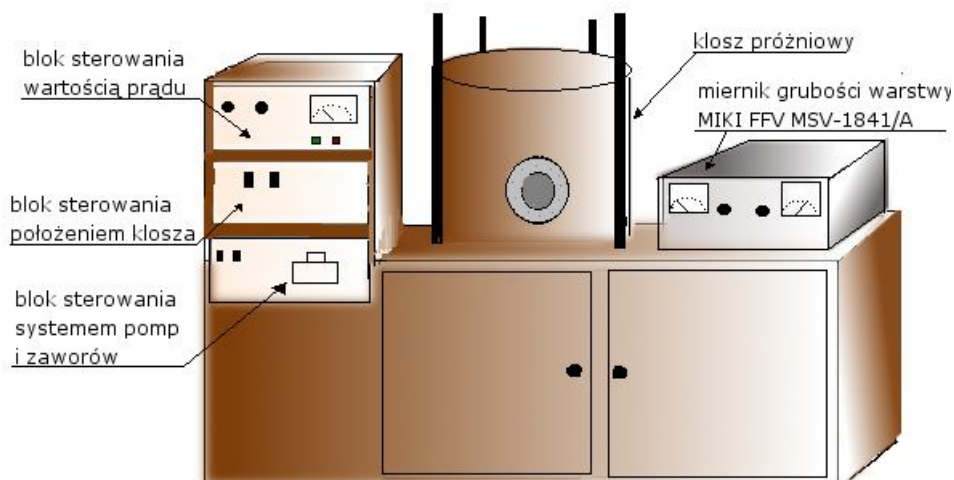
$$h = \frac{\lambda}{2} * \frac{\Delta l}{\Delta y}$$

h – grubość mierzonej warstwy, λ – długość fali padającego światła nm

Metodyka pomiarowa

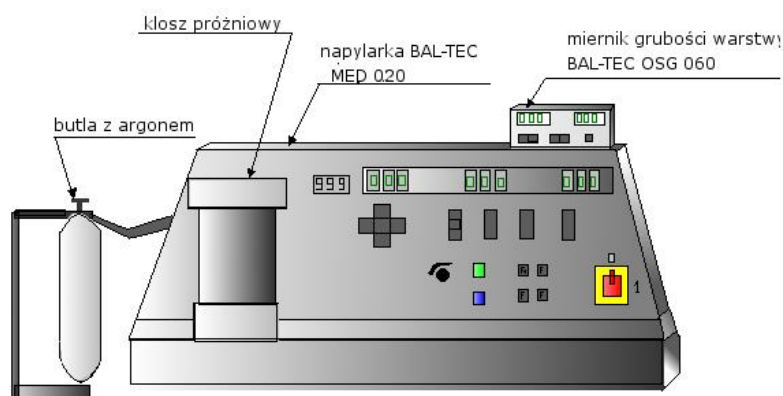
Wykonanie cienkiej warstwy w napyłarce termicznej polega na umieszczeniu odpowiednio oczyszczonego szkiełka mikroskopowego, stanowiącego podłoże warstwy, w komorze napyłarki. Część tej płytki przesłania się mikroskopowym szkiełkiem nakrywkowym w celu uzyskania, w procesie napyłowania warstwy, uskoku. Po zakończeniu napyłania badanej warstwy, usuwamy szkiełko nakrywkowe, a na całą płytkę наносimy warstwę zwierciadlaną, dobrze odbijającą światło.

Ogólny widok napyłarki termicznej NP 501



Wykonanie cienkiej warstwy w napyłarce jonowej jest bardziej czasochłonne.

W pierwszej fazie płytkę szklaną (szkiełko mikroskopowe) pokrywa się warstwa węgla amorficznego (sadza). Warstwę sadzy utrwala się niewielką ilością alkoholu, a następnie wykonuje się w niej ostrym narzędziem kilka równoległych cienkich rys. Na tak spreparowane podłoże nanosi się, metodą *sputtering*, badaną warstwę. Płytkę wraz z napyłonymi warstwami (cienkie rysy) umieszcza się w płuczce ultradźwiękowej w celu usunięcia pozostałej pokrywy z sadzy. W rezultacie otrzymuje się na płytce „paseczki” badanej cienkiej warstwy. Kończącą czynnością po tym oczyszczeniu jest napylenie warstwy zwierciadlanej, dobrze odbijającej światło.



Metoda interferencji dwuwiazkowej (pomiar na mikrointerferometrze Linnika)



Mikrointerferometr Linnika MII-4

Opis działania

W interferometrze wiązka świetlna wychodząca z otworu przysłony, umieszczonej w ognisku soczewki (kolimatora), pada na płytkę światłodzielącą i dzieli się na dwie wiązki: przechodzącą i odbitą. Pierwsza z nich służy za wiązkę odniesienia, pada bowiem na zwierciadło wzorcowe odbijając się od niego bez zaburzeń fazowych. Natomiast druga spełnia rolę wiązki przedmiotowej, gdyż pada na badaną powierzchnię i po odbiciu od niej nakłada się, po przejściu przez płytkę światłodzielącą, z wiązką odniesienia, odbitą od tej płytki. Obydwie wiązki interferują ze sobą, dając obraz interferencyjny badanej powierzchni obserwowany za pomocą okularu. Jeśli powierzchnia fali odniesienia po odbiciu od płytki światłodzielącej jest równoległa do czoła fali przedmiotowej, to uzyskuje się interferencję jednorodną i wszelkie nieregularności badanej powierzchni objawiają się w postaci zmiany jasności lub barwy jednorodnego pola interferencyjnego. W przeciwnym razie, gdy wspomniane powierzchnie falowe nie są względem siebie równoległe, to powstaje pole interferencyjne prążkowe. Nieregularności powierzchni objawiają się wówczas w postaci zniekształceń prążków interferencyjnych. W mikrointerferometrze tym jest wykorzystana zasada typowego interferometru Michelsona.

Pozwala on na pomiary mikronierówności powierzchniowych w zakresie od 1 do 0,03 μm .

Pomiary grubości warstwy

Pomiar grubości warstwy opiera się na pomiarze uskoku w prążku oraz odległości dwóch kolejnych prążków. Grubość warstwy H określa się ze wzoru

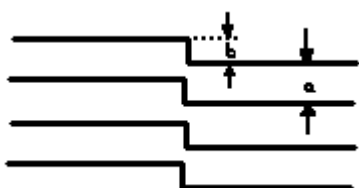
$$H = \frac{b \lambda}{a 2}$$

gdzie:

a – odległość między prążkami,

b – wielkość przesunięcia prążków,

długość fali świetlnej.



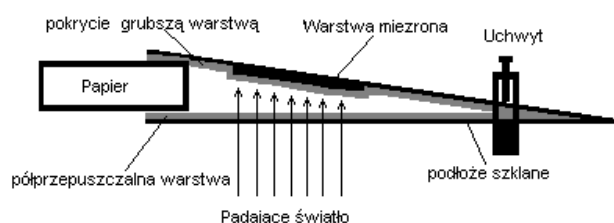
Pomiary przeprowadzamy dla różnych długości fal z zakresu widzialnego światła uzyskiwanych z monochromatora H20UV Yobin Ivon (patrz pkt.3 Plan prac badawczych), dla wszystkich napylonych wcześniej cienkich warstw.

Na podstawie pomiarów wykonujemy, wyznaczony metodą najmniejszych kwadratów, wykres prostej

$$y = mx$$

gdzie: $y = b/a$ (a , b to pomierzone odpowiednie odległości prążków interferencyjnych w jednostkach względnych), $x = l/\lambda$ (λ jest długością fali światła) Grubość badanej warstwy odczytujemy z nachylenia prostej na tym wykresie. Otrzymany tą metodą wynik porównujemy z pomiarem metodą piezokwarcową.

Metoda interferencji wielowiązkowej (pomiar na mikroskopie MET z klinem powietrznym)

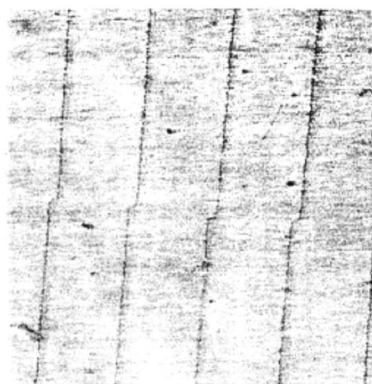


Powietrzny klin optyczny-praktyczna realizacja w ćwiczeniu

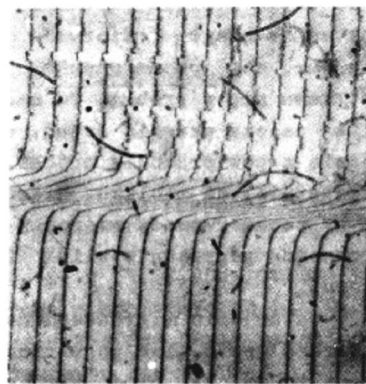
Obraz prążków interferencji wielopromieniowej (prążki Fizeau) obserwowany dla warstwy:

o grubości $d < \lambda/2$

o grubości $d > \lambda/2$



a



b

Pomiary wykonujemy w analogiczny sposób jak w metodzie interferencji dwuwieżkowej, ale tylko dla dwóch długości fal światła (laser półprzewodnikowy LD 670-5 $\lambda=674,1$ nm i laser neodymowy MLG03 $\lambda=532$ nm).

Literatura :

- [1] C. Wesółowska (red.); Ćwiczenia laboratoryjne z fizyki cienkich warstw Skrypt Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 1975, rozdz. 1 i 2.
- [2] L.I. Maissel, R. Glang (eds.); Handbook of Thin Film Technology, McGraw-Hill, New York, 1970 (lub w jęz. ros. Technologia tonkich plenok, Moskwa 1977).
- [3] A. Wagendristel, Y. Wang ; An Introduction to Physics and Technology of Thin Films, World Scientific, Singapore 1994.
- [4] J. Groszkowski; Technika wysokiej próżni, WNT, Warszawa 1972.
- [5] Hałas; Technologia wysokiej próżni, PWN, Warszawa 1980.
- [6] Chih Shun Lu, O. Lewis, J.Appl.Phys., 11 (1972) 4383.
- [7] A. Piegari, E. Masetti; Thin Film Thickness Measurement: a comparison of various techniques, Thin Solid Films, 124 (1985) 249-257.
- [8] Nota aplikacyjna "Thin Films" f-my Splindler & Hoyer.
- [9] M. Pluta; Mikroskopia optyczna, rozdz.14.6 - Mikrointerferencyjne pomiary cienkich warstw, str.741-758, PWN, Warszawa 1982.
- [10] D.M. Mattox; Thin Solid Films, 124 (1985) 3 - 10.

Instrukcje obsługi aparatury:

Instrukcja obsługi napyłarki NA-501P

Instrukcja obsługi napyłarki MED 020

Instrukcja obsługi mikroiinterferometru MII-4.

Aneks: Instrukcja obsługi monochromatora H20UV

Uwaga: Obroty ręczne pokrętkiem umieszczonym na korpusie monochromatora dopuszczalne są tylko przy wyłączonym sterowniku !

(Ręcznie można ustawiać długość fali tylko w wypadku gdy sterownik jest wyłączony).

1. Włączyć układ sterownika. Włącznik sieciowy układu znajduje się na tylnej ścianie układu (biały klawisz).
2. Wyczyścić rejestr - przycisk **CLR**.
3. Wcisnąć przycisk **Λ** . Zapisać w rejestrze aktualną, odczytaną z licznika na obudowie monochromatora, długość fali dla jakiej jest aktualnie ustawiony monochromator.
4. Ustalić górną (najdłuższą) granicę długości fali, dla której będzie przeprowadzany pomiar. W tym celu wcisnąć **$\Lambda 2$** i wpisać w rejestr żadaną długość fali.
5. Ustalić dolną (najkrótszą) granicę długości fali, dla której będzie przeprowadzany pomiar. W tym celu wcisnąć **$\Lambda 1$** i wpisać w rejestr żadaną długość fali.
6. Ustawić planowaną szybkość automatycznego „przemiatania” zakresu długości fal od **$\Lambda 1$** do **$\Lambda 2$** . W tym celu wcisnąć przycisk **SPD** i wpisać w rejestr żadaną szybkość (najczęściej używana wartość to 50.0).
7. Sprowadzić monochromator do początku ustawionego zakresu (najkrótsza długość fali światła) ustalonej skali **$\Lambda 1$** . W tym celu wcisnąć przycisk **REV** (do tyłu) – „przemiatanie” w kierunku malejących λ .
8. Wcisnąć przycisk **FWD**. Sterownik będzie zmieniał (z ustaloną w pkt. 6) aktualną długość fali w kierunku rosnących długości fal λ .
9. W momencie osiągnięcia żądanej długości fali (obserwować wyświetlane wartości na rejestrze) należy zatrzymać „przemiatanie” czerwonym przyciskiem **STP**.
10. Tak wybrana długość fali światła będzie przepuszczana przez monochromator.