



Получено: 14.03.2023 г. | Принято: 20.03.2023 г. | DOI: <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2023.16.2.124.129>

Научная статья

КОСВЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТОЛЩИНЫ ТОНКИХ ПЛЕНОК МЕТАЛЛОВ ПО ИНТЕРФЕРЕНЦИОННОМУ ЭФФЕКТУ НА ПЛЕНКАХ СЕЛЕНА

А.В.Смирнов, инженер, ORCID: 0000-0003-2424-8142 / fizteh21@yandex.ru

Аннотация. Рассмотрены методики определения толщин тонких пленок металлов. Синтезированы тонкие пленки аморфного селена, серебра и слоев серебра на пленке из селена. На УФ-спектрофотометре сняты спектры оптического пропускания. Предложена методика определения толщины тонких пленок металлов по интерференционному эффекту в некотором диапазоне толщин пленок селена. Проведены соответствующие вычисления.

Ключевые слова: тонкопленочные системы, пленки селена, пленки металлов, серебро, интерференционные максимумы, спектрофотометрия

Для цитирования: А.В. Смирнов. Косвенный метод определения толщины тонких пленок металлов по интерференционному эффекту на пленках селена. НАНОИНДУСТРИЯ. 2023. Т. 16, № 2. С. 124–129. <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2023.16.2.124.129>

Received: 14.03.2023 | Accepted: 20.03.2023 | DOI: <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2023.16.2.124.129>

Original paper

DETERMINATION OF THIN METAL FILMS THICKNESS BY INDIRECT METHOD USING THE INTERFERENCE EFFECT

A.V.Smirnov, Engineer, ORCID: 0000-0003-2424-8142 / fizteh21@yandex.ru

Abstract. Methods for determining of thin metal films thicknesses are considered. Thin films of amorphous selenium, silver and silver layers on a selenium film are synthesized. Optical transmission spectra were taken on a UV-spectrophotometer. A technique of thin metal films preparing based on the interference effect on certain thicknesses of selenium films is proposed. The appropriate calculations have been made.

Keywords: thin-film systems, selenium films, metal films, silver, interference maxima, spectrophotometry

For citation: A.V. Smirnov. Determination of thin metal films thickness by indirect method using the interference effect. NANOINDUSTRY. 2023. V. 16, no. 2. PP. 124–129. <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2023.16.2.124.129>

¹ Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Чувашский государственный университет имени И.Н. Ульянова", Чебоксары, Россия / The Federal State Educational Establishment of Higher Professional Education "The Chuvash state university named after I. N. Ulyanov", Cheboksary, Russia



ВВЕДЕНИЕ

Тонкие пленки – тонкие слои материала, толщина которых находится в диапазоне от долей нанометра (многоатомного слоя) до нескольких микрон. Интерференция света – перераспределение интенсивности света в результате наложения нескольких когерентных световых волн. Современные тенденции в развитии тонкопленочных технологий и полупроводниковой индустрии неизбежно ведут к уменьшению характерных размеров создаваемых структур. Это предъявляет повышенные требования к аналитическим средствам контроля параметров слоистых структур в процессе их производства: состава слоев, кристаллического совершенства материалов и, в первую очередь, их геометрических характеристик – толщин слоев. В данной работе рассматривается вопрос применения интерференционного эффекта в оценке толщин пленочных структур.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Измерение толщины пленки в процессе вакуумного напыления контролируется с помощью кварцевого резонатора.

Измерение толщины пленок в микроэлектронике после стадии осаждения измеряются следующими методами:

- эллипсометрический метод;
- измерение ступеньки (граница между напылением и подложкой) на атомно-силовом микроскопе;
- рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия и рефлектометрия;
- интерференционные методы;
- различные спектрофотометрические методы и др.

Разработанная на основе этих методов аналитическая аппаратура позволяет измерять толщину пленок от единиц (и даже менее) нанометров до сотен нанометров (и более). Недостатком методов является их дороговизна и относительная технологическая сложность.

Эллипсометрический метод исследования заключается в следующем: на исследуемый образец падает плоско поляризованная волна, которая после отражения становится в общем случае эллиптически поляризованной. Параметры эллипса поляризации, то есть ориентация его осей и эксцентриситет, определяются оптическими свойствами отражающей структуры и углом падения света. В эксперименте измеряется отношение комплексных коэффициентов отражения для двух типов

INTRODUCTION

Thin films are thin layers of material ranging in thickness from fractions of a nanometre (multi-atom layer) to a few microns. Interference of light is redistribution of light intensity because of superposition of several coherent light waves. Modern trends in thin-film technology and semiconductor industry are inevitably leading to decrease in size of the structures. This leads to increased requirements for analytical tools to control the parameters of layered structures during their production: layer composition, crystalline perfection of materials and, especially, their geometrical characteristics – layer thicknesses. This paper considers the use of the interference effect in film structures thickness estimation.

RESEARCH METHODS

Film thickness measurements during vacuum deposition process are controlled using a quartz resonator.

Film thickness measurements in microelectronics after deposition stage are measured using the following methods:

- ellipsometric method;
- step measurement (sputtering-substrate interface) on an atomic force microscope;
- X-ray photoelectron spectroscopy and reflectometry;
- interference methods;
- various spectrophotometric methods, etc.

The analytical apparatus developed based on these methods makes it possible to measure film thicknesses from units (or even less than) nanometres to hundreds of nanometres (and more). A disadvantage of these methods is their expensiveness and relative technological complexity.

The ellipsometric method of study is as follows: a plane-polarised wave is incident on the sample in



Рис.1. Гранулы аморфного селена
Fig.1. Amorphous selenium granules

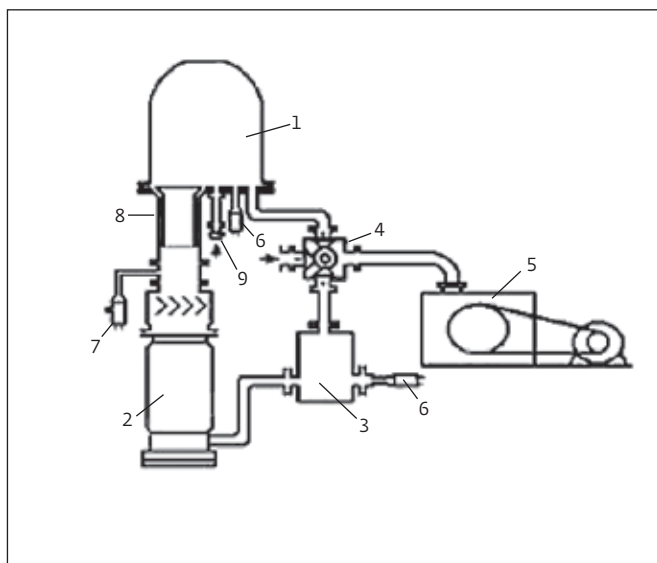


Рис.2. Принципиальная схема вакуумной установки УВР-3М. 1 – рабочий объем, 2 – диффузионный насос, 3 – форвакуумный баллон, 4 – клапанная коробка, 5 – форвакуумный насос, 6 – датчики низкого вакуума, 7 – датчик высокого вакуума, 8 – клапан-отсекатель, 9 – клапан напуска воздуха в рабочий объем

Fig.2. Schematic diagram of UVR-3M vacuum unit. 1 – displacement volume, 2 – diffusion pump, 3 – forvacuum tank, 4 – valve box, 5 – forvacuum pump, 6 – low vacuum sensors, 7 – high vacuum sensor, 8 – shut-off valve, 9 – air inlet valve

поляризации световой волны: в плоскости падения (p) и перпендикулярно к ней (s).

При определенных условиях отражение света от пленочной структуры сопровождается интерференционным эффектом, который может быть использован для измерения толщины ее слоев. Для возникновения интерференции необходимо, чтобы падающее излучение отражалось не только от поверхностного слоя, но и от его границы с подложкой. Это означает, что наружный слой должен быть прозрачным в используемом интервале длин волн, а оптические постоянные слоя в этом спектральном диапазоне должны отличаться от оптических постоянных подложки.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Селен – серый, с металлическим блеском хрупкий неметалл (рис.1). При атмосферном давлении существует несколько десятков модификаций селена. Наиболее стабилен серый селен, γ -Se, с гексагональной решеткой ($a = 0.436388$ нм, $c = 0.495935$ нм). Температура плавления 221°C , кипения 685°C , плотность $4,807$ кг/дм³. Плотность жидкого селена при 221°C – $4,06$ кг/дм³. Серый селен получают из других форм длительным

question, which after reflection becomes in general an elliptically polarised wave. Parameters of the polarisation ellipse, i.e. the orientation of its axes and eccentricity, are determined by the optical properties of the reflecting structure and the angle of light incidence. In the experiment, the ratio of complex reflection coefficients for two types of light wave polarisation is measured: in the plane of incidence (p) and perpendicular to it (s).

Under certain conditions, reflection of light from a film structure is accompanied by an interference effect, which can be used to measure thickness of its layers. For interference to occur, the incident radiation must be reflected not only from the surface layer, but also from its boundary with the substrate. This means that the outer layer must be transparent in the wavelength range in use and the optical constants of the layer in that spectral range must differ from those of the substrate.

RESULTS AND DISCUSSION

Selenium is a grey, metallic, brittle non-metal (Fig.1). At atmospheric pressure, there are several dozens of modifications of selenium. The most stable is grey selenium, γ -Se, with a hexagonal lattice ($a = 0.436388$ нм, $c = 0.495935$ нм). Melting point is 221°C , boiling point is 685°C , density is equal to 4.807 кг/дм³. Density of liquid selenium at 221°C is 4.06 кг/дм³. Grey selenium is obtained from other forms by prolonged heating and slow cooling of selenium melt or vapour. Its structure consists of parallel helical chains.

The experimental samples were amorphous selenium films, selenium films and silver deposition films. Sputtering was carried out on UVR-3M glass substrates in a vacuum apparatus at a pressure of 10^{-2} – 10^{-3} Pa. The substrates were preliminarily subjected to ion cleaning in a glow discharge (argon ions). The working diagram of the installation is shown in Fig.2.

A Lambda 25 UV/Vis spectrophotometer was used in our experiment. The spectrophotometer and data acquisition was carried out by means of a personal computer equipped with the UV WinLab software. In this device as sources of radiation deuterium lamp and halogen tungsten lamp is used, which allowed to examine the samples in the wavelength range from 190 to 1100 nm [1, 2]. Figures 4–7 show transmittance spectra of amorphous Se, Ag and Ag+Se films.

Note that the interference effect with corresponding interference maxima is observed in selenium films. Due to the dependence of refractive index on wavelength the interference maxima in the Ag+Se films spectra are shifted as compared to those of pure Se films. Determination of the order of the maximum:

$$\begin{aligned} \lambda_2 m &= 2dn(\lambda_2) & (\lambda_1 m(m+1))/n(\lambda_1) &= \lambda_2 m/n(\lambda_2) \\ \lambda_1 m(m+1) &= 2dn(\lambda_1) & m &= \lambda_1 / (n(\lambda_1) / (n(\lambda_1) / (n(\lambda_2)) \cdot \lambda_2 - 1) \end{aligned}$$

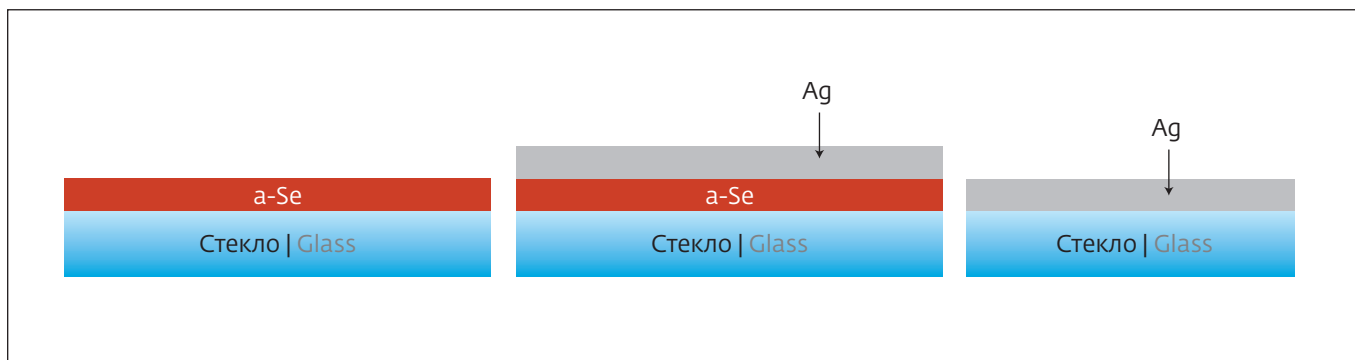


Рис.3. Схема напыления образцов пленок Se, Ag, Ag+Se
 Fig.3. Diagram of spraying Se, Ag, Ag+Se film samples

нагреванием и медленным охлаждением расплава или паров селена. Его структура состоит из параллельных спиральных цепей.

Экспериментальными образцами являлись пленки аморфного селена, пленки селена и пленки с осаждением серебра. Напыление осуществлялось на стеклянные подложки марки УВР-3М на вакуумной установке при давлении 10^{-2} - 10^{-3} Па. Предварительно подложки подвергались ионной очистке в тлеющем разряде (ионами аргона). Рабочая схема установки показана на рис.2.

В ходе эксперимента был использован спектрофотометр Lambda 25 UV/Vis. Управление спектрофотометром и получение данных осуществлялось при помощи персонального компьютера, оснащенного программным обеспечением UV WinLab. В данном приборе в качестве источников

Determination of Se film thickness:

$$\lambda_2 = 739,51 \text{ nm}$$

$$\lambda_3 = 946,07 \text{ nm}$$

$$n(\lambda_2) = 2,385 + 168385/\lambda_2^2 = 2,385 + 168385/546875,04 = 2,693$$

$$n(\lambda_3) = 2,385 + 168385/\lambda_3^2 = 2,385 + 168385/895048,45 = 2,573$$

$$m = \lambda_2 / (n(\lambda_2) / (n(\lambda_3) / (\lambda_3 - \lambda_2))) = 739,51 / 216,2 = 3,42$$

$$d = m\lambda_2 / 2n(\lambda_2) = 3,42 \cdot 739,51 / 2 \cdot 2,693 = 468,4 \text{ nm}$$

Determination of Ag+Se thickness:

$$\lambda_2 = 725,66 \text{ nm}$$

$$\lambda_3 = 932,41 \text{ nm}$$

$$d = m\lambda_2 / 2n(\lambda_2) = 4 \cdot 725 / 2 \cdot 2,8 = 517,9 \text{ nm}$$

Calculations of Ag film thickness by subtraction method: $d(\text{Ag}) = d(\text{AgSe}) - d(\text{Se})$; $d(\text{Ag}) \approx 50 \text{ nm}$ - calculated; $d(\text{Ag}) \approx 54 \text{ nm}$ is obtained from the calibration diagram.

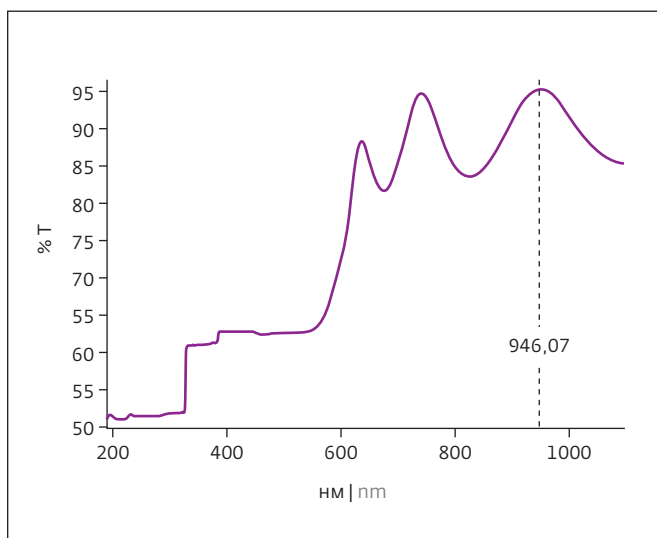


Рис.4. Спектр пропускания пленок Se
 Fig.4. Transmission spectrum of Se films

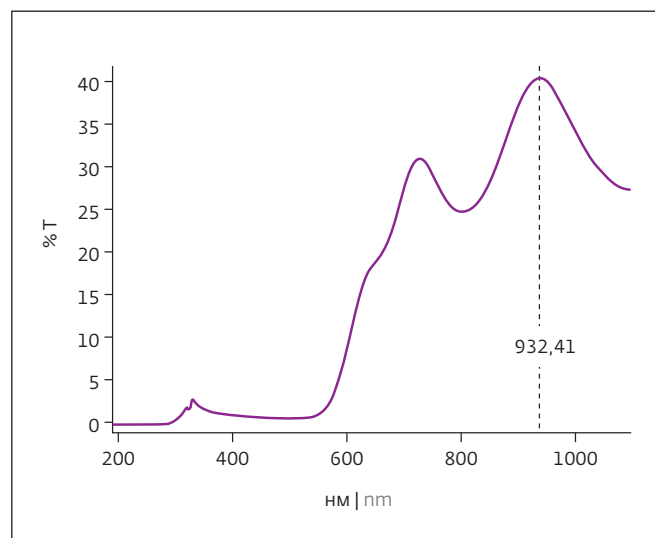


Рис.5. Спектр пропускания пленок Ag+Se
 Fig.5. Transmission spectrum of Ag+Se films

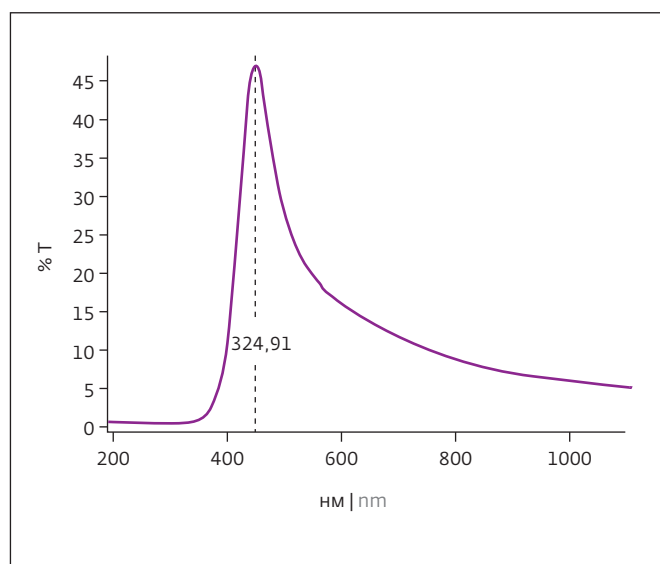


Рис.6. Спектр пропускания пленки серебра
Fig.6. Transmission spectrum of silver film

излучения применяется дейтериевая лампа и галогеновая вольфрамовая лампа, что позволило исследовать образцы в диапазоне длин волн от 190 до 1100 нм [1, 2]. Ниже на рис.4-7 представлены снятые спектры пропускания пленок аморфного Se, пленок Ag и Ag+Se.

Отметим, что на пленках селена наблюдается интерференционный эффект с соответствующими интерференционными максимумами. За счет зависимости показателя преломления от длины волны происходит смещение интерференционных максимумов в спектрах пленок Ag+Se по сравнению с пленками чистого Se.

Определение порядка максимума:

$$\lambda_2 m = 2dn(\lambda_2) \quad (\lambda_1 m(m+1))/n(\lambda_1) = \lambda_2 m/n(\lambda_2)$$

$$\lambda_1 m(m+1) = 2dn(\lambda_1) \quad m = \lambda_1 / (n(\lambda_1) / ((n(\lambda_1) / (n(\lambda_2)) \cdot \lambda_2 - 1))$$

Определение толщины пленки Se:

$$\lambda_2 = 739,51 \text{ нм}$$

$$\lambda_3 = 946,07 \text{ нм}$$

$$n(\lambda_2) = 2,385 + 168385/\lambda_2^2 = 2,385 + 168385/546875,04 = 2,693$$

$$n(\lambda_3) = 2,385 + 168385/\lambda_3^2 = 2,385 + 168385/895048,45 = 2,573$$

$$m = \lambda_2 / (n(\lambda_2) / (n(\lambda_3) \cdot (\lambda_3 - \lambda_2))) = 739,51/216,2 = 3,42$$

$$d = m\lambda_2 / 2n(\lambda_2) = 3,42 \cdot 739,51 / 2 \cdot 2,693 = 468,4 \text{ нм}$$

Определение толщины пленки Ag+Se:

$$\lambda_2 = 725,66 \text{ нм}$$

$$\lambda_3 = 932,41 \text{ нм}$$

$$d = m\lambda_2 / 2n(\lambda_2) = 4 \cdot 725 / 2 \cdot 2,8 = 517,9 \text{ нм}$$

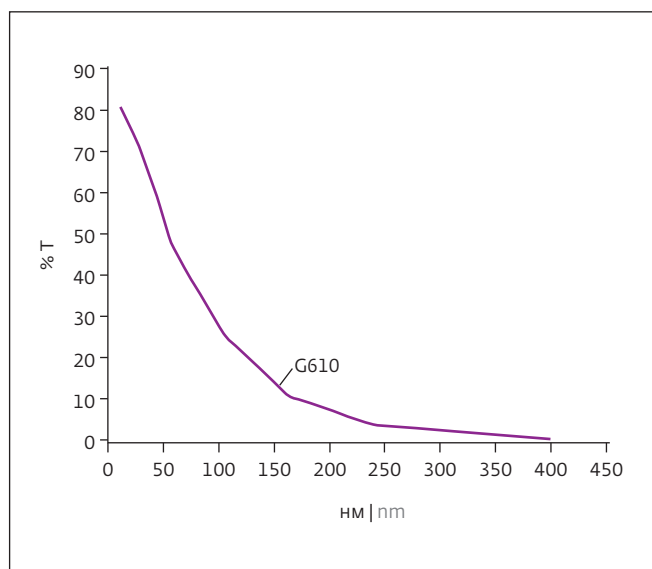


Рис.7. Коэффициент пропускания пленки серебра в максимуме пропускания [2] от толщины пленки (калибровочный график, взятый с патентной базы)
Fig.7. Transmission coefficient of silver film at maximum transmittance [2] from film thickness (calibration graph taken from patent database)

CONCLUSIONS

Reference Se, Ag+Se, and Ag films were produced by thermoresistive vacuum deposition. Transmission spectra of these films were obtained. From the interference maxima the Se and AgSe films thicknesses were calculated. By subtraction of film thicknesses, the value of silver films thickness was determined. The proposed technique can be used as a new indirect method for determining thin film thicknesses of different metals and is relatively simple and inexpensive. It can be applied in various technological processes in the field of micro- and nanoelectronics.

ACKNOWLEDGMENTS

This work was supported by Russian Science Foundation Regional Competition Grant 23-29-10211 "Development of a System for Remote Control of Vehicle Tyre Pressure".

PEER REVIEW INFO

Editorial board thanks the anonymous reviewer(s) for their contribution to the peer review of this work. It is also grateful for their consent to publish papers on the journal's website and SEL eLibrary eLIBRARY.RU.

Declaration of Competing Interest. The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.



Вычисление толщины пленки Ag методом вычитания: $d(\text{Ag}) = d(\text{AgSe}) - d(\text{Se})$; $d(\text{Ag}) \approx 50$ нм – вычисленное; $d(\text{Ag}) \approx 54$ нм – полученное из калибровочного графика.

ВЫВОДЫ

Терморезистивным осаждением в вакууме синтезированы пленки Se, Ag+Se, Ag (эталон). Получены спектры пропускания. По интерференционным максимумам вычислены толщины пленок Se и AgSe. Вычитанием толщин пленок определена толщина пленки серебра. Предложенная методика может быть использована в качестве нового косвенного метода определения толщин тонких пленок различных металлов и является относительно простой и недорогой методикой. Она применима в различных технологических процессах в области микро- и нанoeлектроники.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена при поддержке гранта регионального конкурса Российского научного фонда 23-29-10211 "Разработка системы дистанционного контроля давления в автомобильных шинах".

ИНФОРМАЦИЯ О РЕЦЕНЗИРОВАНИИ

Редакция благодарит анонимного рецензента (рецензентов) за их вклад в рецензирование этой работы, а также за размещение статей на сайте журнала и передачу их в электронном виде в НЭБ eLIBRARY.RU.

Декларация о конфликте интересов. Авторы заявляют об отсутствии конфликтов интересов или личных отношений, которые могли бы повлиять на работу, представленную в данной статье.

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. Кокшина А.В., Белова А.В., Краснова А.Г., Кочаков В.Д. Оптические методы исследования тонких пленок. ЧГУ им. Ульянова, 2013.
2. Lee C.C., Wang D.L., Chen C.C., Chang J.Y., Pong B.J., Chi G.C., Wu L.-W. Light extraction enhancement of InGaN MQW by reducing total internal reflection through surface plasmon effect. Sixth International Conference on Solid State Lighting, San Diego, CA, United States, Proceedings of SPIE, Vol. 6337, 2006.



ИЗДАТЕЛЬСТВО «ТЕХНОСФЕРА» ПРЕДСТАВЛЯЕТ КНИГУ:



Юрген Бёккер
СПЕКТРОСКОПИЯ

Москва: ТЕХНОСФЕРА, 2021. – 528 с., ISBN 978-5-94836-220-5

Цена 760 руб.

Спектроскопия как средство описания атомов, ионов и молекул с помощью типовых длин волн, измеряемых при возбуждении, принадлежит сегодня к важнейшим и самым распространенным методам инструментальной аналитики. Специальные измерительные устройства, в том числе абсорбционные и эмиссионные спектрометры, обеспечивают точное определение количественного и качественного состава газообразных, жидких и твердых веществ.

В книге дается обзор разных методов атомной и молекулярной спектрометрии и рассматриваются многие аналитические проблемы, решаемые в лабораториях промышленных предприятий, в естественнонаучных и технических учреждениях, а также проблемы изучения и защиты объектов окружающей среды. В книге представлена широкая гамма существующих методов исследования, а также перечень приборов с руководством по их применению.

КАК ЗАКАЗАТЬ НАШИ КНИГИ?

125319, Москва, а/я 91; тел.: +7 495 234-0110; факс: +7 495 956-3346; e-mail: knigi@technosphere.ru; sales@technosphere.ru