

文章编号: 1672-8785(2011)08-0001-07

一种用于检测薄膜均匀性的光谱方法

姬弘桢 邹娟娟

(中国科学院上海技术物理研究所红外物理国家重点实验室, 上海 200083)

摘 要: 介绍了一种新的简单有效的薄膜均匀性信息获取方法。该方法基于我们先前提出的纳米薄膜厚度精确测量方法, 它通过检测镀制在含有过渡层的衬底上不同位置的薄膜的光谱, 并由其干涉峰间的差异获取薄膜的均匀性信息。与传统方法相比, 该方法无需直接测量薄膜的厚度, 减少了测量膜厚带来的误差和影响, 因而可以快速得出薄膜均匀性结论。该方法操作方便、计算简单, 为改进镀膜工艺提供了重要参考。

关键词: 薄膜均匀性; 透射光谱法; 干涉峰

中图分类号: O484 **文献标识码:** A **DOI:** 10.3969/j.issn.1672-8785.2011.08.001

A New Spectrum Method for Measuring Film Uniformity

JI Hong-zhen, ZOU Juan-juan

(National Laboratory for Infrared Physics, Shanghai Institute of Technical Physics,
Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200083, China)

Abstract: A simple and effective method for obtaining the uniformity information of films is proposed. The method is based on the accurate measurement method for nano film thickness we given before. It firstly measures the spectrum of the film in different positions on a substrate containing a transition layer and then obtains the uniformity information of the film according to the interference peak difference. Compared with the traditional method, this method reduces the error resulting from the direct measurement of film thickness. Therefore, it can obtain the uniformity information of the film quickly. The method is convenient and simple in operation and is of important value to the improvement of coating processes.

Key words: film uniformity; transmission spectrum method; interference peak

0 引言

随着社会的发展和科学的进步, 薄膜技术已经逐渐成为高科技产品加工过程中的一道关键工序。而薄膜的均匀性则会直接影响到各种器件的稳定性和可靠性。薄膜均匀性是指待镀

基片上所镀薄膜的厚度随着基片在真空室内位置的变化而发生改变的情况, 它是衡量薄膜质量和镀膜装置性能的一项重要指标。在大多数情况下, 对于任何一种功能性薄膜, 人们都要求其膜厚在镀膜面内尽可能均匀一致^[1]。只有使薄膜在有效范围内具有足够好的膜厚均匀性,

收稿日期: 2010-05-25

基金项目: 国家自然科学基金(10874196、60508018); 上海市青年科技启明星跟踪计划(08QH14025); 上海市研发基地协作能力建设专项(09DZ2202200、08DZ2201000)

作者简介: 姬弘桢(1987-), 男, 山东聊城人, 硕士研究生, 主要从事光子晶体和薄膜技术研究。

E-mail: 362675476@qq.com

在薄膜制备中才能得到较高的成品率,从而实现大批量的规模化生产。因此,研究薄膜厚度的均匀性很有必要。

现在人们普遍采用的薄膜均匀性检测方法,无论是机械法、电学法还是光学法,都需要直接测量膜厚^[2]。而膜厚测量本身就存在误差,因此也加大了膜厚均匀性检测的误差。本文提出一种用于检测薄膜均匀性的新的光谱方法,该方法无需直接测量膜厚便可实现膜厚均匀性检测。

1 检测方法 & 原理

利用我们先前提出的一种纳米薄膜厚度精确测量方法^[3]进行检测,即先对镀制在含有过渡层的衬底上的不同位置薄膜的光谱进行检测,然后根据其干涉峰间的差异获取薄膜的均匀性信息。

在折射率为 n_s 的基板上镀一层折射率为 n 、厚度为 d 的薄膜,并将其置于折射率为 n_0 的空间中,如图 1 所示。光束从 n_0 空间正入射(入射角很小,可近似为零)到薄膜上,其中一部分在空气-薄膜界面(界面 1)上发生反射,剩余部分则进入薄膜。然后它们在界面 1 和界面 2 上相继发生反射,每一次反射时都有一部分光波透过相应的界面。通过对各部分求和就可得到反射波和透射波的合振幅。

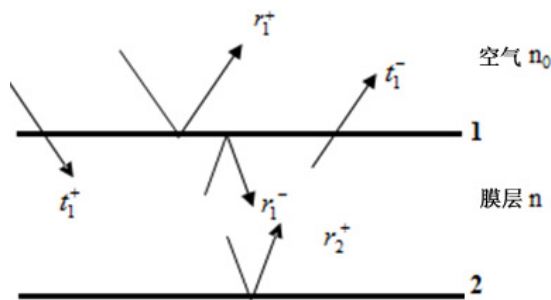


图 1 薄膜示意图

光束在薄膜上下两界面上发生反射和折射。由于正入射时 $\theta \approx \theta_0 \approx 0^\circ$, 相邻两个干涉光束的光程差为

$$\Delta = 2nd \cos \theta \approx 2nd \quad (1)$$

相应的相位差为

$$\delta = 2nd \frac{2\pi}{\lambda} \quad (2)$$

根据菲涅尔公式,可以求出薄膜界面上对于正向光波和反向光波的菲涅尔反射系数和透射系数。

$$\begin{aligned} r_1^+ &= \frac{n_0 - n}{n_0 + n}, & r_1^- &= \frac{n - n_0}{n + n_0} \\ t_1^+ &= \frac{2n_0}{n_0 + n}, & t_1^- &= \frac{2n}{n_0 + n} \end{aligned} \quad (3)$$

在不考虑吸收的情况下,可算得透射率:

$$T = \frac{1 + r_1^2 r_2^2 - r_1^2 - r_2^2}{1 + r_1^2 r_2^2 + 2r_1 r_2 \cos \delta} \quad (4)$$

式中, $\delta = 2nd \frac{2\pi}{\lambda}$ 。

当 $\cos \delta = \pm 1$ 时,出现极值点,即

$$\delta = 2nd \frac{2\pi}{\lambda} = m\pi, \quad m \in N \quad (5)$$

本文中 $n > n_s > n_0$, 因此当 $2nd \frac{2\pi}{\lambda} = 2\pi$ 时,出现一级干涉峰,即

$$2nd = \lambda \quad (6)$$

因此,厚度与干涉峰对应波长的关系为

$$d_0 = \frac{\lambda_0}{2n} \quad (7)$$

则

$$\Delta nd = \frac{\Delta \lambda}{2} \quad (8)$$

当 $\Delta \lambda$ 值不大时(本文中 $|\Delta \lambda| < 40 \text{ nm}$),薄膜的折射率 n 可以近似认为不变。由式(8)可得:

$$\Delta d = \frac{\Delta \lambda}{2n} \quad (9)$$

若以 d_0 为参考点厚度,则厚度的相对偏差为

$$\Delta = \frac{\Delta d}{d_0} \times 100\% = \frac{\Delta \lambda}{\lambda_0} \quad (10)$$

透射光谱的峰位包含着薄膜厚度和光学常数等重要信息。因此,仅由峰位变化 $\Delta \lambda$ 就可以推知厚度的相对变化。本文正是基于该原理来分析镀膜系统的均匀性的。我们先用光谱仪测出样品各点的透射光谱,然后通过用相关软件计算峰位偏移得到厚度变化。该方法操作方便、计算简单,甚至无须知道薄膜本身的信息,因此可避免直接测量厚度时所产生的测量误差。

2 实验过程

2.1 实验系统

本文所用镀膜系统由投入腔、镀膜腔 (5 个) 和回转腔共 7 个腔体组成 (腔体示意图见图 2, 后视图见图 3)。每个镀膜腔内配有两个阴极,

最多可安装 10 种不同靶材。它们可以镀制各种金属、氧化物和氮化物, 在不开腔的前提下可实现高达 10 种靶材的连续镀制。该系统由中国科学院上海技术物理研究所红外物理国家重点实验室与上海宇豪光电技术有限公司共同设计和研制, 由上海宇豪光电技术有限公司负责生产。

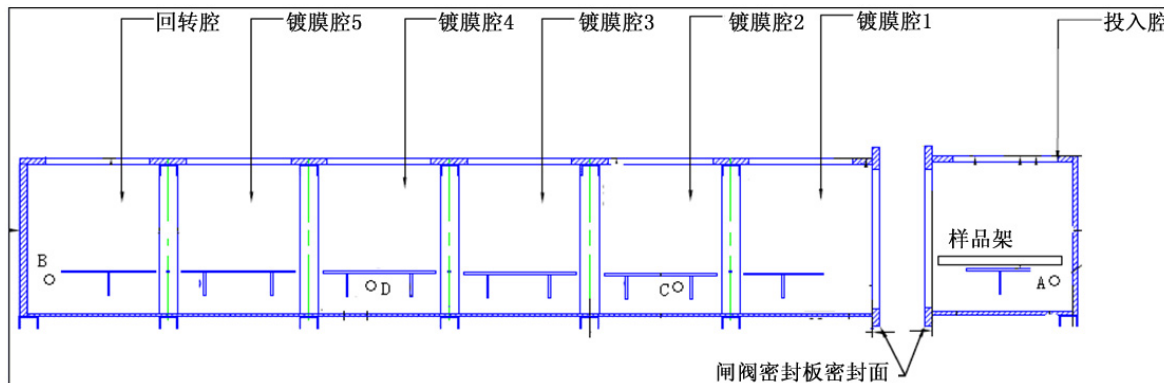


图 2 镀膜系统的腔体示意图

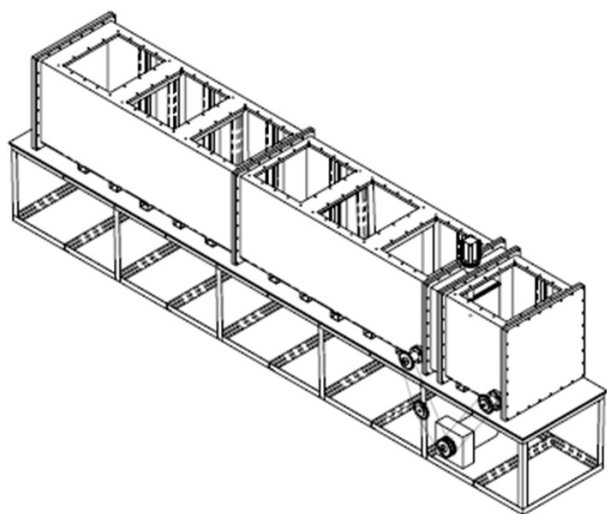


图 3 镀膜系统的腔体后视图

这个小型工业化多靶磁控溅射系统的具体操作过程如下:

- (1) 检查确认各部件后, 打开机械泵冷却水。
- (2) 打开机械泵。当真空度达到 10^{-6} Pa 时, 关闭机械泵的手动阀。
- (3) 打开分子泵。当真空度达到 10^{-8} Pa 时, 达到工作条件。
- (4) 选择靶材及控制模式, 打开靶材阴极冷却水。

(5) 充气。先冲一定流量的 Ar 烧靶 (清洁靶材表面); 若是反应溅射, 则再充入一定量的反应气体 (如 N_2 、 O_2 等)。

(6) 打开工作电压, 设定功率、流速和流量等工艺参数, 然后开始溅射。

2.2 样品描述

本文以载玻片为基底, 镀制厚度为 150 nm 左右的 Si_3N_4 薄膜。其中, 载玻片的尺寸为 $228.5\text{ mm} \times 152\text{ mm}$, 厚度为 $1 \sim 1.2\text{ mm}$ 。测量区域与样品的左右两边界相距 8 mm, 与上下边界相距 7 mm, 如图 4 所示。

基片运动方向 (记为 X 方向) 上两个相邻测量点之间的间隔为 12.5 mm, 每行共 18 个点, 即沿基片运动方向的测量长度为 212 mm。取第一列所在位置为 X 轴的零点。

在与基片运动方向相垂直的方向 (记为 Y 方向) 上, 相邻两个测量点之间的间隔为 10 mm, 每列共有 12 个点, 即该方向上的测量长度为 110 mm。取此方向上样品尺寸的中点作为 Y 轴的零点 (坐标轴标示及其正方向见图 4)。

2.3 Si_3N_4 工艺参数

在载玻片上镀制厚 150 nm 左右的 Si_3N_4 薄

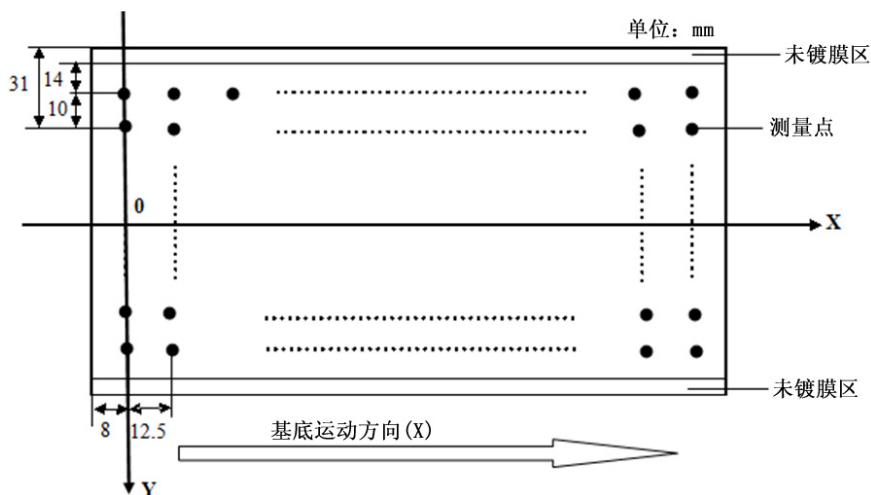


图 4 测量位置说明

表 1 Si_3N_4 工艺参数 (a)

流量 /sccm	功率 /kW	速度 m/min	混合比 N_2/Ar	工艺气体 Ar	工作气体 N_2
70	1.0	0.6	1:2	47	22.9

表 2 Si_3N_4 工艺参数 (b)

基础真空 Pa	真空计 1	真空计 3	电压 /V	电流 /A	功率 /W	次数
0.004	0.2	—	482	2.1	1012	8

膜, 其在 400 ~ 1000 nm 波段内只有一级干涉峰。然后用 Lambda 2S 测量用于计算的透射光。

2.4 测量系统

透射/反射光谱主要是用 Ocean Optics 光谱仪和 Lambda 2S 测量的。

2.4.1 Ocean Optics 光谱仪

本文采用的测量系统主要包括光源 (根据所需光谱范围选择合适的光源)、支架 (用于固定待测薄膜)、光纤、光谱仪、计算机以及光谱仪的透射/反射率曲线计算软件, 如图 5 所示。其中, 光纤需要根据所测光谱的类型进行选择。测量透射光谱时使用两根光纤 (见图 6)。

图 6 为透射光谱测量的实物图。其中有两根透射式光纤探头, 一根连接光源和支架的一端, 用于将光照射到支架上的待测薄膜上。透过薄膜的透射光经另一根光纤进入光谱仪。然后通过计算机软件计算便得到待测薄膜的透射谱。

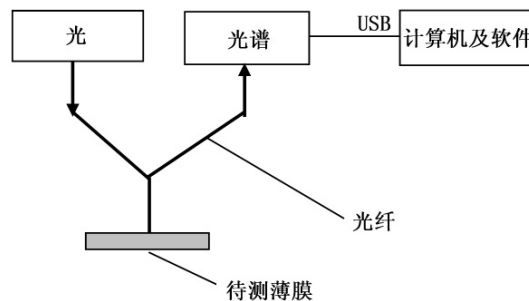


图 5 测量系统的原理图

所用光源为美国 Ideal Optics 公司生产的 iDH 2000-BSC 型光源。该光源有两种波段可供选择, 即紫外波段和可见光红外波段。使用时选择可见光红外波段。

所用光谱仪为美国海洋光学公司生产的 USB 2000+XR 型光谱仪。该光谱仪使用简单, 一端连接光纤, 另一端通过 USB 接口与计算机相连。使用前, 需要在 Windows/Mac/Linux 操作

系统下安装运行该光谱仪的 SpectraSuit 运行软件。利用该软件可以直接观察透射 / 反射率曲线, 并能将其数值读取出来。

综合考虑光谱仪和光源的光谱范围, 本文选择的有效光谱范围为 400 ~ 1000 nm。在测量反射谱之前, 需要用反射镜进行校正, 并通过调整积分时间和光强使其光强略低于 60000 cd, 以保证尽可能高的信噪比。

2.4.2 Lambda 2S

Lambda 2S 由美国 Perkin Elmer 公司生产, 其光谱范围为 300 ~ 1100 nm, 步长为 1 nm。测量前需要先进行校零。在测量透射/反射谱时, 需要使用不同的样品架。由于样品置于暗室中测量, 其噪声比 Ocean Optics 光谱仪的小很多, 但是测量时间较长, 需要几分钟。本文大多利用 Lambda 2S 的测量光谱提取光学常数, 但大多数情况下还是使用 Ocean Optics 光谱仪。

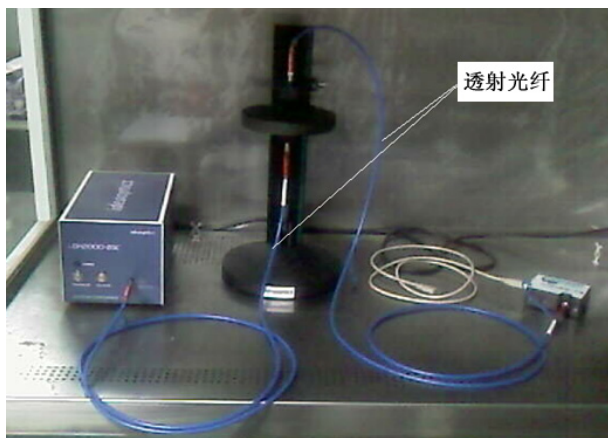


图 6 透射光谱测量的实物图

3 结果与讨论

将坐标为 (50,5) 的点作为参考点, 其透射谱见图 7。其中, 参考点的透射光谱波峰位于 $\lambda_0 = 560$ nm 处。

3.1 垂直于基片运动方向上的均匀性分析

选择 X 坐标 (基片运动方向) 为 50 mm、62.5 mm、200 mm、212.5 mm (即第 5、6、17、18 列) 4 列进行分析, 其峰位偏移见图 8。测量点的 Y 轴坐标从中间向两边依次为 ± 5 mm、 $\pm$

15 mm、 ± 25 mm、 ± 35 mm、 ± 45 mm 和 ± 55 mm。

计算每列的平均峰值波长, 并将其作为此列的参考波长, 然后根据式 (10) 计算各列的厚度相对偏差 (结果见表 3 与图 9)。

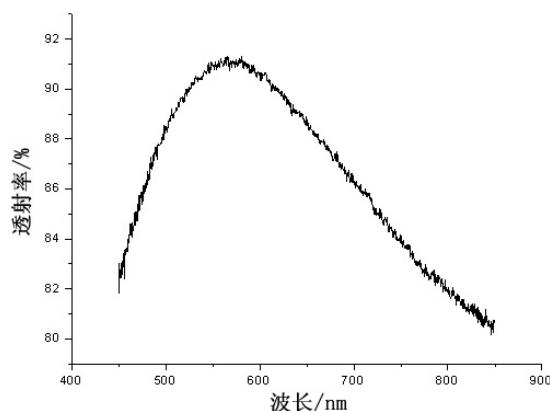


图 7 参考点的透射光谱

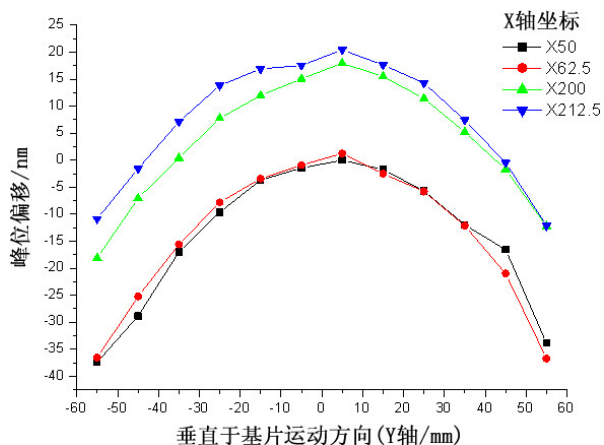


图 8 垂直坐标与峰位偏移

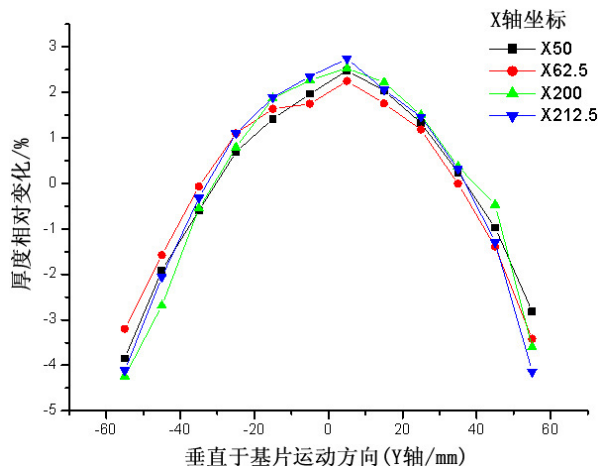


图 9 厚度相对偏移

表 3 厚度相对偏差 (%)

Y/X	50 mm	62.5 mm	200 mm	212.5 mm
-55 mm	-3.85	-3.20	-4.24	-4.11
-45 mm	-1.91	-1.58	-2.69	-2.06
-35 mm	-0.60	-0.07	-0.55	-0.32
-25 mm	0.69	1.10	0.79	1.1
-15 mm	1.42	1.64	1.87	1.89
-5 mm	1.97	1.75	2.27	2.35
5 mm	2.48	2.25	2.53	2.74
15 mm	2.04	1.76	2.22	2.06
25 mm	1.33	1.18	1.5	1.46
35 mm	0.24	-0.01	0.37	0.31
45 mm	-0.97	-1.39	-0.47	-1.29
55 mm	-2.82	-3.42	-3.6	-4.14

由图 8、图 9 以及表 2 可知:

(1) 在垂直于基片运动方向上呈现出厚度先增加后减小的趋势, 即中间厚两边薄。此结论与文献 [1] 相符 (参见图 10): X 轴为垂直于基片运动方向, 纵坐标为相对厚度。

(2) 该方向上 -25 mm 至 25 mm 之间的均匀性较好, 此 50 mm 范围内的厚度偏差在 2 % 以内。越往两端, 均匀性越差; 越靠近未镀膜区域, 厚度的减幅越大。

(3) 整体来看, 在垂直于基片运动方向上, 厚度的相对偏差基本在 $\pm 4\%$ 以内。

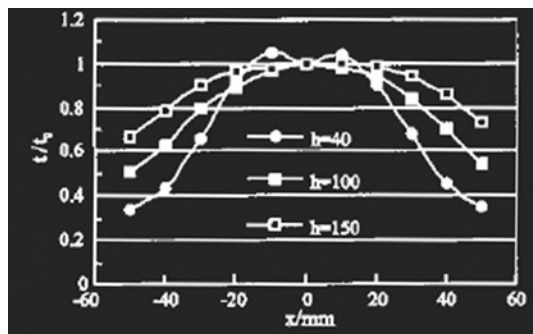


图 10 文献截图

3.2 沿基片运动方向上的均匀性分析

由于靶材位于基片 X 坐标轴的正上方, 在分析基片运动方向均匀性时取半边样品 (即下半部分) 进行分析研究。该方向上的各测量点对应

的 X 轴坐标为 0 mm、12.5 mm、25 mm、37.5 mm、50 mm、62.5 mm、75 mm、87.5 mm、100 mm、112.5 mm、125 mm、137.5 mm、150 mm、162.5 mm、175 mm、187.5 mm、200 mm 和 212.5 mm; Y 轴坐标依次为 5 mm、15 mm、25 mm、35 mm、45 mm 和 55 mm。

计算每行的平均峰位波长, 并将其作为此行的参考波长, 然后根据式 (10) 计算出各行的厚度相对偏差 (结果见图 12)。

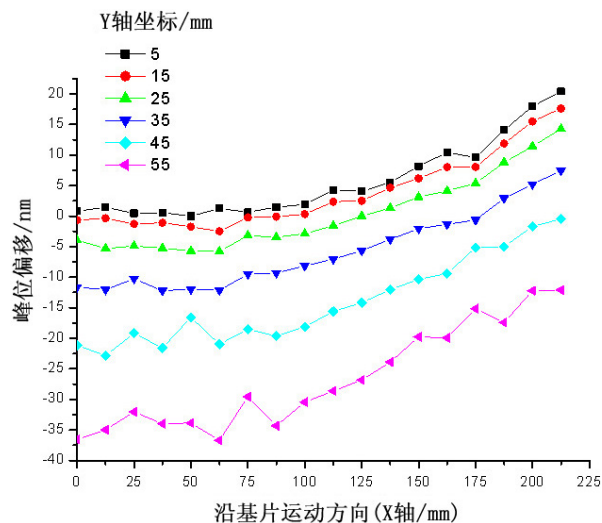


图 11 峰位偏移

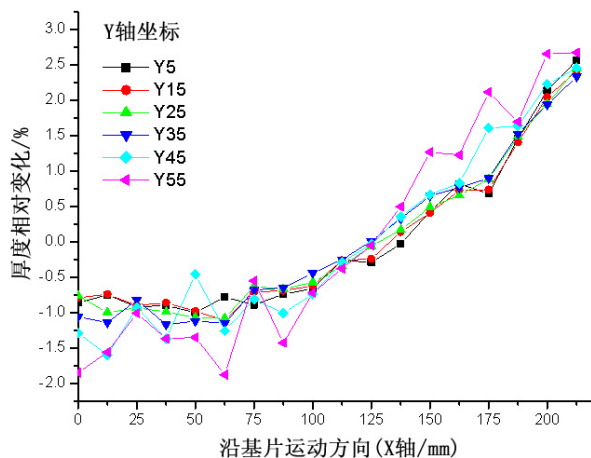


图 12 厚度相对偏移

由图 11、图 12 以及表 4 可知:

(1) 在沿基片运动方向上, 厚度有逐渐增加的趋势。

(2) 靠近未镀膜区时, 均匀性变差 (如图 12 中 Y 轴坐标为 45 和 55 的两条曲线)。

(3) 在沿基片运动方向 (X 轴) 上, 212 mm 范围内的厚度偏差在 $\pm 3\%$ 以内; 远离未镀膜区域内的厚度偏差在 $\pm 2\%$ 以内。

(4) 整体来看, 沿基片运动方向上的均匀性比垂直方向上的好。

以上结果与相关文献 [1,4-6] 的结果相同, 表明本文方法可以有效地应用于薄膜均匀性的检测与研究。

表 4 厚度相对偏差 (%)

X/Y	5 mm	15 mm	25 mm	35 mm	45 mm	55 mm
0 mm	-0.86	-0.79	-0.76	-1.06	-1.29	-1.85
12.5 mm	-0.75	-0.74	-1.00	-1.14	-1.60	-1.56
25 mm	-0.92	-0.90	-0.93	-0.82	-0.93	-1.01
37.5 mm	-0.90	-0.86	-0.99	-1.17	-1.37	-1.37
50 mm	-1.00	-0.98	-1.07	-1.12	-0.46	-1.35
62.5 mm	-0.78	-1.11	-1.08	-1.15	-1.26	-1.88
75 mm	-0.89	-0.71	-0.63	-0.68	-0.81	-0.55
87.5 mm	-0.74	-0.69	-0.67	-0.65	-1.01	-1.43
100 mm	-0.66	-0.62	-0.57	-0.44	-0.74	-0.72
112.5 mm	-0.26	-0.26	-0.34	-0.25	-0.29	-0.38
125 mm	-0.29	-0.24	-0.06	0.01	-0.03	-0.05
137.5 mm	-0.03	0.14	0.17	0.33	0.36	0.50
150 mm	0.43	0.41	0.49	0.65	0.67	1.27
162.5 mm	0.82	0.73	0.66	0.77	0.83	1.23
175 mm	0.68	0.74	0.89	0.90	1.61	2.12
187.5 mm	1.46	1.41	1.49	1.53	1.64	1.70
200 mm	2.14	2.05	1.95	1.94	2.23	2.66
212.5 mm	2.57	2.42	2.46	2.34	2.46	2.68

4 结束语

本文基于峰位偏移与厚度偏差之间的关系, 通过将光谱方法与极值法相结合成功地进行镀膜系统的均匀性研究。先用光谱仪测出样品各点的透射光谱, 然后使用自编软件精确拟合出峰位偏移, 接着即可推算出相应的厚度变化。该方法操作方便、计算简单, 为改进镀膜工艺提供了重要参考。

参考文献

- [1] 徐均琪, 易红伟, 蔡长龙, 等. 磁控溅射膜厚均匀性与靶-基距关系的研究 [J]. *真空*, 2004, **41**(2): 25-28.

- [2] 董宏奎, 赵建华, 林日乐, 等. 薄膜均匀性的分析研究 [J]. *压电与声光*, 2006, **24**(5): 78-81.
- [3] 姬弘桢, 邹娟娟, 崔宝双. 一种适用于在线检测的纳米薄膜厚度精确测量方法 [J]. *红外*, 2011, **32**(7): 9-16.
- [4] 温培刚, 颜悦, 张官理, 等. 磁控溅射沉积工艺条件对薄膜厚度均匀性的影响 [J]. *航空材料学报*, 2007, **27**(3): 66-68.
- [5] 惠迎雪, 杭凌侠, 徐均琪, 等. 不同磁控溅射模式膜厚均匀性研究 [J]. *西安工业学院学报*, 2003, **23**(1): 32-36.
- [6] Soloviev A A, Sochugov N S, Oskomov K V, et al. Film Thickness Distribution in Magnetron Sputtering System with The Round Cathode [J]. *Coatings Deposition*, 2006, **31**(1): 491-493.