



УКРАЇНА

(19) UA (11) 67348 (13) U

(51) МПК (2012.01)  
G01B 5/06 (2006.01)  
G01Q 80/00ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИОПИС  
ДО ПАТЕНТУ  
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ТОВЩИНИ НАНОМЕТРОВИХ ШАРІВ ЗАСОБАМИ АТОМНО-СИЛОВОЇ МІКРОСКОПІЇ

1

2

(21) u201111976

(22) 11.10.2011

(24) 10.02.2012

(46) 10.02.2012, Бюл.№ 3, 2012 р.

(72) ПРОКОПЕНКО ІГОР ВАСИЛЬОВИЧ, ЛИТВИН ПЕТРО МАР'ЯНОВИЧ, ЛИТВИН ОКСАНА СТЕПАНІВНА

(73) ІНСТИТУТ ФІЗИКИ НАПІВПРОВІДНИКІВ ІМ. В.Є. ЛАШКАРЬОВА НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ

(57) Спосіб визначення товщини нанометрових шарів, нанесених на підкладку, який включає утво-

рення в шарі заглиблення, яке досягає границі розділу "шар-підкладка", який відрізняється тим, що в шарі утворюють серію заглиблень дряпанням зондом атомно-силового мікроскопа із зростаючою силою навантаження на зонд, одночасно вимірюють глибину подряпин і фіксують те значення глибини, яке залишається незмінним для останніх двох або більше подряпин, одержаних при зростаючій силі навантаження, це значення приймають за товщину досліджуваного шару.

Спосіб, що заявляється, відноситься до способів прямого вимірювання товщини одно- та багат шарових покриттів і може використовуватись для визначення товщини шарів в межах від кількох нанометрів до 3-х мікрон.

Із розвитком сучасних технологій все більш актуальною стає задача визначення товщини ультратонких покриттів, фізичні параметри яких суттєво відрізняються від об'ємного матеріалу. Існує широкий спектр приладів для визначення товщини покриттів, принцип роботи яких ґрунтується на використанні різних фізичних явищ та характеристик досліджуваних матеріалів (зміна хімічного складу, електричного опору, ємності, оптичної, радіаційної або магнітної провідності первинного давача тощо) [1-3]. При такому підході для визначення товщини використовуються відповідні рівняння, які зв'язують характеристики, що вимірює прилад та різні фізичні константи матеріалу. Ці методи визначення товщини характеризуються помірною точністю і використовують наперед відомі константи матеріалів. Для новітніх наноматеріалів, які знаходяться в процесі розробки, значення основних констант часто є невідомими, що робить визначення товщини покриттів з таких матеріалів досить наближеним. Задача ще більше ускладнюється у випадку багат шарових нанометрових покриттів.

Прямі методи (аналоги) вимірювання товщини, такі як оптична [4], растрова [5] і просвічуюча [6] електронна мікроскопія та механічна профіломет-

рія [7, 8] позбавлені зазначених вище недоліків, оскільки визначають висоту сходинок "шар-підкладка", яка може бути утворена або неконترلльованими дефектами покриття, або створена спеціально іншими методами [1, 3]. У другому випадку виникає проблема коректного вимірювання товщини нанометрових шарів, особливо багат шарових систем, у зв'язку із невизначеністю вертикального розташування границі між шарами (інтерфейсів).

Крім того цим методам бракує точності при визначенні товщини ультратонких шарів (товщиною 1-10 нм), а методи просвічуючої електронної мікроскопії є високозатратними і мають малу статистичну вибірку.

За прототип обрано метод механічної профілометрії - метод прямого вимірювання товщини шару (плівки), нанесеної на підкладку, що полягає у визначенні висоти створеної сходинок на границі поверхонь "плівка-підкладка" або "плівка-плівка" (у разі багат шарових структур) за траєкторією руху твердотілого зонду через сходинок. Сучасні профілометри [8] здатні точно визначати товщини шарів із роздільною здатністю по висоті порядку 0.1 нм за умови попередньо сформованої сходинок. Таким чином, вказаний метод вимагає додаткових операцій іншими способами для коректного формування перепаду "шар-підкладка", що збільшує витрати часу на його реалізацію. Крім того, радіус заокруглення зонду становить не менше 50

(13) U

(11) 67348

(19) UA



нм, що визначає роздільну здатність вимірювання в горизонтальній площині.

В основу запропонованої корисної моделі поставлено задачу створення більш експресного та більш точного методу вимірювання товщини покриттів із субнанометровою роздільною здатністю засобами атомно-силового мікроскопа [9].

Поставлена задача визначення товщини нанометрових шарів полягає у визначенні товщини нанометрових шарів, нанесених на підкладку і включає утворення в шарі заглиблення, що досягає границі розділу "шар-підкладка". Пропонований спосіб відрізняється тим, що в шарі утворюють серію заглиблень дряпанням зондом атомно-силового мікроскопа із зростаючою силою навантаження на зонд, одночасно вимірюючи глибину подряпин. Фіксують те значення глибини, яке залишається незмінним для останніх двох або більше подряпин, одержаних при зростаючій силі навантаження, це значення приймають за товщину досліджуваного шару.

Спосіб реалізується у два етапи:

1) мікроскопом в режимі наноіндентора наносяться на плівку серії подряпин зі зростаючою силою навантаження;

2) мікроскоп перемикається у режим картографування поверхні і реєструє глибину всіх подряпин, яка буде збільшуватись відповідно до збільшення величини навантаження на зонд до моменту досягнення границі розділу "плівка-підкладка". При досягненні більш твердої підкладки глибина міняється не буде, хоча навантаження збільшуватиметься. Ця глибина фіксується і вважається товщиною досліджуваної плівки.

На фіг. 1 наведено схему реєстрації перепаду між поверхнями плівки та підкладки із використанням атомно-силового мікроскопа в режимі картографування поверхні: внизу (б) - рух твердотілого зонду через сходинку; вверху (а) - відображена траєкторія вістря зонда із вимірюванням числового значення перепаду.

Беззаперечною перевагою даної корисної моделі є здійснення контрольованого навантаження на зонд, формування сходинки та пряме вимірювання товщини шару із субнанометровою точністю одним і тим же приладом, що значно збільшує експресність вимірювань. Точність зазначеного підходу забезпечується апаратною базою атомно-силового мікроскопа, здатного контролювати силу взаємодії зонд-поверхня із точністю на рівні 1 pN та визначати перепад висот із роздільною здатністю до 0.1 нм при роздільній здатності в площині поверхні від 10 нм. Тому за наявності різниці в механічних параметрах шару та підкладки завжди можна підібрати зусилля на зонді мікроскопа, при якому він проникатиме на всю товщину плівки, а підкладка модифікуватись не буде (тобто метод уникає невизначеності вертикального розташування границі між шарами). Діапазон таких зусиль є тим ширшим, чим більша різниця в механічних параметрах шару та підкладки і, відповідно тим простішою є реалізація вимірювань.

Приклад конкретного виконання

Реалізація способу здійснена на атомно-силового мікроскопі NanoScope IIIa серії

Dimension 3000 (Digital Instruments, США) при кімнатних умовах на прикладі плівки діелектрика  $Ta_2O_5$  на кремнії (твердість плівки та підкладки становить 9 і 12 ГПа, відповідно).

Плівки  $Ta_2O_5$  були нанесені методом магнетронного напилення та леговані різними домішками (Al та Hf). На фіг. 2 показані тривимірні зображення наноподряпин, послідовно нанесених при зростаючому навантаженні: 9, 15, 21 та 27 мкН (подряпини 1, 2, 3, 4, відповідно). Нижче подано профілі відповідних подряпин (а, б - плівка  $Ta_2O_5$ , легована Al; в, г - плівка  $Ta_2O_5$ , легована Hf). Видно, що в обох випадках максимальна глибина подряпин, а отже і товщина плівки складає 7,5 нм. При цьому подряпина в плівці, легованій алюмінієм (фіг. 2а, б), досягає підкладки вже при мінімальному навантаженні, а в плівці, легованій гафнієм (фіг. 2 в, г), тільки два останніх навантаження забезпечують глибину подряпини на всю товщину плівки (тобто легування гафнієм зумовлює твердість плівки вищу, ніж легування алюмінієм). Отримане значення товщини добре узгоджується із даними просвічуваної електронної мікроскопії.

Вибір діапазону значень навантажень здійснюється послідовним підбором. Якщо ж механічні характеристики матеріалів плівки та підкладки відомі, то кількість послідовних наближень можна зменшити, провівши попередні оціночні розрахунки. Тип зондів також потрібно вибирати, ґрунтуючись на цих характеристиках (кремнієві, нітрид кремнієві чи алмазні).

Пропонований спосіб легко може бути реалізований на всіх моделях атомно-силових мікроскопів різних цінових категорій, вартість яких є у десятки разів нижчою за просвічуючі електронні мікроскопи і співмірною з вартістю сучасних профілометрів. Прямі вимірювання товщини виключають появу похибок, зумовлених використанням некоректних констант матеріалу та наближеністю розрахункових формул. Оскільки вимірюваним фізичним параметром є сила механічної взаємодії зонду з поверхнею, то цим знімаються обмеження на тип матеріалу плівки і не вимагається спеціальних прободіготовок. Спосіб однаково ефективний як у випадку металічних, діелектричних, полімерних шарів, так і шарів біологічної природи. В останньому випадку вимірювання можуть проводитись у рідкому (нативному середовищі).

Джерела інформації:

1. Валитов А.М. Приборы и методы контроля толшины покрытий. Справочное пособие / А.М. Валитов, Г.И. Шилов. - Л.: Машиностроение, 1970. - 120 с.
2. Криночкін Р.В. Проблеми вимірювання товщини нанесеного покриття та методи підвищення його точності / Р.В. Криночкін, О.В. Осадчук // Науковий вісник КУЕІТУ. Нові технології. - 2009. - № 1 (23). - С. 102-105.
3. J.Zh. Cheng, L. Sh. Dan, K.Y. Kwan, L.Y. Wei. Method of nano thin film thickness measurement by Auger electron spectroscopy: United States Patent 7582868, September 1, 2009.
4. Кирилловский В.К. Современные оптические исследования и измерения. - СПб.: Лань, 2010. - 304 с.



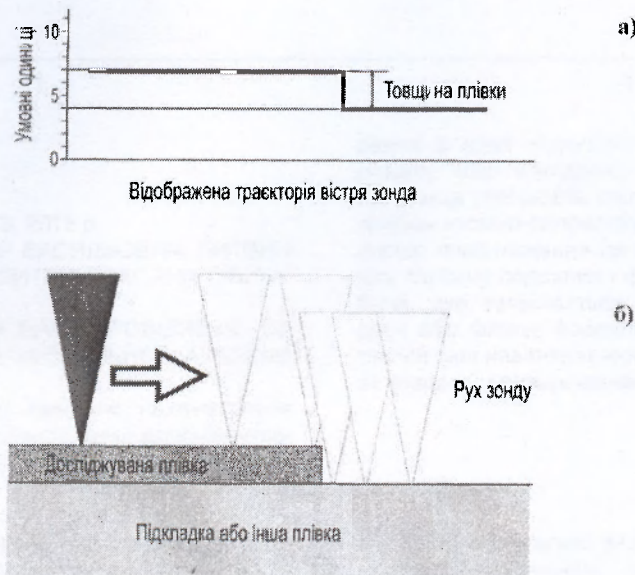
5. Заблоцкий А.В. Особенности измерений линейных размеров субмикронных структур методом растровой электронной микроскопии: дис. ... канд. физ.-мат.наук: 01.04.04 / А.В. Заблоцкий. - Долгоруцкий, Росія, 2009. - 129 с.

6. Суворова Е.И. Методы просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения для анализа наноструктуры биоматериалов: дис. ... док.физ.-мат.наук: 01.04.18 / Е.И. Суворова. - Москва, Росія, 2006. - 230 с.

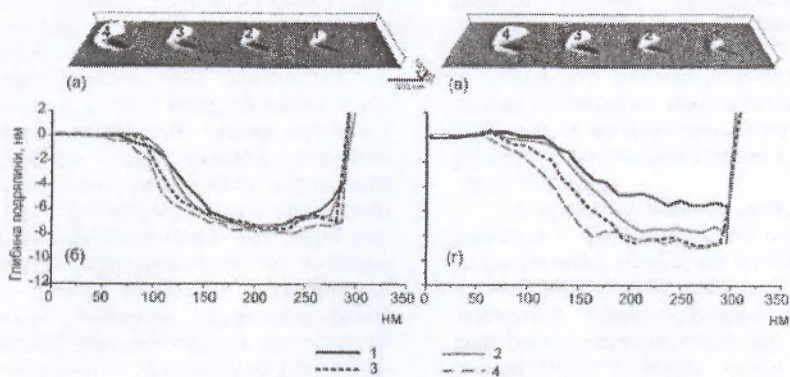
7. Method and a system for film thickness sample assisted surface profilometry: United States Patent № 5757502. - May 26, 1998.

8. Dektak 150 with 200 mm Wafer Support. Unmatched Performance and Versatility [Electronic resource]. - Mode of access: [http://www.bruker-axs.com/uploads/tx\\_linkselectorforpdfpool/Dektak-150\\_Stylus\\_Profilometer\\_brochure.pdf](http://www.bruker-axs.com/uploads/tx_linkselectorforpdfpool/Dektak-150_Stylus_Profilometer_brochure.pdf). - 2010. - 4 p.

9. Binnig G. Atomic Force Microscope / G. Binnig, C.F. Quate, C Gerber. // Physics Review Letters. - 1986. - Vol. 56. - P. 930-933.



Фіг. 1



Фіг. 2

