

Schichtdicken-Charakterisierung dünner, leitfähiger Schichtsysteme mittels Wirbelstromtechnik

Susanne HILLMANN, Marcus KLEIN, Henning HEUER
Fraunhofer IZFP Dresden, Maria-Reiche-Str. 2, 01109 Dresden

Kurzfassung. Dünne Schichten werden erfolgreich in vielfältiger Weise in allen Bereichen der Wissenschaft, der Technik und der Medizin als Funktionsschichten eingesetzt. Die durch verschiedene Herstellungsverfahren (bspw. Aufdampfen, Sputtern, Chemische Gasphasenabscheidung) abgeschiedenen Schichten haben unterschiedliche Eigenschaften wie beispielsweise Haftfestigkeit oder spezifischer elektrischer Widerstand. Bei allen Applikationen spielt die Messung der Schichtdicke eine zentrale Rolle, da viele gewünschte Betriebs- und Gebrauchseigenschaften eine Funktion der Schichtdicke sind. Hier sind besonders Inline-fähige Verfahren gefragt, welche berührungslos arbeiten sowie sehr schnell und vakuumtauglich sind. Besonders bei Schichtsystemen mit Schichtdicken im höheren nm-Bereich und niedrigerem μm -Bereich und mehrschichtigen Schichtsystemen bieten sich Wirbelstromverfahren an. Durch spezielle Sensoren in Transmissionsanordnung sind solche Systeme sehr gut für die Inline-Prüfung geeignet. Durch Optimierung von Messsystem, Sensoren und Auswertalgorithmen ist es möglich, die Grenzen des Messsystems stark aufzuweiten und sehr hohe Genauigkeiten zu erzielen. Im folgenden Bericht werden Messergebnisse mit Wirbelstrom-Transmissionsmesssystemen an verschiedenen, auch mehrlagigen, Schichtsystemen in Nanometerbereich vorgestellt.

1. Motivation

Die hier vorgestellten Untersuchungen sind vor allem durch Fragestellungen aus der Solarindustrie motiviert. In modernen Beschichtungsanlagen werden auf Glas, Silizium oder Folien verschiedenste Schichten mit hohen und niedrigen Leitfähigkeiten und einer Dicke im Nanometer- bis Mikrometerbereich aufgetragen. Prozessbedingt können die erreichten Schichtdicken nicht immer konstant gehalten werden und müssen daher Inline überwacht werden. Für die Inline-Überwachung der Schichtdicken eignet sich insbesondere das berührungslos arbeitende Wirbelstromverfahren aufgrund seines sehr guten Automatisierungspotentials sowie der hohen Sensitivität auf Leitfähigkeitsänderungen. Diese Arbeit stellt Testergebnisse der Leistungsfähigkeit sowie der Robustheit des Verfahrens vor.

2. Messverfahren

2.1 Sensoranordnung und Mess-Equipment

Das Wirbelstromverfahren kann in verschiedenen Sensoranordnungen angewendet werden. Für das Inline-Monitoring von dünnen, leitfähigen Schichten eignet sich insbesondere die so genannte Transmissionsanordnung. Im Gegensatz zur Tastspulenordnung, bei der Sende- und Empfangsspule in einem Sensorkörper untergebracht sind und von einer Seite an die Probe herangeführt werden, sind bei der Transmissionsanordnung Sende- und Empfangsspule getrennt und in einem festen Abstand zueinander angeordnet. Eine dünne flächige Probe wird zwischen beiden Sensoren hindurchgeführt. Abbildung 1.a) zeigt schematisch diese Anordnung. Diese Sensoranordnung hat den Vorteil, dass die Position der Probe innerhalb des durch beide Sensoren gebildeten Messspaltes das Messsignal nur in sehr geringem Maße beeinflusst. Im Gegensatz zur Tastspule, die in einem sehr kleinen und konstanten Abstand zur Oberfläche über die Probe geführt werden muss, sind bei der Transmissionsanordnung keine aufwendigen Führungen nötig. Sie ist damit für das Inline-Monitoring besser geeignet als die Tastspule. Zusätzlich kann mit der Transmissionsanordnung ein größerer Abstand zwischen Sensor und Probe ermöglicht werden. [1,2] Für das Inline-Monitoring ist ein großer Abstand zwischen Sensor und Probe beispielsweise dann gefordert, wenn das Beschichtungsgut beim Durchfahren der Beschichtungsanlage zum Durchbiegen oder Vibrieren neigt. Die Herausforderung ist also die Entwicklung einer Transmissionsanordnung mit möglichst großem Messspalt von mehreren Zentimetern bei gleichzeitig sehr hoher Dickenauflösung im Nanometer-Bereich.

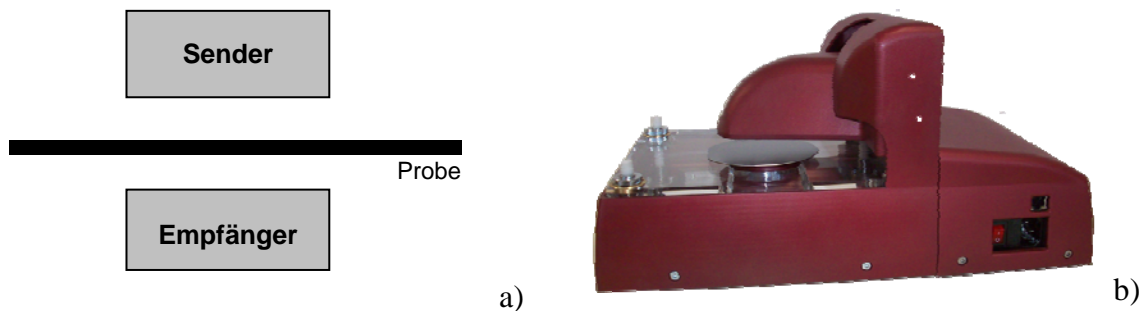


Abb. 1.a) Schematische Darstellung des Messaufbaus an dünnen Schichten mittels Transmissionsmethode (Gabelspule); **1.b)** Darstellung des in diesem Modus arbeitenden Wirbelstromsystems EddyCusTF®

Das am Fraunhofer IZFP neu entwickelte Wirbelstromgerät EddyCusTF® – dargestellt in Abbildung 1.b) – arbeitet nach dem Prinzip der Transmissionsanordnung und kann einen Messspalt von bis zu 60 mm bei gleichzeitig sehr hoher Schichtdickenauflösung realisieren. Alle im Folgenden gezeigten Messungen wurden mit diesem Gerät durchgeführt.

2.2 Optimale Messfrequenz

Besonders bei sehr kleinen Schichtdicken ist es wichtig, eine optimale Messfrequenz zu wählen, da sich sonst die Messwertänderungen durch eine Dickenvariation der Probe nur sehr schwer von Messwertänderungen durch Leitfähigkeitsschwankungen unterscheiden lassen. Dies ist besonders dann wichtig, wenn prozessbedingte Temperaturänderungen die Leitfähigkeit der Probe verändern können. In Abhängigkeit von der Messfrequenz lassen sich beide Materialeigenschaften unterschiedlich gut voneinander separieren. Abbildung 2 verdeutlicht diesen Zusammenhang. Schematisch dargestellt sind Messpunkte in der komplexen Impedanzebene bei Messungen von dünnen Blechen verschiedener Dicke und Leitfähigkeit. Der Punkt M1 ergibt sich durch die Messung an einem dünnen Blech der

Leitfähigkeit σ_1 (zum Beispiel Aluminium) und der Dicke d_1 . Der Messpunkt M2 wird durch eine Messung an einem Blech gleichen Materials (Leitfähigkeit $\sigma_2 = \sigma_1$), aber größerer Schichtdicke $d_2 > d_1$ erzeugt. Der Punkt M3 dagegen ergibt sich durch die Messung an einem Blech der ursprünglichen Dicke $d_3 = d_1$ aber einem Material mit höherer Leitfähigkeit $\sigma_3 > \sigma_1$ (zum Beispiel Kupfer).

Im linken Bild ist dieser Zusammenhang bei einer ungünstigen Messfrequenz dargestellt. Ausgehend von natürlichen Messwertschwankungen können die Messpunkte M2 und M3 nur schwer voneinander separiert werden. Sie liegen sehr nah beieinander, weil die Ortskurven von Leitfähigkeit und Schichtdicke fast übereinander verlaufen. Im rechten Bild ist die komplexe Impedanzebene für die gleichen Proben bei einer günstigeren Messfrequenz dargestellt. Hier können die Messpunkte M2 und M3 immer gut voneinander separiert werden.

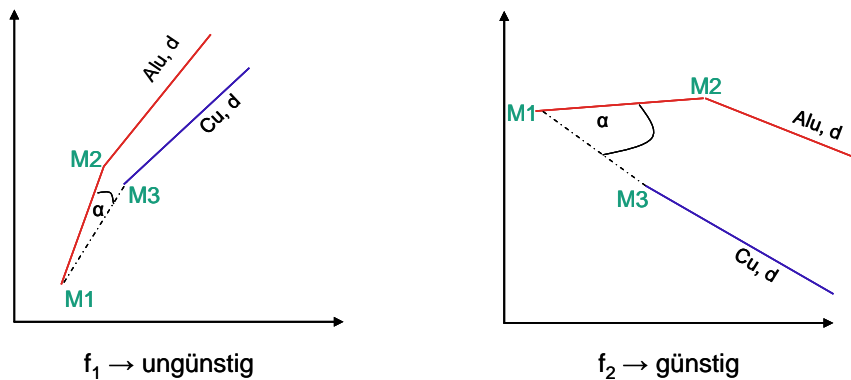


Abb. 2) Schematische Darstellung der komplexen Impedanzebene bei einer zur Separierung von Dicken- und Leitfähigkeitseffekten ungünstigen Messfrequenz f_1 mit kleinem Öffnungswinkel α (links) und einer günstigen Messfrequenz f_2 mit großem Öffnungswinkel α (rechts)

Ein Maß für Separierbarkeit beider Eigenschaften ist der Öffnungswinkel α , der sich ausgehend vom Punkt M1 zwischen den Punkten M2 und M3 aufspannt. Je größer dieser ist, desto besser lassen sich Leitfähigkeit und Schichtdicke im Messsignal separieren und kleine Schichtdicken im Nanometerbereich auch bei größeren Leitfähigkeitsschwankungen mit guten Auflösungen messen.

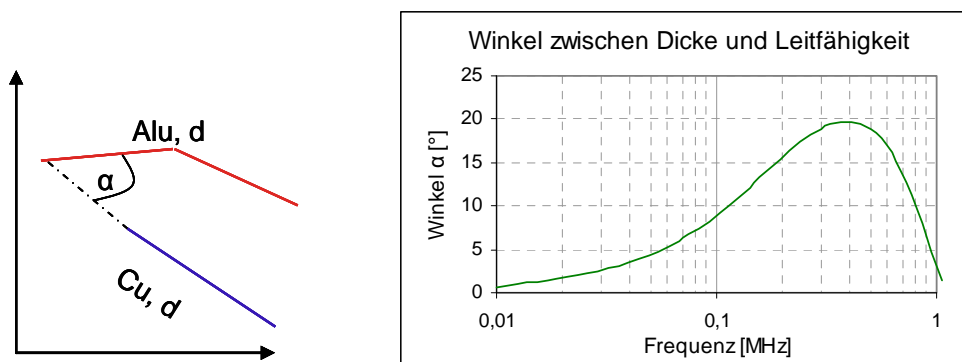


Abb. 3) Ermittlung der optimalen Messfrequenz bei hohen Leitfähigkeiten durch Berechnung des Öffnungswinkels α aus Messdaten mit Aluminium- und Kupferscheiben unterschiedlicher Dicke

Zur Bestimmung einer optimalen Messfrequenz für höhere Leitfähigkeiten um 50 MS/m wurde eine Versuchreihe mittels Aluminium- und Kupferscheiben unterschiedlicher Wanddicke durchgeführt. Es wurden für jede Probe mehrere Messfrequenzen im Bereich von 10 kHz bis 1 MHz durchgeschaltet. Aus den erhaltenen Messdaten wurde für jede Frequenz der Öffnungswinkel α berechnet. Abbildung 3 zeigt die Ergebnisse. Der

maximale Öffnungswinkel α ergibt sich bei etwa 400 kHz, was als optimale Messfrequenz für diesen Leitfähigkeitsbereich genutzt werden kann. Jeder Leitfähigkeitsbereich bildet eine andere optimale Messfrequenz, wobei sich bei sinkender Leitfähigkeit die optimale Messfrequenz erhöht [3].

3. Einfache Schichtsysteme im Nano-Meterbereich

3.1 Beschreibung der Proben

Für die Validierung des Messsystems wurden zwei Probensätze mit unterschiedlichen leitfähigen Schichten hergestellt. Auf Siliziumwafer mit 100 mm Durchmesser und 500 μm Dicke wurden mittels Sputtern leitfähige Schichten mit Dicken zwischen 5 und 205 nm aufgetragen. Für den Probensatz 1 wurden Kupfer-Schichten verwendet, um die Leistungsfähigkeit an gut leitfähigen Schichten zu untersuchen. Der Probensatz 2 hingegen wurde mit Tantaliumsiliziumnitrid (Ta-Si-N) beschichtet, welches eine sehr geringere Leitfähigkeit aufweist. Die folgende Tabelle 1 listet die einzelnen Proben, deren angestrebte Schichtdicke d und den mittels berührender Vierpunktmethode ermittelten Schichtwiderstand R_s auf.

Tabelle 1: Auflistung der Proben von Probensatz 1 und 2 mit deren Schichtdicke d und Schichtwiderstand R_s

Probensatz 1 (Kupfer-Schichten)			Probensatz 2 (TaSiN-Schichten)		
Nr.	d [nm]	R_s [$\Omega/$]	Nr.	d [nm]	R_s [$\Omega/$]
Cu-1	5	57,5	Ta-1	10	455
Cu-2	10	11,3	Ta-2	15	307
Cu-3	15	5,52	Ta-3	50	98,6
Cu-4	20	2,95	Ta-4	55	93,8
Cu-5	25	2,04	Ta-5	200	27,9
Cu-6	50	0,77	Ta-6	205	26,8
Cu-7	55	0,68			
Cu-8	100	0,30			
Cu-9	105	0,28			

An jeder Probe wurden Wirbelstrommessungen mit dem Messsystem EddyCusTF® unter Nutzung einer optimalen Messfrequenz durchgeführt. Dabei wurde der Messspalt zwischen 20 und 60 mm variiert und die Messung für jede Einstellung achtmal wiederholt. Zunächst wurden Kalibrierkurven aufgenommen, das heißt es wurde der Wirbelstromparameter als Funktion der Schichtdicke ermittelt. Da sich hier ein nahezu linearer Zusammenhang zwischen beiden Größen zeigte, wurde anhand der Messwerte an den Proben mit der niedrigsten, einer mittleren und der höchsten Schichtdicke eine Kalibrierfunktion ermittelt. Mit Hilfe dieser Kalibrierfunktion konnte die Schichtdicke der verbleibenden Proben ermittelt und die Messgenauigkeit des Systems überprüft werden.

3.2 Ergebnisse am Probensatz 1 – Kupferschichten

Die Kalibrierfunktion am Probensatz 1 (Kupferschichten) wurde mithilfe der Proben Cu-1, Cu-5 und Cu-9 erzeugt. Die Überprüfung der Schichtdicken-Messung ergab an den verbleibenden Proben bei einem Messspalt von 20 mm eine Messgenauigkeit von durchschnittlich 1 nm. Bei den Proben mit den sehr dünnen Kupfer-Schichten bis 25 nm bleibt diese hohe Messgenauigkeit bis zu einem Messspalt von 60 mm erhalten. Bei den dickeren Schichten ab 50 nm verschlechtert sich die Messgenauigkeit mitzunehmendem Messspalt bis hin zu Schwankungen von 4 nm um den realen Dicken-Wert. In der

folgenden Abbildung 4 sind die Ergebnisse am Probensatz 1 dargestellt. Im linken Diagramm sind die ermittelten Schichtdicken aller acht Wiederholungen als Funktion der realen Schichtdicken für einen Messspalt von 20 mm aufgetragen. Im rechten Diagramm ist die Abweichung vom realen Dickenwert für die 3 untersuchten Sensor-Sensor-Abstände von 20, 40 und 60 mm dargestellt.

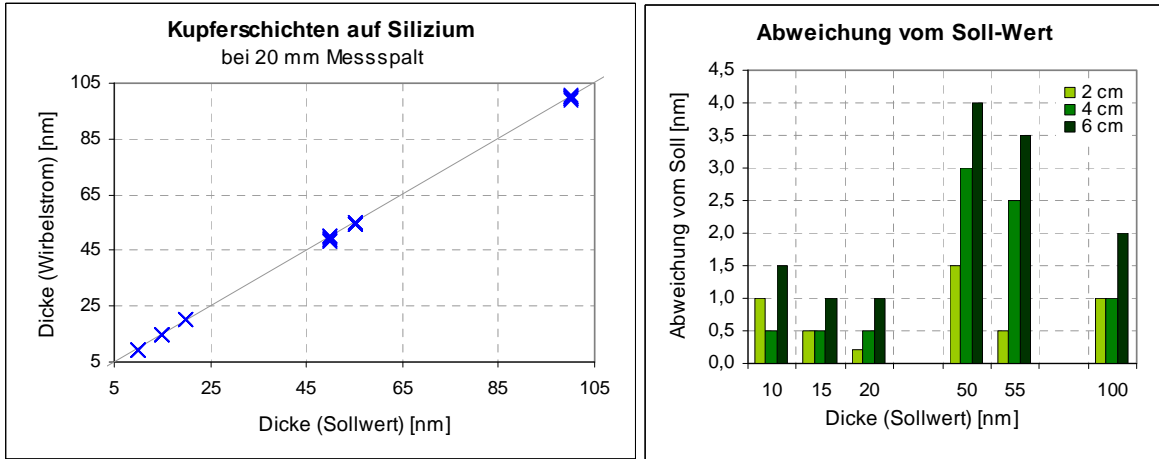


Abb. 4) Ergebnisse der Schichtdickenmessung am Probensatz 1 (Kupfer-Schichten): Linkes Diagramm: mit Wirbelstromverfahren ermittelte Schichtdicken als Funktion der angestrebten Schichtdicke; Rechtes Diagramm: Abweichung der Messwerte vom Sollwert für verschiedene Messspalte

In einem weiteren Versuch wurde untersucht, wie sich die Lageänderung der Probe innerhalb des Messspaltes auf die gemessene Schichtdicke auswirkt. Dazu wurden einige der Kupfer-Proben in einem Transmissions-Messspalt von 40 mm untersucht. Alle Proben wurden genau in der Mitte des Messspaltes, um 5 mm nach oben verschoben und um 10° gekippt untersucht, wobei jede Messung fünfmal wiederholt wurde. In Abbildung 5.a) sind die Messpositionen schematisch dargestellt und Abbildung 5.b) zeigt die dazugehörigen Messergebnisse, die ermittelten Schichtdicken als Funktion der realen Schichtdicken. Die Messgenauigkeit verringert sich kaum durch Verschieben der Probe oder Kippen. Es wurde eine maximale Abweichung vom Soll-Wert von 3 nm bei allen drei Probenpositionen nicht überschritten. Diese Abweichung wurde auch im ersten Versuch bei einem Messspalt von 40 mm erreicht.

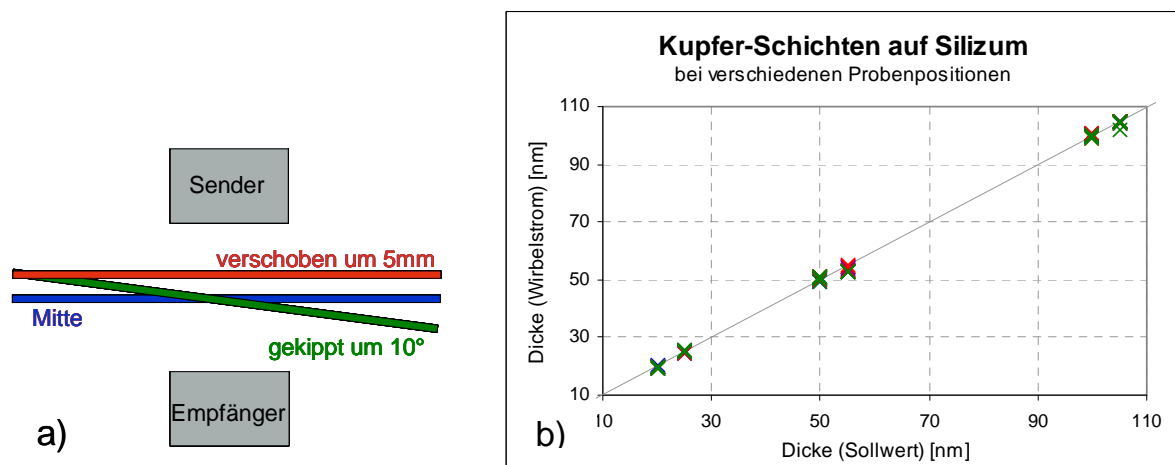


Abb. 5.a) Schematische Darstellung der verwendeten Probenpositionen im Messspalt; **5.b)** Ergebnisse der Schichtdickenmessung bei diesen verschiedenen Probenpositionen

3.3 Ergebnisse am Probensatz 2 – Schichten aus TaSiN

Für den Probensatz 2 (TaSiN-Schichten) wurden die gleichen Messungen wie für den Probensatz 1 durchgeführt. Bei diesen Proben lag die optimale Messfrequenz höher, da sie eine wesentlich geringere Leitfähigkeit als die Kupfer-Proben besitzen. Die Messgenauigkeit war um einiges schlechter als an den Kupfer-Proben, was aufgrund der geringeren Leitfähigkeit erwartet wurde. Die folgende Abbildung 6 zeigt die an den Proben gemessene Kalibrierkurve. Es ist die Phase des komplexen Wirbelstromsignals als Funktion der realen Schichtdicken aufgetragen, wobei jeder Messwert von fünf Wiederholungsmessungen im Diagramm eingetragen ist.

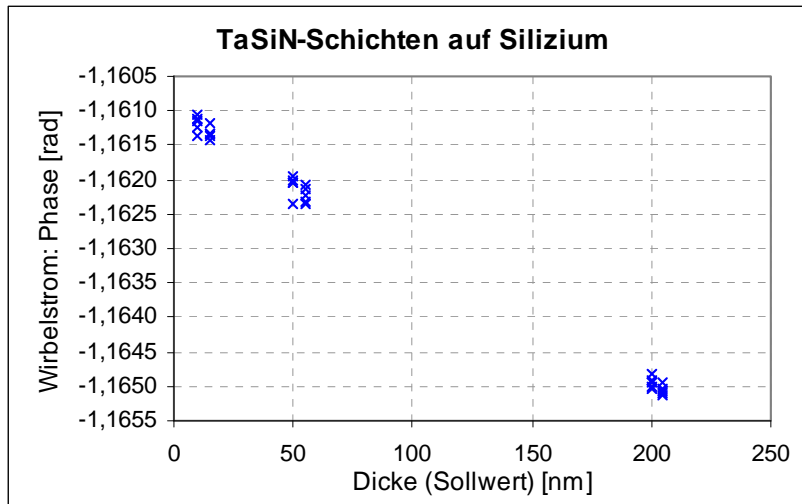


Abb. 6) Kalibrierkurve zur Schichtdickenmessung mittels Wirbelstromverfahren am Probensatz 2, Darstellung der Phase des komplexen Wirbelstromsignals als Funktion von den realen Schichtdicken

Schon in der Kalibrierkurve ist gut erkennbar, dass sich die Messwerte von Proben mit nur 5 nm Dickenunterschied nicht voneinander trennen lassen. Trotzdem ist ein linearer Zusammenhang zwischen dem Wirbelstromsignal und der Schichtdicke erkennbar. Des Weiteren ist gut zu erkennen, dass trotz der sehr kleinen Phasen-Änderungen eine sehr hohe Reproduzierbarkeit vorherrscht und sich dabei die Messwerte der Proben aus 10 nm-, 50 nm- und 200 nm-Bereich weitläufig voneinander abgrenzen.

Durch Generierung einer Kalibrierfunktion und Errechnung der Schichtdicken aus dem Wirbelstrom-Signal kann die Schichtdicke der einzelnen Proben ähnlich wie beim Probensatz 1 errechnet werden. In einem Messspalt von 20 mm konnte somit eine Messgenauigkeit von etwa 20 nm erreicht werden. Mit zunehmendem Messspalt verschlechterte sich die Messgenauigkeit weiter. Hier offenbaren sich die Grenzen des Messsystems. Schichten mit sehr geringer Leitfähigkeit können nur noch dann zufriedenstellend gemessen werden, wenn ein sehr geringer Messspalt verwendet wird oder höhere Schichtdicken untersucht werden.

4. Mehrlagige Schichtsysteme im Nanometer-Bereich

Zur Untersuchung von mehrlagigen Schichten wurde zunächst ein System mit zwei leitfähigen Schichten untersucht. Diese Proben bestanden aus Glassubstraten, auf denen nacheinander eine Schicht aus Zinkoxid (nicht-leitend), eine Silber-Schicht und eine Aluminium-Schicht aufgetragen wurden. Die Dicken der beiden leitfähigen Schichten aus Silber und Aluminium variieren zwischen 100 und 600 nm. In Tabelle 2 sind die Proben und die dazugehörigen Schichtdicken aufgelistet.

Tabelle 2: Auflistung der Proben von Probensatz 3 (Mehrfachschichten) mit deren Schichtdicken d

Nr.	Dicke Silber [nm]	Dicke Aluminium [nm]	Dicke gesamt [nm]
multi-1	103	105	208
multi-2	205	105	310
multi-3	400	95	495
multi-4	590	95	685
multi-5	200	200	400
multi-6	205	385	590
multi-7	205	590	795

Bei Messungen mit der Transmissionsanordnung durchdringt das Feld immer die Gesamtschicht und auch mit einem Tastsensor würde bei diesen geringen Schichtdicken immer die gesamte Schicht durchdrungen werden. Daher ergeben sich zwei Messansätze. Zum einen wurden an diesen Proben Dickenmessungen der Gesamtschicht und zum anderen Dickenmessungen einzelner Schichten im Mehrfachschichtsystem durchgeführt. Die Ergebnisse beider Untersuchungen sind in Abbildung 7 dargestellt.

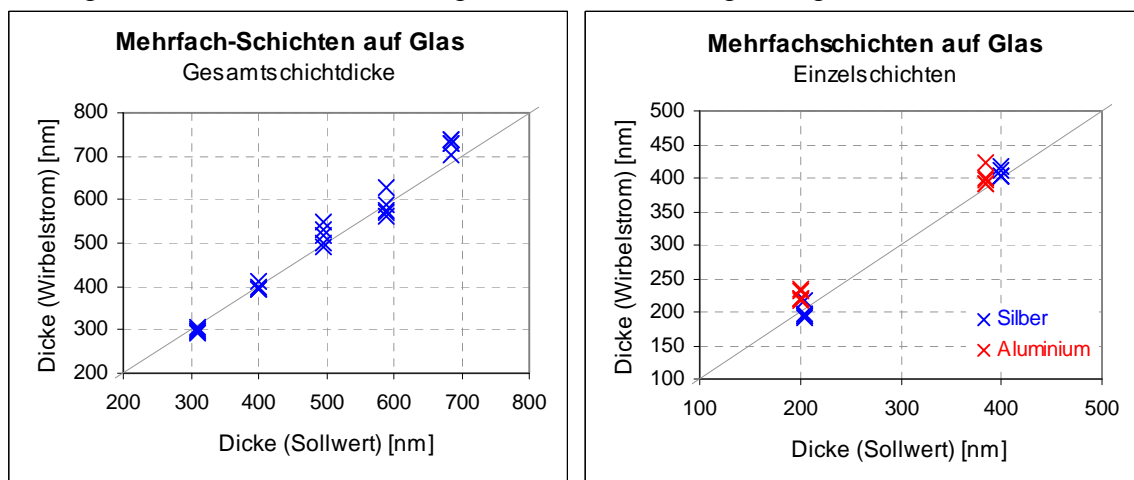


Abb. 7) Mit Wirbelstromverfahren ermittelte Schichtdicken als Funktion der realen Schichtdicke am Probensatz 3 (Mehrfach-Schichten): Linkes Diagramm: Messungen der Gesamtschichtdicke; Rechtes Diagramm: Messungen der Einzelschichten

Es wurde ein Messspalt von 40 mm verwendet. Zur Ermittlung der Gesamtdicke von Aluminium- und Silberschicht wurde mittels der Messwerte an den Proben multi-1 (kleinste Gesamtdicke) und multi-7 (größte Gesamtdicke) eine Kalibrierfunktion errechnet, mit welcher die Dickenwerte der verbleibenden Proben bestimmt wurde. Dabei wurde eine maximale Messabweichung von 55 nm erreicht. Da die Anteile von Aluminium und Silber in der Schicht stets unterschiedlich sind, schwankt die Gesamtleitfähigkeit der Schicht, was die relativ hohe Messabweichung erklärt.

Die Messung der einzelnen Schichten erfolgte jeweils mit dem Probensatz, bei dem die Dicke einer der beiden Schichten konstant bleibt. Dabei wurde die Messung der Silber-Schicht an den Proben multi-1 bis multi-4 untersucht, wobei anhand der Messwerte von multi-1 und multi-4 die Kalibrierfunktion erzeugt wurde. Die Messung der Aluminium-Schicht dagegen erfolgte an den Proben multi-2 und multi-5 bis multi-7, wobei die Kalibrierfunktion anhand der Messwerte von multi-2 und multi-7 erzeugt wurde. An der Silberschicht konnte dabei eine Messabweichung von maximal 17 nm nachgewiesen werden und an der Aluminium-Schicht wurde eine Messabweichung von maximal 38 nm gemessen. Hier zeigt sich der schon im Abschnitt 3 dargelegte Zusammenhang erneut, dass die Messgenauigkeit mit zunehmender Leitfähigkeit der Schicht umso höher wird. Unter der Voraussetzung, dass sich nur die Dicke einer Schicht eines mehrlagigen Schichtsystems

ändert, während die anderen als konstant angesehen werden können, kann die Dicke dieser variierenden Schicht recht exakt bestimmt werden.

5. Zusammenfassung und Ausblick

Es wurde gezeigt, dass eine Vielzahl von leitfähigen Schichtsystemen aus der Dünnschichttechnologie mit der Wirbelstromprüfung charakterisiert werden können. Die folgenden Tabelle 3 listet als Zusammenfassung die Messgenauigkeit aller vorgestellten Messergebnisse auf.

Tabelle 3: Auflistung der Messgenauigkeit der untersuchten Proben bei verschiedenen Sensor-Sensor-Abständen der Wirbelstrom-Transmissionsanordnung (Messspalt)

Einfach-Schichten				
Schichtmaterial	Bereich	Messspalt 20 mm	Messspalt 40 mm	Messspalt 60 mm
Kupfer (0,77 $\Omega/$ bei 50 nm)	5 – 100 nm	± 1 nm	$\pm 1,5$ nm	± 2 nm
TaSiN (98,6 $\Omega/$ bei 50 nm)	10 – 200 nm	± 20 nm	± 50 nm	± 100 nm
Mehrfach-Schichten				
Schichtmaterial	Bereich	Messspalt 20 mm	Messspalt 40 mm	Messspalt 60 mm
Silber (65 MS/m)	100 – 600 nm	± 10 nm	± 15 nm	± 17 nm
Aluminium (34 MS/m)	100 – 600 nm	± 21 nm	± 36 nm	± 35 nm
Gesamtschicht	100 – 600 nm	± 54 nm	± 55 nm	± 104 nm

Auch wurde gezeigt, dass die Verwendung der Transmissionsanordnung eine gegen Lageschwankungen robuste Inline-Prüfung von Beschichtungsprozessen ermöglicht. Das entwickelte Messsystem, der EddyCusTF®, ermöglicht mit einem Messspalt von bis zu 60 mm immer noch hochpräzise Dickenmessungen an leitfähigen Schichten im Nanometer-Bereich. Dabei werden bei gut leitfähigen Schichten wie beispielsweise Kupfer Messgenauigkeiten von 1 nm bei Schichtdicken zwischen 5 und 100 nm erreicht. Auch an Mehrfachschichten kann die Dicke einzelner Schichten sehr präzise ermittelt werden. Dies funktioniert unter der Voraussetzung, dass nur die Dicke einer der Schichten variiert. Durch Auswahl einer für jede Leitfähigkeit optimalen Messfrequenz kann die Genauigkeit des Verfahrens optimiert werden und Änderungen der Leitfähigkeit der Proben durch beispielsweise Temperaturschwankungen können im Messsignal von der Änderungen der Schichtdicke gut separiert werden. Damit bietet das EddyCusTF® - System ein präzises, gut automatisierbares Messsystem mit großem Potential für kosteneffektive Dickenmessungen von dünnen, leitfähigen Schichten.

Referenzen

- [1] K. Nitzsche, "Schichtmeßtechnik", Vogel-Buchverlag, technical book, 1. Auflage, 1996, ISBN 3-8023-1530-8
- [2] H. Heuer, S. Hillmann, M. Röllig, M. H. Schulze, K-J. Wolter, „Thin Film Characterization Using High Frequency Eddy Current Spectroscopy“, Conference on Nanotechnology, Genua, 2009
- [3] A. Yashan, „Numerische Modellierung von Wirbelstromaufgaben und Lösung des inversen Problems“, ZfP-Zeitung 67, Oktober 1999