

不同方法测量铜薄膜厚度的比较

段青松^{1,2}, 刘高斌^{*,1,2}, 韩忠^{1,2}

(1. 重庆大学, 重庆 400044; 2. 重庆大学物理实验国家级教学示范中心, 重庆 400044)

摘要: 利用磁致溅射方法在玻璃基片上沉积不同厚度的铜膜。利用台阶仪、反射光谱法、四探针电阻法分别测量铜薄膜的形状膜厚、光学膜厚、电阻膜厚。总结了三种方法的测量精度、测量范围和局限性。

关键词: 铜薄膜; 形状膜厚; 光学膜厚; 电阻膜厚

在现代科学技术中, 薄膜已有广泛的运用。薄膜厚度是薄膜性能参数的重要指标, 薄膜厚度是否均匀一致是检测薄膜各项性能的基础。目前, 薄膜厚度测量技术主要分为两大类, 一类是接触式膜厚测量法, 另一类则是非接触式膜厚测量法。前者被广泛采用的是台阶仪法, 其主要应用于较高硬度的薄膜, 通过探针在样品表面扫描, 扫描出样品表面薄膜的高低起伏, 优点是稳定性好, 测量结果迅速准确, 但由于探针在薄膜表面移动, 对薄膜存在一定的破坏性。后者根据测量原理的不同, 可大致分为机械称重法、光学法、电学法和磁学法^[1]。

铜薄膜具有低电阻率、高抗电迁移能力和良好导热性能, 在大规模集成电路中作为互连材料得到广泛的应用。纳米厚度的铜薄膜, 性质与块材有较大不同, 光电学性质有明显的尺寸效应, 并与薄膜厚度有着较大关系^[2]。本文用三种不同的方法测量了铜膜膜厚, 比较研究了测量方法与所测膜厚的关系, 发现三种方法均存在测量精度和局限性, 对薄膜厚度测量方法的选择具有指导意义, 同时可以直观理解“薄膜厚度是一个严格与测量方法相关的量, 不同测量方法测量的结果之间会存在差异”, 进一步加深理解形状膜厚、质量膜厚和物性膜厚的概念。

1. 铜薄膜厚度的测量方法及原理

1.1 台阶仪法

台阶仪是由一维的力反馈式计算机控制的表面形貌分析仪, 具有台阶测试、形貌检测和应力分析等功能。台阶仪通过一个探针在样品表面扫描, 记录探针在物体表面的垂直位移, 得出样品表面的高低起伏, 就可达到测量薄膜厚度、粗糙度等物理参数的目的, 因此得到的是形状膜厚。这种测量方法的优点是稳定性好, 分辨率高, 测量范围大, 但作为一种基于机械运动的探针测量设备, 其精度受到许多因素的限制, 特别是当遇到两个特别相邻的台阶式就无能为力。另外, 用这种方法测量薄膜厚度时, 需要露出薄膜基底作为阶梯, 因此往往需要对薄膜进行二次加工, 即刻蚀台阶, 会破坏膜层结构。测量时探针在薄膜表面移动, 也会给薄膜造成一定的伤害和污染^[3]。

1.2 四探针电阻法

四探针法是一种简便的测量薄膜电阻的方法。测试时, 当电流源输入小电流 I 时, 会在薄膜表面产生电压降 U , 测量得到的方块电阻 R_{\square} 为^[4]:

收稿日期: 2017-07-03

* 通信作者

$$R_{\square} = \frac{\rho}{d} = \left(\frac{\pi}{\ln 2} \right) \frac{U}{I} \quad (1)$$

式中 ρ 为薄膜的电阻率, d 为薄膜的厚度。因而当利用体相材料的电阻率近似等于薄膜的电阻率时, 可利用此原理测量薄膜的厚度, 即最终得到薄膜厚度 d 的计算公式为:

$$d = \rho / \left(\frac{\pi}{\ln 2} \times \frac{U}{I} \right) \quad (2)$$

该方法只需测量电学参量, 即方块电阻 R_{\square} , 则可测量薄膜的厚度, 因此称之为薄膜厚度的电学测量法, 其膜厚称之为电阻膜厚。

由于薄膜的电阻率 ρ 随着膜厚减小会变大, 利用体相的电阻率来代替薄膜的电阻率, 会有一定的局限性, 实验发现, 所测薄膜厚度不能太小。

1.3 反射光谱法

光学法中, 两种最常用的是反射光谱法和椭圆偏光法。两种方法都是利用分析反射光确定电介质、半导体和金属薄膜的厚度和折射率, 主要区别在于椭圆偏光法测量小角度从薄膜反射的光, 而反射光谱法测量从薄膜垂直反射的光。反射光角度的不同造成两种方法在成本, 复杂度和测量能力上的不同。椭圆偏光法因为需要分析反射光的偏振和强度, 需要精密昂贵的椭圆偏振仪; 而反射光谱法测量的是垂直光, 忽略偏振效应, 用简单低成本的分光光度计即可^[5]。本文在测量铜膜厚度时, 采用的是反射光谱法。

对于弱吸收薄膜, 在基本光吸收区取一级近似, 则透射率 T 、反射率 R 和吸收系数 α 满足关系式^[6]:

$$T \approx (1-R)e^{-\alpha d} \quad (3)$$

和:

$$R = \frac{(n-1)^2 + k^2}{(n+1)^2 + k^2} \quad (4)$$

式中 d 为薄膜的厚度, n 和 k 分别为折射系数和消光系数。对于弱吸收薄膜, $k^2 \ll (n-1)^2$, 因而有

$$n = \frac{1 + \sqrt{R}}{1 - \sqrt{R}} \quad (5)$$

在光垂直入射薄膜的情况下, 由于薄膜干涉现象, 反射光谱和透射光谱都会各自随薄膜的光学厚度(薄膜的折射率 n 和膜厚 d 之积)发生周期性的变化, 呈现出一系列的极大和极小, 出现干涉条纹^[5]。

有关薄膜干涉条纹的公式为,

$$nd = m \frac{\lambda}{4} \quad (6)$$

式中 m 为一整数, 这个式子显然满足于反射率曲线极值条件, 而且, 如果 n_1 和 n_2 分别为波长 λ_1 和 λ_2 所对应的两个连续极值点的折射率, 则薄膜厚度为:

$$d = \frac{\lambda_1 \lambda_2}{2(n_1 \lambda_1 - n_2 \lambda_2)} \quad (7)$$

因此利用反射光谱得到光学厚度与薄膜的关系，即可以测量薄膜的厚度，测量结果称之为光学膜厚。

2. 实验

实验中，薄膜沉积设备采用的是 JGP-450 型双室磁控溅射沉积系统，高纯铜（纯度 99.99%）为溅射靶材，沉积的本底真空为 3×10^{-4} Pa，基片温度为常温，溅射气体为高纯氩气。基片为载玻片，其尺寸为 $35\text{mm} \times 25\text{mm} \times 1\text{mm}$ ，基片用去离子水、丙酮、无水乙醇辅助超声清洗进行了清洁处理。通过改变溅射时间、溅射功率、溅射压强三个工艺参数在玻璃基片上沉积不同厚度的铜薄膜，分别编号 1-9。

铜薄膜厚度测量先采用 UV-3600 紫外可见分光光度计（波长范围为 200-800nm）测量反射光谱，然后运用前述原理得到光学膜厚；用 Keysight B2900A 型精密源测量单元得到铜薄膜的方块电阻并计算获得电阻膜厚；用 Dektak 150 型台阶仪直接测量铜膜的形状膜厚。

3. 结果及讨论

表 1. 三种方法测量的铜膜膜厚结果

样品编号/膜厚 (nm)	台阶仪	电学	光学
1	1172.0	1238.3	587.4
2	737.0	782.4	573.5
3	564.3	506.5	565
4	526.3	457.9	513
5	344.7	244.9	331.9
6	329.0	196.2	319.2
7	243.0	97.2	280.6
8	208.7	22.4	171
9	93.3	5.1	133.2

图 1 表示了分别使用台阶仪、电阻法、光学法测量铜薄膜样品厚度时，所得形状膜厚、电阻膜厚、光学膜厚的对比和变化趋势。横轴为 1-9 号样品，纵轴为相应膜厚。对于每一个样品，从左至右所测膜厚依次为形状膜厚、电学膜厚和光学膜厚，对应测量方法分别为台阶仪、电阻法和反射光谱法。由于台阶仪测量精确快速，测量得到的形状膜厚可以视作膜厚的参考指标。随着样品序号的增大，三种方法测量得到的膜厚结果均逐渐减小，铜薄膜厚度从 1200nm 减小到 100nm 附近。对于电学法，当铜膜形状膜厚大于 400nm 时，电学膜厚与形状膜厚基本相符，而随着膜厚的进一步降低，其与物性膜厚的差值逐渐变大，可信度降低，说明电学法不适用测量较薄铜膜，即存在最小可测铜膜厚度。对于光学法，前四号样品测量结果接近，说明其无法区分厚度较大的薄膜，而当薄膜厚度进一步降低时，光学膜厚发生变化，

与形状膜厚之间的误差逐渐减小,说明光学法适用于厚度较小的薄膜,有最大可测铜膜厚度。

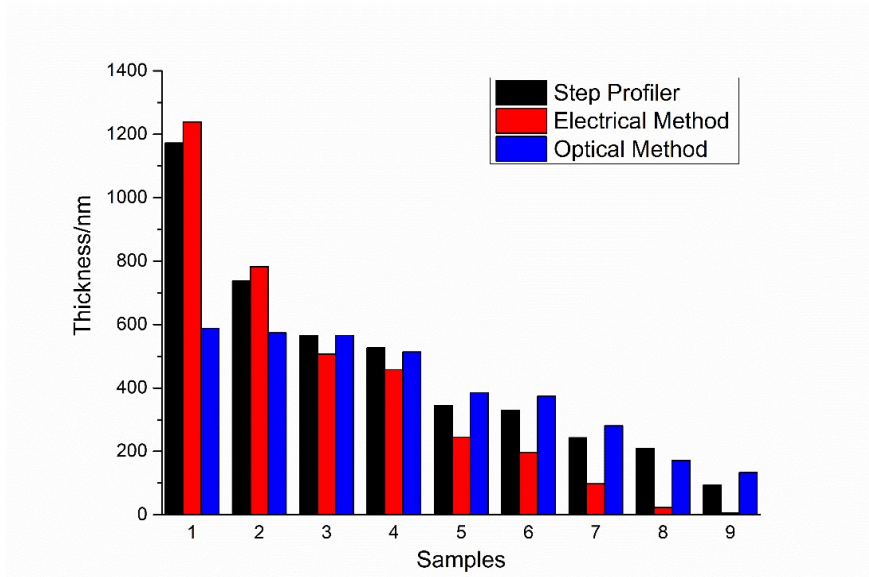


图 1 三种方法测量的铜膜膜厚结果

3.1 四探针电阻法误差分析

由于薄膜的电阻率 ρ 随着膜厚减小有较大变化,而在计算中用体相的电阻率来代替薄膜的电阻率,若为了减小膜厚对电阻率变化的影响,则要求所测薄膜厚度不能太小,即存在最小可测膜厚。

下面以台阶法测得的形状膜厚为参考膜厚,根据公式, $\rho = \frac{\pi}{\ln 2} \times \frac{U}{I} \times d$, 计算铜薄膜的电阻率,分析铜薄膜电阻率与厚度之间的关系。

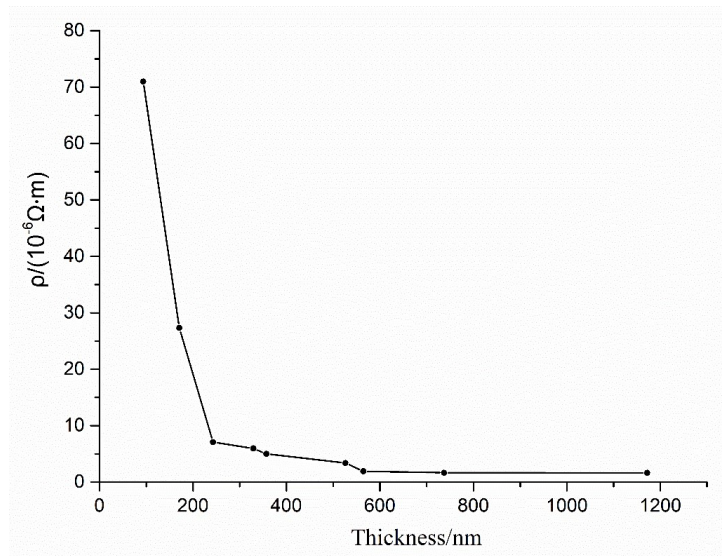


图 2 Cu 薄膜电阻率与厚度之间的关系

Cu 薄膜的电阻率与厚度的关系如图 2 所示。当薄膜厚度 $< 600\text{nm}$ 时,随着膜厚的减小,Cu 薄膜电阻率迅速增大,此时体相电阻率与薄膜电阻率差别较大,无法适用电阻法的测量原理;而当薄膜厚度 $> 600\text{nm}$ 时,其电阻率随着薄膜的增加缓慢变化,并趋于体相电阻率,

此时适用电阻法的测量原理。因而对于四探针电阻法，其不太适应测量纳米薄膜的厚度，最小可测厚度为 600nm。

3.2 不同铜薄膜厚度的反射光谱分析

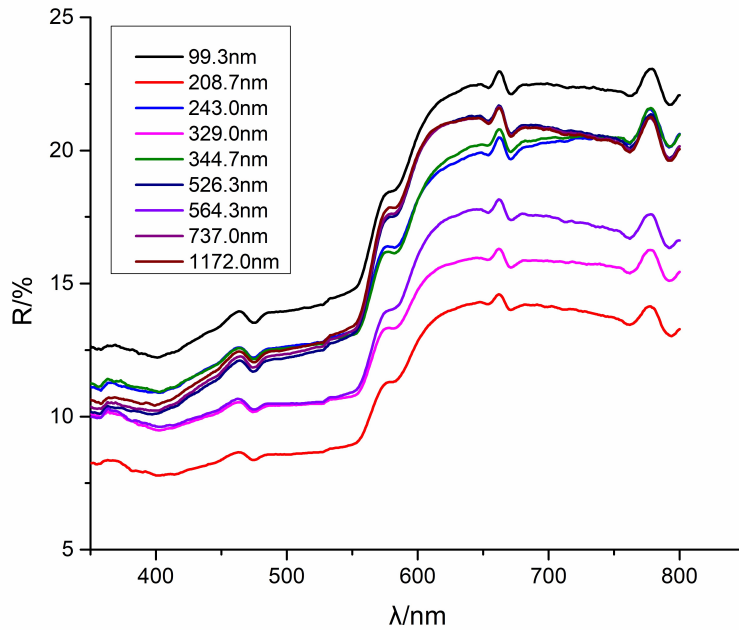


图3 不同厚度 Cu 薄膜的反射光谱

图 3 是不同厚度 Cu 薄膜在 350nm 到 800nm 的反射光谱，厚度采用的是台阶仪测量得到的形状膜厚，反射率的变化比较复杂。当薄膜厚度增加时，反射率呈现先减后增，再减又增，最后趋于相同非单调变化的特点。根据整体薄膜反射率变化的趋势，可将反射光谱划分为弱反射区域和强反射区域。图中在波长 550nm 附近，铜膜反射率突然增加，这是由于 Cu 的带内跃迁引起的^[7]。根据前述反射光谱法测量铜膜厚度的理论，利用反射光谱的极值点进行计算机拟合，即可得到对应的光学膜厚。

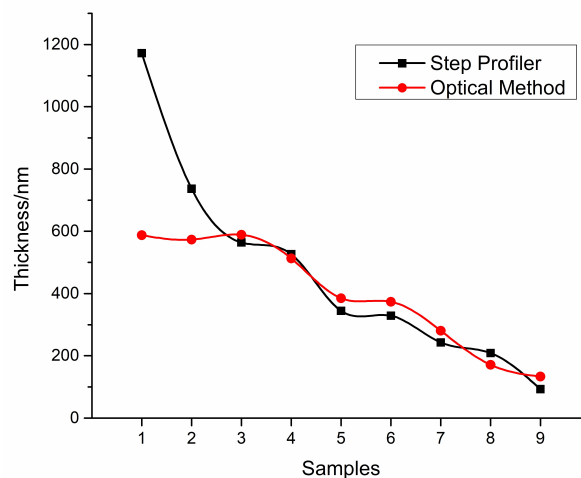


图4. 反射光谱法与台阶仪法测量结果比较

反射光谱法的原理要求，所测铜薄膜为弱吸收薄膜，而随着铜薄膜厚度的增加，薄膜对光的吸收也逐渐增强，则说明此法不适用于较厚的薄膜。图 4 是光学法与台阶仪法所测膜厚

的对比图。一开始二者误差较大，而随着薄膜厚度和薄膜对光的吸收逐渐减少时，二者逐渐接近，误差慢慢变小。理论分析与实验的一致，既体现了反射光谱法的正确，但也说明了此法只适用于较薄的铜膜。

3.3 反射光谱法的误差分析

光波是电磁波，在金属中传播会因热损耗而衰减，由于有衰减因子，电磁波只能透入金属表面薄层内，大部分能量在金属的几何表面被反射回去。穿透深度 $\delta \approx \sqrt{\frac{2}{\omega\mu\rho}}$ ，对于金属铜，当用 $\lambda_0=10^{-3}\text{cm}$ 红外区波照射时，穿透深度为 6.1nm ^[8]。对于纳米金属薄膜，其尺寸小于穿透深度或与之相当，穿透效应变得十分显著。随着铜薄膜厚度的增加，反射增加，透射减小。当薄膜厚度为 100nm 时，透过的光就比较少，而此时的反射较大^[9]。反射光谱法的原理是一单色光垂直入射到一个膜层，膜层的上表面和下表面的反射光在膜层上表面处产生干涉。如果单色光无法透过铜膜从膜层下表面反射回来，就无法计算铜膜厚度。因此，反射光谱法要求光能够透过铜膜，即铜膜是透明或半透明的。这就说明了所测铜膜不能太厚，有一最大可测厚度。

另外，金属 Cu 薄膜的吸收特性随着波长的增加而增加，属于选择性吸收，并且长波区域远大于短波区域^[10]，可知薄膜对长波的吸收比较大，因而在对反射光谱进行数据分析时，应选择短波长的反射光谱。

4. 总结

在本文中，我们分别采用了台阶仪、四探针电阻法、反射光谱法对不同铜膜的膜厚进行了表征，由测量结果比较可知，台阶仪法操作快速便捷，所得形状膜厚准确可靠，但测量前要求对样品进行处理，测量时还对样品表面有不可逆的损伤；反射光谱法事先不用对样品进行处理，由于电磁波只能进入金属有限的深度内，而此方法的原理要求光在薄膜下存在反射，因而反射光谱法对于铜薄膜存在最大可测厚度，即铜膜是透明或半透明的。四探针电阻法受铜薄膜电阻率随膜厚变化的影响，存在最小可测铜膜厚度，实验分析表明最小膜厚为 600nm 。

以上三种测量薄膜厚度的方法都存在一定的测量精度、测量范围和局限性，因而为了确保所得膜厚的准确性，最好采用两种或两种以上方法对同一样品进行辅助测量或相互验证，并根据条件和误差要求，选择适用的测试方法。

参考文献：

- [1] 王浩，邹积岩. 薄膜厚度测量技术[J]. 微细加工技术, 1993(1):55-60.
- [2] 肖荣辉，郑卫峰，郑明志，等. 铜膜厚度对铜膜结构和光电学性质的影响[J]. 福建师大学报(自然科学版), 2010, 26(6):49-53.
- [3] 石丽芬，单传丽，陈琼. 薄膜厚度测试方法的比较[J]. 中国玻璃, 2011(6):3-6.
- [4] 陈皓帆，杨丽红. 磁控溅射工艺参数对 Cu 薄膜电阻率的影响[J]. 电子元件与材料, 2013, 32(4):12-15.

- [5] 陈恭敬. 光学薄膜常数计算方法与测量系统的研究[D]. 电子科技大学, 2005.
- [6] 刘高斌, 王新强, 冯庆, 等. 电子束蒸发制备 CuAlO₂ 透明导电膜及光学性质[J]. 功能材料, 2007, 38(12):1941-1943.
- [7] Fox M. Optical Properties of Solids. New York: Oxford University Press, 2001. 47~ 69
- [8] M. 波恩 E. 沃尔夫 光学原理 [M]. 科学出版社
- [9] 孙可为. 纳米金属薄膜的光学性质[D]. 兰州大学, 2006.
- [10] 卢进军, 李向阳, 孙雪平. 膜层厚度对金属薄膜光学常数的影响[J]. 光学技术, 2012, 38(5):602-606.
- [11] 蒋再富, 张定梅. 基于分光计平台的激光波长测量装置的设计[J]. 大学物理实验, 2017, 30(2): 35-40.
- [12] 赵永潜, 张亚萍, 许广建, 等. 基于分光计的光栅光谱特性研究[J]. 大学物理实验, 2016, 29(4): 29-32.

Comparison of Different Methods for Measuring Copper Film Thickness

DUAN Qing-song^{1,2}, LIU Gao-bin^{*1,2}, HAN Zhong^{1,2}

(1. Chongqing University, Chongqing 400044; 2. National Experimental Teaching Demonstration Center of College Physics Labs, Chongqing University, Chongqing 400044)

Abstract: Nano-copper film was deposited on glass substrates by magnetron sputtering equipment. The film thickness was measured by reflection spectroscopy method, four probes method and a stylus profiler. All the three methods have limitation with accuracy and measurement range.

Key Words: copper thin films; shape film thickness; optical film thickness; electrical film thickness