

## Ćwiczenie nr 6

### Pomiary grubości cienkich warstw metodą prążków interferencyjnych równej grubości

#### I. Przyrząd:

- Mikroskop interferencyjny do pomiaru grubości cienkich warstw

#### II. Cele ćwiczenia

1. Zapoznanie się z metodą interferencji wielopromieniowej pomiaru grubości cienkich warstw
2. Zapoznanie się z budową mikroskopu interferencyjnego do pomiaru grubości cienkich warstw
3. Pomiar grubości cienkich warstw metodą wielopromieniową
4. Analiza oraz interpretacja otrzymanych wyników eksperymentalnych

#### III. Wstęp

Istnieje wiele metod pomiaru grubości cienkich warstw. Grubości zmierzone różnymi metodami na ogół nie pokrywają się.

Najwcześniejszą metodą, do dzisiaj stosowaną, jest metoda wagowa. W metodzie tej przyjmuje się, że grubość cienkiej warstwy to grubość, którą miałaby warstwa gdyby materiał był równomiernie rozłożony na powierzchni podłoża z gęstością litego materiału. Grubość warstwy oblicza się na podstawie wzoru:

$$d = \frac{m}{\rho s}$$

gdzie:

$m$  - masa naniesionego materiału na powierzchnię podłoża,

$s$  - wielkość powierzchni,

$\rho$  - gęstość równa gęstości litego materiału.

Tak określona grubość jest grubością średnią na powierzchni  $s$ . Niestety w przypadku bardzo cienkich warstw materiał nanoszony nie rozkłada się na podłożu równomiernie lecz w postaci ziaren, które w miarę zwiększania się ilości osadzanego materiału przechodzą w porowate aglomeraty a następnie przyjmują strukturę ciągłą, przy czym szybkość osiągania struktury ciągłej zależy od rodzaju nanoszonego materiału, rodzaju podłoża i technologii nanoszenia. Gęstość materiału warstwy jest na ogół różna od gęstości litego materiału oraz mimo, że warstwy są nanoszone na podłoża o powierzchni możliwie płaskiej i gładkiej, to jednak powierzchnie te mają prawie zawsze makro- i mikronierówności, rzeczywista wielkość powierzchni, na którą nanoszona jest warstwa, jest różna od powierzchni określonej z rozmiarów geometrycznych podłoża.

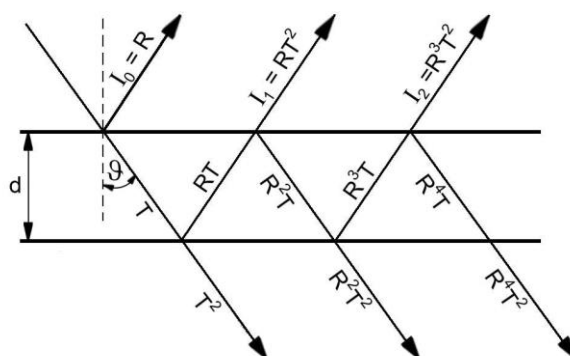
Dokładniejsze wartości grubości cienkich warstw można otrzymać przy pomocy metod optycznych. Jedną z tych metod, opierającą się na zjawisku interferencji światła przedstawiono w niniejszym ćwiczeniu.

#### 1. Pomiar grubości warstw metodą interferencji

Często stosowaną metodą pomiaru grubości cienkich warstw jest metoda prążków interferencyjnych równej grubości (prążki Fizeau). Metodę tę, przy wykorzystaniu interferencji wielopromieniowej, zastosował i rozpowszechnił S.Tolansky [2].

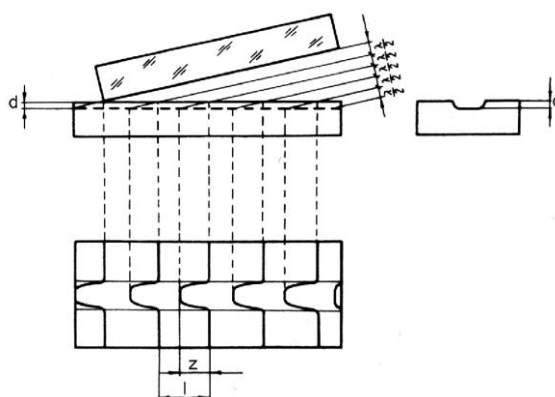
Niech na warstwę płaskorównoległą dielektryka o grubości  $d$  (warstwa interferencyjna) pada monochromatyczna fala płaska o natężeniu przyjętym za jednostkę. Załóżmy ponadto, że energetyczny współczynnik odbicia fali od obu powierzchni granicznych warstwy jest taki sam i wynosi  $R$ , natomiast energetyczny współczynnik transmisji fali przez powierzchnie graniczne ośrodków wynosi  $T$ .

Fala na obu powierzchniach ograniczających warstwę interferencyjną doznaje wielokrotnego podziału na wiązkę przechodzącą i odbitą (Rys.1). W rezultacie zarówno w świetle przechodzącym jak i odbitym, otrzymuje się szereg spójnych wiązek światła, które mogą ze sobą interferować. Jeżeli pominie się odbitą wiązkę zerową, to natężenia kolejnych wiązek odbitych maleją w postępie geometrycznym, fazy ich natomiast rosną w postępie arytmetycznym. Jeżeli powierzchnie ograniczające warstwę interferencyjną charakteryzują się niskim współczynnikiem odbicia (to znaczy powierzchnie te nie są np. pokryte półprzepuszczalnymi warstwami zwierciadlanymi metalowymi lub dielektrycznymi), wtedy natężenia wiązek odbitych wyższych rzędów są tak małe, że w zjawisku interferencji biorą udział praktycznie tylko dwie wiązki. Mamy wówczas do czynienia z interferencją dwupromieniową.



**Rys.1.** Podział wiązki światła padającej na warstwę płaskorównoległą na część odbitą i przepuszczoną

Jeśli powierzchnie ograniczające warstwę interferencyjną są powierzchniami półprzepuszczalnych zwierciadeł o dużym współczynniku odbicia, to w interferencji biorą udział również wiązki wyższych rzędów. Zachodzi wówczas zjawisko interferencji wielopromieniowej.

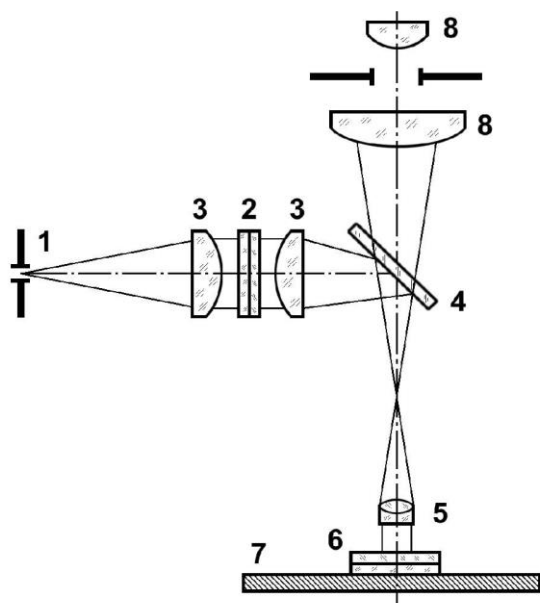


**Rys.2.** System płytek interferencyjnych i obraz prążków interferencyjnych w klinie powietrznym z kanałkiem

## 2. Interferencja wielopromieniowa

W przypadku interferencji wielopromieniowej klin interferencyjny realizuje się w następujący sposób: na powierzchnię sprawdzianu optycznego nanosi się tak jak poprzednio badaną warstwę, a na nią nieprzeźroczystą warstwę metalu o wysokim współczynniku odbicia  $R$ . Na powierzchnię drugiego

sprawdzianu nakłada się półprzeźroczystą warstwę metalu (najczęściej srebra) charakteryzującego się małą absorpcją lub stosuje się wielowarstwowe pokrycie dielektryczne o dużym dla danej długości fali współczynniku odbicia. Obie płytki, złożone jak pokazano na rys.2, tworzą klin powietrzny ograniczony powierzchniami o dużym współczynniku odbicia. Płytki te umieszcza się w uchwycie, który umożliwia regulację wartości kąta klina oraz regulację położenia krawędzi klina w kierunku prostopadłym do krawędzi uskoku lub kanału. Wtedy przesunięcie prążka interferencyjnego występuje najwyraźniej i pomiar jest najwygodniejszy.



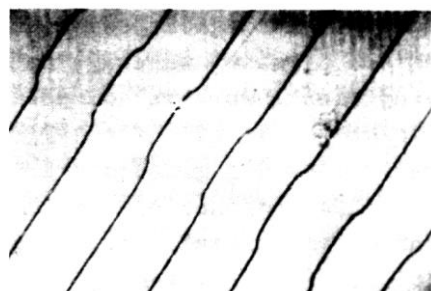
**Rys.3.** Schemat mikroskopu interferencyjnego do pomiaru grubości warstw metodą interferencji wielopromieniowej

Na rys. 3 przedstawiono schemat mikroskopu do pomiarów grubości warstw metodą interferencji wielopromieniowej. Uchwyt z płytkami ustawia się na stoliku (7). Mikroskop interferencyjny jest to w zasadzie mikroskop o małym powiększeniu (na ogół nie przekraczającym wartości 100), z oświetlaczem episkopowym. Obraz źródła światła rzuca się na diafragmę aperturową oświetlacza (1). Wiązka światła po przejściu przez filtr (2) i soczewkę (3) oraz po odbiciu od półprzepuszczalnego zwierciadła (4) zostaje skupiona w ognisku obiektywu (5) mikroskopu i pada jako monochromatyczna, równoległa wiązka prostopadle na górną powierzchnię klina interferencyjnego (6). Przez okular (8) obserwuje się szereg prążków Fizeau.

Natężenie światła odbitego, w przypadku gdy warstwa interferencyjna jest całkowicie wolna od absorpcji, wyraża się wzorem Airy'ego [5]:

$$J = \frac{F \sin^2(\pi p)}{1 + F \sin^2(\pi p)}$$

gdzie  $p$  jest rzędem interferencji,  $F$  to tzw. współczynnik finezji i  $F = 4R/(1 - R)^2$  oraz  $R = \sqrt{R'_1 R'_2}$  ( $R'_1$  i  $R'_2$ ) określają współczynniki odbicia powierzchni ograniczających warstwę interferencyjną od strony warstwy, a szerokość połówkowa prążka  $\omega = 2/\pi\sqrt{F}$ .



**Rys.4.** Prążki Fizeau interferencji wielopromieniowej

Jak widać ze wzoru Airy'ego, natężenie światła odbitego jest nadal oscylującą funkcją rzędu interferencji  $p$  i kształt prążków interferencyjnych zależy od współczynnika fazy:  $F = f(R)$ . W rezultacie w polu interferencyjnym obserwuje się wąskie ciemne prążki na jasnym tle (rys.4).

Jeżeli dokładność lokalizacji prążka przyjmujemy równą  $10^{-1}$  w to możemy oszacować, że w jednostkach długości wynosi ona ok. 0,5 nm.

Wzór Airy'ego na natężenie światła odbitego od warstwy interferencyjnej jest słuszny gdy:

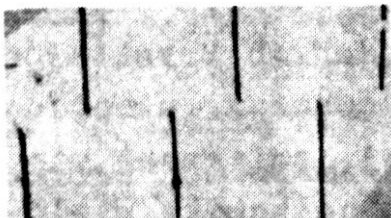
- a) warstwa interferencyjna jest całkowicie wolna od absorpcji,
- b) warstwa interferencyjna jest płaskorównoległa, a rząd interferencji jest wyłącznie funkcją grubości warstwy,
- c) wiązka światła padająca na warstwę jest ściśle równoległa,
- d) wiązka światła padająca na warstwę jest monochromatyczna,
- e) powierzchnie ograniczające warstwę interferencyjną są pozbawione mikronierówności.

Ponieważ warunki te są zwykle trudne do spełnienia, to analiza wykazała, że wzór Airy'ego można stosować, gdy:

- a) półprzepuszczalne zwierciadło jest cienką warstwą srebra odpowiednio naporowanego o współczynniku odbicia  $R \geq 60\%$ ,
- b) kąt klina jest bardzo mały i nie przekracza  $25'$ ,
- c) kąt rozbieżności wiązki nie przekracza  $3^\circ$ ,
- d) stosuje się pojedynczą linię widmową lamp niskociśnieniowych,
- e) jako płytki-podłoża stosuje się sprawdziany optyczne.

Aby przesunięcie prążków Fizeau było spowodowane tylko zmianą grubości klina na uskoku lub kanale, czyli grubością badanej cienkiej warstwy, skok fazy przy odbiciu od całej powierzchni dolnej płytki musi być jednakowy i dlatego musi się stosować nieprzezroczystą warstwę odbijającą. Warstwa ta powinna mieć dużą wartość współczynnika odbicia, gdyż decyduje to o wartości połowkowej szerokości prążków, a więc o dokładności pomiarów.

Prążki Fizeau interferencji wielopromieniowej w świetle odbitym umożliwiają pomiar grubości cienkich warstw od wartości rzędu 2 nm do wartości kilku mikrometrów, przy czym z pomiarem bardzo małych grubości i tych największych są związane specyficzne trudności i nieokreśloności. Cienkie warstwy poniżej pewnej grubości granicznej, zależnej od rodzaju materiału warstwy, rodzaju podłoża i technologii nanoszenia, mają strukturę nieciągłą, ziarnistą, która w miarę wzrostu grubości przechodzi w aglomeratową a następnie dopiero w strukturę ciągłą aż przyjmuje własności litego materiału. W przypadku cienkich warstw srebra doświadczenie wykazało, że dolna granica pomiaru ich grubości wynosi około 5nm.



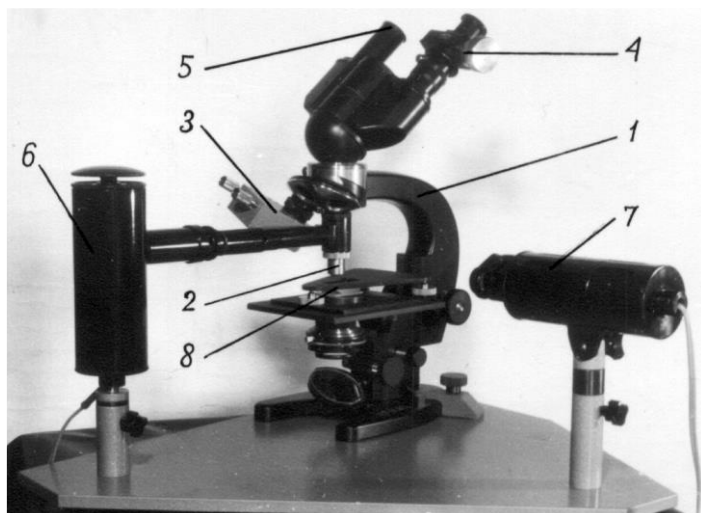
Rys.5. Prążki interferencyjne dla warstwy z uskokiem

Trudności związane z pomiarem dużych grubości cienkich warstw polegają na tym, że przy dużym przesunięciu prążków może być trudno przyporządkować prążki przesunięte nie przesuniętym, szczególnie gdy krawędź uskoku lub kanału jest ostra i nie ma połączenia między nimi (rys.5). Dla dużych grubości cienkich warstw korzystniejsze są pochylone krawędzie uskoku lub kanału tak, aby istniało połączenie między prążkami nie przesuniętymi i przesuniętymi (rys.10). Przy małym kącie

kłina i dużej grubości cienkiej warstwy przesunięty prążek może się znaleźć poza polem widzenia mikroskopu. Przy większych kątach kłina prążki mogą być tak zagęszczone, że także może zaistnieć trudność we wzajemnym przyporządkowaniu prążków przesuniętych i nieprzesuniętych. Z tego względu górna granica pomiaru grubości cienkich warstw jest rzędu kilku mikrometrów.

Przyrządem umożliwiającym pomiar w szerokim zakresie grubości ( $8 \text{ nm} \div 8 \text{ }\mu\text{m}$ ) jest mikroskop interferencyjny skonstruowany przez A. Kubicę [6].

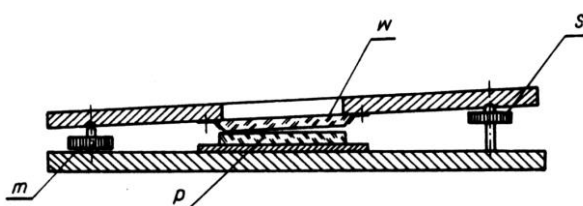
### 3. Mikroskop interferencyjny do pomiaru grubości cienkich warstw



**Rys.6.** Ogólny widok mikroskopu:

- 1-mikroskop
- 2-nasadka do interferencji wielopromieniowej
- 3-nasadka do interferencji dwupromieniowej
- 4-okular ze śrubą mikrometryczną
- 5-okular z krzyżem celowniczym
- 6-oświetlacz z lampą rtęciową HQE-40
- 7-oświetlacz z lampą żarową 6V, 20W
- 8-stolik interferencyjny

Na rys.6 przedstawiono ogólny widok przyrządu. Na metalowej płycie ustawiony jest mikroskop (1), w którego uchwyt rewolwerowy wkręcone są dwie nasadki interferencyjne: do interferencji dwupromieniowej (3) i wielopromieniowej (2). Oświetlacz (7) z lampą żarową i włączonym filtrem interferencyjnym służy do oświetlenia nasadki (3) światłem białym lub monochromatycznym. Na stoliku mikroskopu umieszczony jest stolik interferencyjny (8) służący do utworzenia kłina interferencyjnego między powierzchnią badanej próbki a powierzchnią płytki wzorcowej (rys.13). Zamiast okularu ze śrubą mikrometryczną w zestawie używana jest kamera CCD umożliwiająca robienie zdjęć obrazowi interferencyjnemu i ich późniejszej obróbce na komputerze.



**Rys. 7.** Stolik interferencyjny:

- $p$  – próbka mierzona,
- $w$  – płytka wzorcowa,
- $m$  – śruba ustalająca położenie krawędzi kłina,
- $s$  – dwie śruby regulacji kąta kłina.

Za pomocą nasadki wielopromieniowej (2) uzyskuje się w tym klinie wąskie prążki, jak na rys.8. Zakres pomiaru grubości warstw wynosi  $8 \text{ nm} \div 1,5 \text{ }\mu\text{m}$

#### IV. Pomiary grubości cienkich warstw

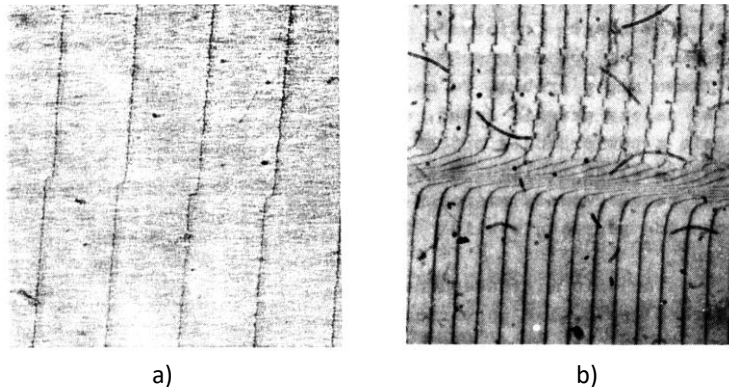
##### 1. Przygotowanie próbki do pomiaru grubości warstwy

Mierzona próbka musi mieć na swojej powierzchni uskok, którego głębokość jest równa grubości mierzonej warstwy. Wykonuje się go w ten sposób, że płytkę podłożową tylko częściowo pokrywa się badaną warstwą o grubości  $d$  stosując w czasie nanoszenia warstwy przesłonę. Po usunięciu przesłony nanosi się nieprzeźroczystą warstwę srebra o wysokim współczynniku odbicia  $R$ .

##### 2. Pomiar przy użyciu interferencji wielopromieniowej (nasadka 2)

Na płycie stolika (8) (rys.7) umieszcza się badaną próbkę w taki sposób, by uskok biegł w kierunku oświetlacza (6). Śruby stolika należy wykręcić tak, aby po nałożeniu jego górnej płyty płytka wzorcowa nie stykała się z próbką. Po nałożeniu tej płyty śrubę środkową stolika należy wkręcać dotąd, aż płytka wzorcowa zetknie się swą krawędzią z powierzchnią próbki.

Stolik interferencyjny umieszcza się następnie na stoliku mikroskopu w sposób pokazany na rys.6, by zaobserwować w środku pola widzenia mikroskopu krawędź utworzonego poprzednio klina interferencyjnego (włączona lampa rtęciowa lub oświetlacz halogenowy z filtrem interferencyjnym). Po ustawieniu mikroskopu na ostre widzenie prążki interferencyjne będą bardzo gęste. Ich poszerzenie uzyskuje się przez zmniejszenie kąta klina, tj. przez wkręcanie pozostałych obu śrub stolika w ten sposób, aby prążki interferencyjne stałe były równoległe do krawędzi klina. Po ustawieniu 4÷ 8 prążków interferencyjnych w polu widzenia, przesuając stolik interferencyjny (8) na stoliku mikroskopu odnajduje się uskok jak na rys.8 a,b.



**Rys.8.** Obraz prążków interferencji wielopromieniowej dla warstwy:

a) o grubości  $d < \lambda/2$

b) o grubości  $d > \lambda/2$

Okular mikrometryczny (jeśli używany) należy ustawić tak obracając go w tubusie, by jedno z jego ramion było równoległe do kierunku prążków, a następnie zablokować (bocznym pokrętkiem). Z pomiaru przesunięcia prążka  $z$  oraz odległości dwóch kolejnych prążków  $l$  (rys.2) wyznacza się grubość warstwy na podstawie wzoru:

$$d = n \frac{\lambda}{2} + \frac{z\lambda}{l2} \quad (1)$$

w którym:

$n$  – liczba całkowita ilości prążków interferencyjnych w uskoku,

$z/l$  – jak poprzednio liczba ułamkowa.

Przykładowo na rys.8b  $n=7$ , zaś  $z/l = 0,8$  skąd  $d = 2,13\mu\text{m}$ . W praktyce, w przypadku, gdy  $d > \lambda/2$  czasami trudno wyraźnie zaobserwować przebieg prążka interferencyjnego na bocznych ściankach

uskoku i łatwo można się pomylić przy przeliczaniu  $n$ . Poszerzenie zakresu pomiaru daje zastosowanie interferencji dwupromieniowej.

#### **V. Opracowanie wyników**

1. Wyznaczyć grubości badanych próbek w oparciu o wzór (1).
2. Przeprowadzić analizę statystyczną wyników pomiarów uwzględniając wielokrotną lokalizację prążków interferencyjnych.
3. Oszacować dokładność pomiarów, wyliczyć niepewności bezwzględne i względne grubości warstw.

#### **Literatura**

- [1] Ćwiczenia Laboratoryjne z Fizyki Cienkich Warstw (praca zbiorowa pod red. C. Wesołowskiej), Wydawnictwa Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 1975 (ćw. 2, Pomiar grubości cienkich warstw metodą prążków interferencyjnych równej grubości, K Fulińska, A. Kubica)
- [2] Tolansky S., Multiple Beam Interferometry of Surfaces and Films – Clarendon Press. Oxford 1948.
- [3] Kowalik W., Zając M., Wstęp do ćwiczeń z interferencji i dyfrakcji światła. Ćwiczenia laboratoryjne z fizyki t.4, Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 1997. [4] Dubik B., Zając M., Elementy Interferometrii, Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 1998.
- [5] Meyer-Arendt J.R. Wstęp do optyki, PWN, Warszawa 1977
- [6] Kubica A., Mikroskop interferencyjny do pomiaru grubości cienkich warstw dla szerokiego zakresu grubości. Przegląd Elektroniki Nr 5, 1968.

(Opracowano na podstawie instrukcji autorstwa dr Ewy Oleszkiewicz)