

MERITEV DEBELINE TANKIH PLASTI V SEM S SIGNALOM POVRATNO SIPANIH ELEKTRONOV

MEASUREMENTS OF THIN FILM THICKNESS IN SEM WITH BACKSCATTERED ELECTRONS

Henrik Kaker, Alojz Buhvald, Vlado Perovnik

Metal Ravne, d.o.o., Koroška cesta 14, 2390 Ravne na Koroškem, Slovenija

Prejem rokopisa - received: 1999-12-20; sprejem za objavo - accepted for publication: 2000-02-15

Osnova analize s povratno sipanimi elektroni (PSE) v vrstičnem elektronskem mikroskopu (SEM) je monotono naraščanje koeficienta povratnega sipanja z atomskim številom vzorca¹. Kot praktičen primer analize s PSE smo merili debelino vakuumsko naporjenih tankih plasti Cu na podlagi iz 0,1 mm debele PÉT (polietilen-tereftalat) - folije. Debeline tankih plasti, izračunane z metodo Monte Carlo⁶, po formuli Hungerja - Rogaschewskega¹⁰, se dokaj dobro skladajo med seboj in z meritvami tankih plasti Cu na organski podlagi, medtem ko so rezultati po formuli Niedriga in Reuterja³ bistveno premajhni.

Ključne besede: vrstični elektronski mikroskop, povratno sipani elektroni, tanke plasti, simulacija Monte Carlo

The basis for the analysis with backscattered electrons (BSE) in scanning electron microscope (SEM) is monotonous increase of the backscattering coefficient with the atomic number of elements¹. The goal of this work was to test the usefulness of the measurements of thin films thickness in scanning electron microscope (SEM) as tool for routine analysis. As practical example of thin film thickness analysis we measured thickness of vacuum evaporated Cu thin films on PET (polietilen-tereftalat) substrate. The thicknesses of thin films calculated by the Monte Carlo⁶ method and by the formula of Hunger and Rogaschewski¹⁰ are in good agreement, while the Niedrig - Reuter³ model gives much to low values compared with the measured experimental data.

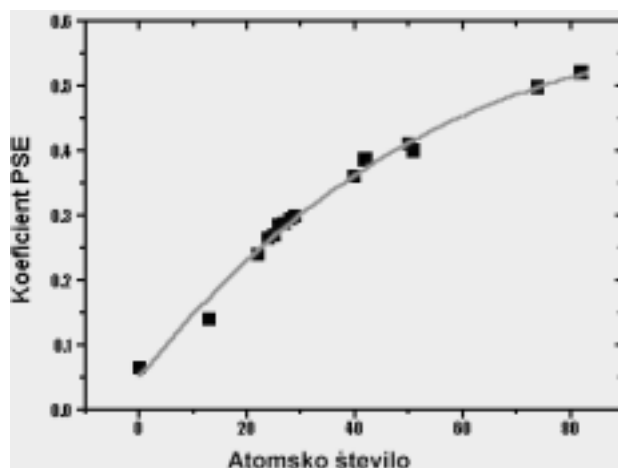
Key words: scanning electron microscope, backscattered electrons, thin films, Monte Carlo simulation

1 UVOD

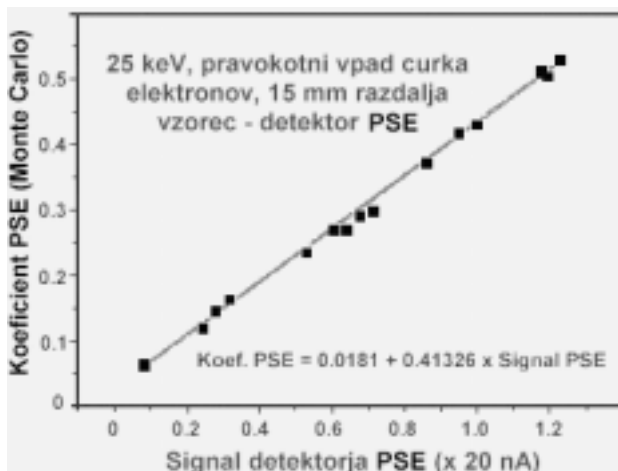
Številni avtorji¹ so ugotovili, da se z naraščajočim atomskim številom elementa večja delež povratno sipanih elektronov (PSE) oziroma koeficient PSE (slika 1), ki je definiran kot razmerje med tokom PSE in tokom vpadnih elektronov. Ta odvisnost se lahko uporabi za identifikacijo in kvantitativno analizo binarnih in psevdo-binarnih faz ter meritev debeline tankih plasti na podlagah².

V praksi so pogosti primeri tankih plasti na različnih podlagah. V takih primerih je z analizo s PSE mogoče, pri znani kemični sestavi določiti tudi debelino plasti³. Poznanje debeline delcev pa je potrebno tudi pri mikroanalizi, pri kateri obstoječi modeli za analizo delcev, npr.: Armstrong - Buseckov model^{4,5}, uporabljajo poenostavljeno oceno za debelino delcev (premer ali polovico premera delca). Dokler so opazovani premeri delcev veliki v primerjavi s premerom interakcijskega volumna, lahko za njihovo analizo uporabljamo modele za tanke plasti na podlagah. Za analizo delcev, ki so manjši od vzbujevalnega volumna, pa je zaradi hkratnega vzbujanja osnove praktično uporabna le metoda Monte Carlo⁶. Interakcije elektronov z atomi vzorca so zelo kompleksne narave. Preden elektron izgubi svojo energijo ali izstopi iz vzorca, doživi mnoge elastične in neelastične trke. Za obravnavo interakcij vpadnega elektrona se uporablja metoda Monte Carlo⁶. Z njo simuliramo tridimenzionalno trajektorijo vpadnega

elektrona v vzorcu. Trajektorije elektronov so sestavljene iz ravnih segmentov, katerih orientacija je določena s sipalnimi koti, ki sledijo iz sipalnih enačb. Metoda uporablja naključna števila pri izbiri sipalnega kota. Naključna števila se v simulaciji izbirajo z računalnikom. Realni curek elektronov je sestavljen iz mnogih elektronov, zato moramo v izračunu simulirati veliko število elektronov.



Slika 1: Odvisnost koeficienta PSE od atomskega števila vzorca²
Figure 1: Variation of backscattered electron coefficient with atomic number²



Slika 2: Odvisnost signala detektorja PSE od koeficienta PSE pri 25 keV

Figure 2: Dependence BSE detector signal from coefficient BSE at 25 keV

2 EKSPERIMENTALNI DEL IN IZRAČUNI

Vse meritve smo opravili z vrstičnim elektronskim mikroskopom (SEM) JEOL 35 - CF in s polprevodniškim detektorjem JEOL 35 - BEI, tokove pa z merilnikom toka firme K.E. Developments⁷ z merilnim območjem 1.10^{-6} do 1.10^{-10} A (točnost $\pm 2\%$ v območju 1.10^{-6} do 1.10^{-9} A in $\pm 5\%$ v območju 1.10^{-9} do 1.10^{-10} A).

Kalibracijsko krivuljo signal detektorja PSE - koeficient PSE smo posneli na poliranih vzorcih C, Mg, Al, Si, Ti, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Zr, Mo, Sb, Sn, Ta, W in Pb pri stalni vrednosti signala detektorja PSE $S = 0,7 \times 20$ nA na Cu standardu. Vrednosti koeficientov PSE na ordinati so iz izračunov Monte Carlo⁸. **Slika 2** prikazuje tako posneto krivuljo signal detektorja PSE - koeficient PSE.

V izračunih Monte Carlo smo simulirali 10 000 trajektorij elektronov na računalniku IBM PC s 75 MHz procesorjem Pentium. Potreben čas za simulacijo 10 000 elektronov je okrog 3 minute. S simulacijo 10 000 elektronov smo v izračunih dosegli relativno napako simulacije 1%.

Za preiskus izračunov Monte Carlo za tanke plasti na podlagi smo merili debelino treh vakuumsko nparjenih tankih plasti Cu na podlagi iz 0.1 mm debele PET (polietilen-tereftalat) - folije (povprečno atomsko število 6). Debelina tankih plasti je bila merjena med napa-revanjem z kremenovo tehtnico (točnost $\pm 10\%$). Tanke plasti Cu so bili debeline 50, 75 in 100 nm. Vsi vzorci so bili analizirani pri 25 keV, pravokotnem vpadu curka elektronov in razdalji vzorec - detektor PSE 15 mm. Koeficiente PSE smo izračunali iz kalibracijske krivulje na **sliki 2**. Vrednost signala PSE za PET - folijo brez prevleke je bil 0.09. **Tabela 1** podaja rezultate meritve in izračuna. Za te vzorce smo z metodo Monte Carlo izračunali koeficiente PSE v odvisnosti od

debeline tanke plasti. Vse izračune Monte Carlo smo opravili z modelom enojnega sipanja in računalniškim programom Casino⁹. Primer vzbujevalnega volumna za tanko plast na podlagi je prikazan na **sliki 3**, kjer je zaradi boljše vidnosti silmulirano samo 85 vpadnih elektronov.

Tabela 1: Rezultati meritve debeline bakrovih tankih plasti na podlagi iz PET folije

Table 1: Results of measurement Cu thin film thickness on PET substrate

Signal det. PSE x 20 nA	η iz kalibracijske krivulje na sliki 2	Dejanska debelina (nm)	Niedrig-Reuterjev model (nm)	Model Hunger-Rogaschewski (nm)	Model Monte Carlo (nm)
0,14	0,076	$50 \pm 5,0$	33,2	56,7	62,51
0,16	0,084	$75 \pm 7,5$	45,8	76,8	78,87
0,18	0,092	$100 \pm 10,0$	58,4	95,9	95,23

Rezultate in meritve Monte Carlo smo primerjali z debelinami, izračunanimi po Niedrig-Reuterjevem modelu^{1,3} in po modelu Hungerja in Rogaschewskega^{10,11}. Prvi naj bi veljal za debeline tankih plasti med 0 in $R/3$, drugi pa do debelin reda velikosti R (doseg elektronov).

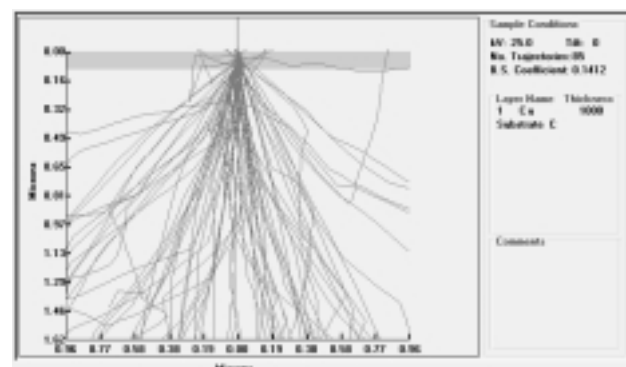
Za $0 < d < R/3$ velja:

$$\eta_{PS} = \eta_S \cdot e^{\sigma \cdot \rho \cdot d} + \frac{a+k}{R} \cdot d_i \quad (1)$$

$$a = \frac{\pi \cdot Z^2 \cdot e^4 \cdot N_a}{(4\pi \cdot \epsilon_0)^2 \cdot m_0^2 \cdot c_T \cdot A} = 0,024 \cdot \frac{Z^2}{A} \cong 0,012 \cdot Z \quad (2)$$

$$k = -0,2137 + 0,05108 \cdot Z - 7,499 \cdot 10^{-4} \cdot Z^2 + 5,807 \cdot 10^{-6} \cdot Z^3 - 1,8 \cdot 10^{-8} \cdot Z^4 \quad (3)$$

η_S - koeficient PSE podlage, η_{PS} - koeficient PSE za tanko plast - podlaga, $\sigma = 4,5 \cdot 105 \cdot E_0^{1,65}$, ρ - gostota tanke plasti v g/cm^3 , d_i - debelina tanke plasti v cm, a - koeficient, podan z enačbo (2), k - koeficient podan, z enačbo (3), R - doseg elektronov v μm , $R = 0,033 \cdot (A/Z \cdot \rho) \cdot E_0^{1,65}$, E_0 - energija curka elektronov v keV, A - atomska masa, Z - atomsko število, ϵ_0 -



Slika 3: Interakcijski volumen za primarne elektrone pri 25 keV in pravokotnem vpadu curka elektronov (simulacija 85 elektronov); Cu plast na PET - podlagi

Figure 3: Interaction volume of primary electrons at 25 keV, normal incidence, Cu thin films on PET substrate

dielektrična konstanta, $\epsilon_0 = 8,8542 \cdot 10^{-12} \text{ As V}^{-1} \text{ m}^{-1}$, e - naboj elektrona, $e = 1,6 \cdot 10^{-19} \text{ As}$, N_a - Avogadrovo število, $N_a = 6,02 \cdot 10^{23} \text{ mol}$, m_0 - masa elektrona, $m_0 = 9,1055 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$ in c_T - Terrilova konstanta, $c_T = 5,05 \cdot 10^{33} \text{ m}^6 \text{ kg}^{-1} \text{ s}^{-4}$.

Debelina tanke plasti se izračuna iterativno, za začetno debelino pa se uporabi enačba³:

$$d_i = \frac{\eta_{\text{eksp}}}{a+k} \cdot R \quad (4)$$

in vsaka naslednja debelina se izračuna z uporabo enačbe:

$$d_i = \frac{\eta_{\text{eksp}} \eta_s \cdot e^{-\sigma \cdot \rho \cdot d_i}}{a+k} \cdot R \quad (5)$$

Za območje od 0 do R velja:

$$\eta_{PS} = (\eta_p - \eta_s) \cdot \tanh(a_1 \cdot s + a_2 \cdot s^2) + \eta_s \quad (6)$$

kjer so:

$$s = \frac{\rho \cdot d}{\rho \cdot d_{0,5}} \quad (7)$$

$$a_1 = \frac{2,153 \cdot Z + 14,789}{3,706 \cdot Z + 17,822} \quad (8)$$

$$a_2 = \frac{-0,1147 \cdot Z + 24,591}{3,706 \cdot Z + 17,822} \quad (9)$$

kjer je η_{eksp} - eksperimentalni koeficient PSE, η_p - koeficient PSE plasti, s - koeficient podan z enačbo (7), a_1 - koeficient podan z enačbo (8), a_2 - koeficient podan z enačbo (9) in $\rho \cdot \delta$ - masna debelina v $\mu\text{g}/\text{cm}^2$.

V **tabeli 1** so podani tudi rezultati izračuna po modelih Niedrig - Reuterja in Hunger - Rogaschewskega. Očitno se rezultati Niedrig - Reuterjevega modela najslabše skladajo z meritvami, medtem ko se rezultati po modelu Hunger - Rogaschewskega in

rezultati izračunov Monte Carlo dokaj dobro skladajo med seboj in z meritvami.

3 SKLEP

V delu so opisane možnosti uporabe povratno sipanih elektronov v vrstičnem elektronskem mikroskopu za meritve debeline tankih plasti na podlagah na osnovi odvisnosti koeficienta povratnega sipanja elektronov od atomskega števila vzorca. Iz opravljenih meritev in izračunov z metodo simulacije Monte Carlo sklepamo: debeline tankih plasti, izračunane z metodo Monte Carlo in po formuli Hungerja in Rogaschewskega se dokaj dobro skladajo med seboj in z meritvami tankih plasti Cu na podlagi PET, medtem ko so rezultati po formuli Niedriga in Reuterja bistveno premajhni.

4 LITERATURA

- ¹ Niedrig H., *J. Appl. Phys.* 53 (1982) 4, R15-R30
- ² Heinrich K. F. J., in *Proceedings of the 4th International Congress on X - Ray Optics and Microanalysis*, Paris 1965, Hermann Press, 159-167
- ³ Raeymaekers B. J., et. al., *Analytical Chemistry*, 59 (1987) 930-937
- ⁴ Armstrong J. T., Buseck P. R., *X - Ray Spectrometry*, 14 (1985) 172-182
- ⁵ Armstrong J.T., in *Electron Probe Quantitation*, Eds. Heinrich K. F. J. and Newbury D. E., Plenum Press, New York, 1991, 281
- ⁶ Bishop H., in *Use of Monte Carlo Calculations in Electron Probe Microanalysis and Scanning Electron Microscopy*, Eds. K. F. J. Heinrich, D. E. Newbury H. Jakowitz, NBS SP 460, 1976, 5-15
- ⁷ Comercial Prospect, Probe Current Meter, K. E. Developments, Ltd., Toft, Cambridge CB37RL, U.K.
- ⁸ H. Kaker, Study of backscattered electrons for microanalysis of binary phases in steels and nickel alloys, Ph.D. work, University of Ljubljana, 1997, 86-88
- ⁹ Program CASINO, World Wide Web (<http://www.gme.usherb.ca/casino/>)
- ¹⁰ Hunger H. J., Rogaschewski S., *Scanning*, 8 (1986) 257-263
- ¹¹ Hunger H. J., *Scanning*, 10 (1988) 65-72