

(12)

Patentschrift

(21) Anmeldenummer: A 2153/2006 (51) Int. Cl.⁸: **G01B 11/06** (2006.01)
 (22) Anmeldetag: 2006-12-29
 (43) Veröffentlicht am: 2008-03-15

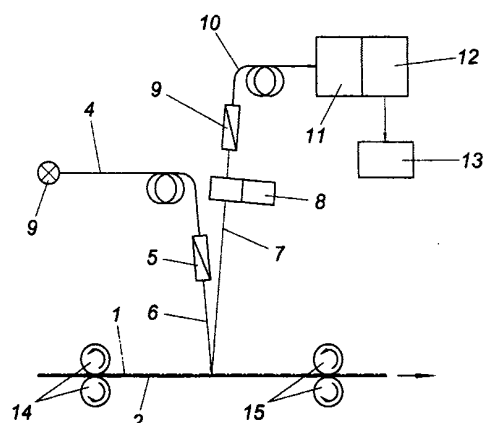
(56) Entgegenhaltungen:
 DE 68911659T2 EP 0278577A1

(73) Patentanmelder:
 UNIVERSITÄT LINZ
 A-4040 LINZ (AT)
 HUECK FOLIEN GES.M.B.H
 A-4342 BAUMGARTENBERG (AT)

(54) VERFAHREN ZUR BESTIMMUNG DER DICKE EINER METALLISIERUNGSSCHICHT AUF EINER POLYMERFOLIE

(57) Es wird ein Verfahren zur Bestimmung der Dicke einer Metallisierungsschicht (1) auf einer Polymerfolie (2) beschrieben. Zur genauen Erfassung der Dicke sehr dünner Metallisierungsschichten (1) wird vorgeschlagen, daß die optisch anisotrope Polymerfolie (2) auf der beschichteten Seite mit linear polarisiertem Licht (6) bestrahlt wird und daß die durch die Metallisierungsschicht (1) bedingte Dämpfung des relativen Unterschiedes der Lichtreflexion an der die Metallisierungsschicht (1) aufnehmenden Oberfläche der Polymerfolie (2) entlang zweier orthogonaler Polarisationsachsen als Maß für die Dicke der Metallisierungsschicht (1) ermittelt wird.

FIG. 1



Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Bestimmung der Dicke einer Metallisierungsschicht auf einer Polymerfolie.

Voraussetzung für ein gleichmäßiges Aufbringen einer Metallisierungsschicht auf eine Polymerfolie ist unter anderem die Kenntnis der aufgetragenen Schichtdicke, um die die Schichtdicke beeinflussenden Parameter des Beschichtungsverfahrens entsprechend wählen bzw. einstellen zu können. Herkömmliche Verfahren zur Bestimmung der Dicke einer Metallisierungsschicht beruhen auf einer Messung der optischen Dichte der Metallisierungsschicht oder auf einer Erfassung des elektrischen Schichtwiderstandes mit Hilfe von Wirbelströmen. Nachteilig bei diesen bekannten Verfahren ist, daß sich für Schichtdicken unter 15 nm ungenügende Meßempfindlichkeiten ergeben, insbesondere wenn für funktionelle Schichten geringe Toleranzen der Schichtdicke gefordert werden, wie dies beispielsweise bei optischen Schichten der Fall ist.

Zur Messung der Dicke einer Chromoxidbeschichtung auf einer Chromschicht ist es bekannt (DE 689 11 659 T2), das durch die Chromoxidbeschichtung reflektierte elliptisch polarisierte Licht eines linear polarisierten Lichtstrahls auf Teilstrahlen mit einer Polarisierung in Richtung der Hauptachsen aufzuteilen, um die Dicke der Chromoxidbeschichtung aus dem Verhältnis der gemessenen Intensitäten der beiden Strahlen unter der Annahme berechnet wird, daß ausschließlich das Verhältnis der beiden Achsen der Polarisationsellipse mit der Dicke der Beschichtung variiert, wovon jedoch bei Metallisierungsschichten nicht ausgegangen werden kann.

Bei einem anderen bekannten Verfahren zur Messung einer Proteinbeschichtung auf einem Träger (EP 0 278 577 A1) wird der unter einem Brewster-Winkel auf die Proteinbeschichtung geworfene und reflektierte Lichtstrahl mittels eines polarisierenden Strahlenteilers in einen zur Lichtstrahlenebene parallelen und einen dazu senkrechten Teilstrahl aufgeteilt und aus der Intensität dieser Teilstrahlen die Dicke der Proteinschicht ermittelt. Da erst bei Schichtdicken über 40 nm linearisierte Beziehungen zwischen den Meßgrößen und der Schichtdicke auftreten, ist zwischen dem Träger und der zu messenden, dünnenschichtigen Proteinlage eine entsprechend dicke, transparente Polymerschicht vorzusehen.

Der Erfindung liegt somit die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Bestimmung der Dicke einer Metallisierungsschicht auf einer Polymerfolie so auszugestalten, daß Schichtdicken unter 30 nm mit einer hohen Meßempfindlichkeit ermittelt werden können, und zwar im Bedarfsfall auch bei bewegten Schichtträgern.

Die Erfindung löst die gestellte Aufgabe dadurch, daß die optisch anisotrope Polymerfolie auf der beschichteten Seite mit linear polarisiertem Licht bestrahlt wird und daß die durch die Metallisierungsschicht bedingte Dämpfung des relativen Unterschiedes der Lichtreflexion an der die Metallisierungsschicht aufnehmenden Oberfläche der Polymerfolie entlang zweier orthogonaler Polarisationsachsen als Maß für die Dicke der Metallisierungsschicht ermittelt wird.

Die Erfindung geht von der Erkenntnis aus, daß für linear polarisiertes Licht, das an einer optisch anisotropen Oberfläche reflektiert wird, die von der Wellenlänge des einfallenden Lichtstrahls abhängige, auf die gesamte reflektierte Intensität bezogene, relative Differenz der Reflexionskoeffizienten entlang der beiden Hauptachsen der Anisotropie kennzeichnend für das die reflektierende Oberfläche bildende, optisch anisotrope Polymer ist und durch die Metallisierungsschicht gedämpft wird, wobei die Dämpfung mit zunehmender Schichtdicke exponentiell ansteigt, und zwar mit einer vom Beschichtungsmaterial abhängigen Dämpfungskonstante der Exponentialfunktion. Aufgrund der Kenntnis einerseits der für die jeweilige Polymerfolie charakteristischen relativen Differenz der Reflexionskoeffizienten und andererseits der vom Beschichtungsmaterial abhängigen Dämpfung dieser Größe kann somit anhand einer Messung der gedämpften, relativen Differenz der Reflexionskoeffizienten auf die Dicke der Metallisierungsschicht rückgeschlossen werden.

Die Messung der durch die Metallisierungsschicht gedämpften relativen Differenz der Reflexionskoeffizienten kann in vergleichsweise einfacher Art mit Hilfe einer üblichen Reflexionsanisotropie-Spektroskopie direkt und mit hoher Genauigkeit durchgeführt werden. Zufolge der Normierung durch den Bezug der Größe der Differenz der Reflexionskomponenten auf die gesamte reflektierte Intensität haben Intensitätsschwankungen des einfallenden Lichtes oder Schwankungen im Bereich der Gesamtreflexion keinen Einfluß auf das Meßergebnis, was sich vorteilhaft auf die Meßgenauigkeit auswirkt. Die mit der Reflexionsanisotropie-Spektroskopie ermittelten Meßdaten brauchen lediglich einer Auswertestufe zugeführt zu werden, um mittels einer vorgebbaren Kalibrierfunktion die Dicke der Metallisierungsschicht anhand der aus den Meßdaten ableitbaren Dämpfung bestimmen zu können. Aufgrund des gegenüber der Schichtdicke exponentiellen Verlaufs der Dämpfung nimmt die Meßempfindlichkeit mit abnehmender Schichtdicke zu. Für Schichtdicken unter 5 nm kann mit einer Auflösung kleiner 0,3 nm gerechnet werden, was über den mit bekannten Meßverfahren erreichbaren Auflösungen liegt.

Wegen der hohen zeitlichen Auflösung des vorgeschlagenen Meßverfahrens kann die Dicke der Metallisierungsschicht auch bei bewegter Polymerfolie ermittelt werden, so daß die Schichtdicke unmittelbar nach dem kontinuierlichen Abscheiden der Metallisierungsschicht auf der Polymerfolie gegebenenfalls noch innerhalb einer für die Beschichtung vorgesehenen Vakuumkammer erfaßt werden kann, um bei Abweichungen des Istwertes der Schichtdicke von einem vorgegebenen Sollwert in das Beschichtungsverfahren im Sinne eines Soll-Istwertabgleiches eingreifen zu können.

Im allgemeinen kann davon ausgegangen werden, daß während ihrer Herstellung die Polymerfolien einer Streckung unterworfen werden, die eine ausreichende optische Anisotropie für eine Messung mittels Reflexionsanisotropie-Spektroskopie mit sich bringen. Ist dies nicht der Fall, so kann die Polymerfolie während der Bestrahlung mit linear polarisiertem Licht einer Streckung unterworfen werden, die entsprechende Anisotropien nach sich zieht.

Anhand der Zeichnung wird das erfindungsgemäße Verfahren näher beschrieben.

Es zeigen

Fig. 1 eine Anordnung zur Durchführung eines erfindungsgemäßen Meßverfahrens in einem schematischen Blockschaltbild und

Fig. 2 den Verlauf der relativen Differenz der Reflexionskoeffizienten für eine unbeschichtete und eine beschichtete Polymerfolie in Abhängigkeit von der Photonenenergie.

Gemäß dem Ausführungsbeispiel nach der Fig. 1 wird die Dicke einer strichpunktirt angedeuteten Metallisierungsschicht 1 auf einer Polymerfolie 2 mit Hilfe der Reflexionsanisotropie-Spektroskopie ermittelt. Der zu diesem Zweck vorgesehene Meßaufbau umfaßt in herkömmlicher Art eine Lichtquelle 3, beispielsweise eine Xenon-Hochdrucklampe mit einem nutzbaren Spektrum zwischen 1,5 und 6 eV, deren Licht über einen Lichtwellenleiter 4 einem Polarisator 5 zur linearen Polarisation des Lichtes zugeführt wird. Der linear polarisierte Lichtstrahl 6, der annähernd senkrecht auf die beschichtete Seite der Polymerfolie 2 auftrifft, durchdringt die dünne Metallisierungsschicht 1 und wird an der Oberfläche der Polymerfolie 2 reflektiert. Aufgrund der optischen Anisotropie der Polymerfolie 2 wird der Polarisationszustand des einfallenden Lichtstrahls 6 geändert, und zwar wird das Licht durch unterschiedliche Absorption in Richtung der beiden Hauptachsen der Anisotropie unterschiedlich polarisiert, so daß sich für den reflektierten Lichtstrahl 7 unterschiedliche Reflexionskoeffizienten entlang der Polarisationsrichtungen ergeben. Der reflektierte Lichtstrahl 7 wird in üblicher Weise einem photoelastischen Modulator 8 zugeführt, in dem eine Phasenverschiebung zwischen den beiden Polarisationsrichtungen erzeugt und mit einer vorgegebenen Frequenz moduliert wird. Der danach angeordnete Analysator 9 wandelt die Phasenmodulation in eine Amplitudenmodulation um. Das Ausgangssignal des Analysators 9 wird über einen Lichtwellenleiter 10 an einen Monochromator 11 und einen an den Monochromator 11 angeflanschten Photomultiplier 12 angelegt, um das

Spektrum dieses Signals aufzunehmen. Über einen Lock-In-Verstärker wird das Signalspektrum zur Auswertung einer Auswertestufe 13 zugeleitet, in der das durch die Metallisierungsschicht 1 gedämpfte Spektrum der relativen Differenz der beiden Reflexionskoeffizienten erfaßt und aus einer vorgegebenen Kalibrierfunktion anhand der Dämpfung die Dicke der Metallisierungsschicht 1 ermittelt werden kann.

In der Fig. 2 ist das Spektrum des Realanteils Re der relativen Differenz $\Delta r/r$ der aus einem Realanteil und einem Imaginäranteil bestehenden Reflexionskoeffizienten in Abhängigkeit von der Photonenenergie und damit von den Wellenlängen dargestellt. Die Kurve a zeigt den Verlauf des Realteils Re der relativen Differenz $\Delta r/r$ für eine unbeschichtete Polymerfolie 2 aus Polyethylenterephthalat (PET) mit einer Dicke von 50 μm . Die Meßergebnisse der gedämpften relativen Differenz der Reflexionskoeffizienten für eine beschichtete, 50 μm dicke Polymerfolie 1 sind in den Kurven b und c dargestellt. Die Kurve b zeigt das Meßergebnis der Reflexionsanisotropie-Spektroskopie für eine PET-Folie 1 mit einer Beschichtung aus Silber, wobei diese Metallisierungsschicht 1 eine Dicke von 1,0 nm aufwies. Die Kurve c wurde für eine Dicke der Metallisierungsschicht 1 aus Silber von 1,5 nm aufgenommen, wobei die Dicke der PET-Folie wieder 50 μm betrug. Aus dem Vergleich der Kurven a, b und c ergibt sich, daß im Bereich der Photonenenergie von beispielsweise 4,5 bis 5 eV, die durch die Metallisierungsschicht 1 bedingte Dämpfung der relativen Differenz $\Delta r/r$ eine Messung der Dicke der Metallisierungsschicht mit einer hohen Auflösung erlaubt, insbesondere bei dünnen Metallisierungsschichten 1. Bei dickeren Metallisierungsschichten 1 im Bereich über 30 nm fällt die Dämpfung bereits so stark aus, daß eine Änderung des Meßsignals bei einer weiteren Steigerung der Dicke der Metallisierungsschicht 1 nicht mehr meßbar ist.

Die Kurven a, b und c können sowohl bei ruhender Polymerfolie 2 als auch während einer Bewegung der Polymerfolie 2 aufgenommen werden, was in der Fig. 1 durch Treiberwalzen 14, 15 angedeutet wird. Dies bedeutet, daß die Dicke der Metallisierungsschicht 1 auch unmittelbar nach ihrem Abscheiden auf der Polymerfolie 2 innerhalb einer Vakuumkammer gemessen werden kann. Es ist lediglich für ein entsprechendes Fenster für den Durchtritt eines annähernd senkrecht auf die Polymerfolie 2 auftreffenden Lichtstrahls 6 zu sorgen. Über eine unterschiedliche Umlaufgeschwindigkeit der Treiberwalzen 14, 15 können außerdem auf die Polymerfolie 2 Zugspannungen aufgebracht werden, um die optische Anisotropie im Bedarfsfall zu erhöhen.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Bestimmung der Dicke einer Metallisierungsschicht auf einer Polymerfolie, *dadurch gekennzeichnet*, daß die optisch anisotrope Polymerfolie auf der beschichteten Seite mit linear polarisiertem Licht bestrahlt wird und daß die durch die Metallisierungsschicht bedingte Dämpfung des relativen Unterschiedes der Lichtreflexion an der die Metallisierungsschicht aufnehmenden Oberfläche der Polymerfolie entlang zweier orthogonaler Polarisationsachsen als Maß für die Dicke der Metallisierungsschicht ermittelt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, *dadurch gekennzeichnet*, daß die Dicke der Metallisierungsschicht bei bewegter Polymerfolie ermittelt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, *dadurch gekennzeichnet*, daß die Polymerfolie während der Bestrahlung mit linear polarisiertem Licht einer Streckung unterworfen wird.

Hiezu 2 Blatt Zeichnungen



FIG.1

