

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

⑪ N° de publication :  
(A n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction).

**2 494 840**

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

⑯

**N° 81 21976**

⑯ Procédé de mesure pour déterminer l'épaisseur de couches minces au moyen d'un cristal oscillateur,  
notamment dans l'industrie optique et la fabrication des semiconducteurs.

⑯ Classification internationale (Int. Cl. 3). **G 01 B 21/00, 17/02 // H 01 L 21/00.**

⑯ Date de dépôt..... 24 novembre 1981.

⑯ ⑯ ⑯ Priorité revendiquée : *Autriche, 24 novembre 1980, n° A 5710/80.*

⑯ Date de la mise à la disposition du  
public de la demande ..... B.O.P.I. — « Listes » n° 21 du 28-5-1982.

⑯ Déposant : Société dite : LEYBOLD-HERAEUS GMBH, résidant en RFA.

⑯ Invention de : Klaus C. Harms et Ewald Benes.

⑯ Titulaire : *Idem* ⑯

⑯ Mandataire : Cabinet Beau de Loménié,  
55, rue d'Amsterdam, 75008 Paris.

On emploie de plus en plus des procédés de mesure utilisant un cristal oscillateur (quartz) pour déterminer l'épaisseur de couches minces, en particulier dans l'industrie optique et dans l'industrie des semiconducteurs. Tous les procédés appliqués jusqu'à 5 présent ont en commun qu'un cristal oscillateur est recouvert d'une couche en même temps que le substrat à recouvrir. Le mot "substrat" désigne ici tout objet à recouvrir d'une couche, par exemple des plaquettes à circuits intégrés ou des composants optiques tels que des lentilles ou des miroirs. Les méthodes de recouvrement les plus 10 courantes sont la métallisation sous vide ou la pulvérisation ionique (crépitements, crépitements réactifs), ainsi que le dépôt à la vapeur chimique (méthode CVD ou Chemical Vapor Deposition). Comme la nature de la méthode de revêtement ou de recouvrement n'a pas une importance essentielle pour la mesure de l'épaisseur de couche par cristal 15 oscillateur, le processus d'application d'une couche, par quelque méthode que ce soit, sera ci-après appelé simplement "dépôt de couche". Le procédé de mesure d'épaisseur de couche par cristal oscillateur convient pratiquement pour tous les matériaux de revêtement ou de recouvrement utilisés dans l'industrie.

20 Par le recouvrement du cristal oscillateur au dépôt de la couche, il se forme un résonateur compound constitué du cristal oscillateur et de la couche déposée sur lui. Le cristal oscillateur, appelé également "quartz" par la suite, est un monocristal de quartz en forme de plaquette ou lame avec les électrodes nécessaires à son 25 excitation électrique pour le faire osciller. La couche déposée sur lui est appelée "couche étrangère".

Tous les procédés de mesure d'épaisseur de couche par cristal oscillateur employés actuellement mesurent, soit la fréquence  $f$  ou la variation de la fréquence  $\Delta f$ , soit la durée de période  $\tau$  ou la 30 variation de la durée de période  $\Delta \tau$  de l'oscillation de résonance fondamentale du résonateur compound. L'épaisseur géométrique de la couche étrangère ou sa croissance, c'est-à-dire son augmentation d'épaisseur géométrique, peut être déterminée à partir de la grandeur d'oscillation  $f$  ou  $\tau$  mesurée ou à partir de sa variation.

35 Les procédés de mesure d'épaisseur de couche par cristal oscillateur actuellement employés et les appareils de mesure d'épais-

- seur de couche basés sur eux peuvent être classés en deux types. Dans les procédés du premier type, on tient compte des propriétés élastiques de la couche étrangère - qui diffèrent généralement de celles du quartz - dans la détermination de l'épaisseur de la couche étrangère, ou de sa croissance, à partir de la grandeur d'oscillation mesurée ou de sa variation. Les procédés du second type sont basés sur une relation proportionnelle (approximativement) entre la croissance de l'épaisseur de la couche étrangère et la variation de la grandeur d'oscillation mesurée.
- 10 Pour mieux comprendre cette classification, on peut partir de la formule suivante, extraite de la littérature, qui décrit la relation entre les fréquences  $f_n$  des oscillations de résonance du résonateur compound et l'épaisseur  $\ell_F$  :

$$15 \frac{\rho_F \ell_F}{\rho_Q \ell_Q} = \frac{1}{\pi} \cdot \frac{f_Q z_F}{f_n z_Q} \cdot \operatorname{tg}(\frac{\pi}{z_F} \cdot \operatorname{tg}(\frac{\pi}{f_Q} \frac{f_n}{f_Q} - n\pi)) \quad (1)$$

- Dans cette formule :
- $\rho_F, \rho_Q$  désignent la densité volumique de la masse de la couche étrangère respectivement de la masse de quartz
- $\ell_F, \ell_Q$  désignent l'épaisseur de la couche étrangère respectivement du quartz
- $\rho_F \ell_F, \rho_Q \ell_Q$  désignent la densité superficielle de la couche étrangère respectivement de la masse de quartz
- $f_Q$  désigne la fréquence de résonance fondamentale du cristal oscillateur
- 25  $z_F, z_Q$  désignent l'impédance acoustique caractéristique de la couche étrangère respectivement du quartz.

A la place des fréquences  $f_n$  et  $f_Q$ , on peut utiliser aussi les durées de période  $\tau_n = \frac{1}{f_n}$  respectivement  $\tau_Q = \frac{1}{f_Q}$ .

- 30 L'indice  $n$  indique le numéro d'ordre de la fréquence de résonance compound dans le spectre de fréquences de résonance compound.

Alors qu'un résonateur homogène présente un spectre de fréquences harmonique avec des fréquences de résonance disposées de façon régulière suivant des multiples d'une distance de base (par exemple :  $f_3 = 3f_1$ ,  $f_5 = 5f_1$ , etc.), les fréquences de résonance 5 du résonateur compound, où  $Z_F \neq Z_Q$ , n'ont pas une disposition régulière. Pour tenir compte de cette particularité, les fréquences de résonance compound seront appelées ci-après "quasi-harmoniques". La formule (1) ne donne pas seulement la fréquence fondamentale  $f_1$  du résonateur compound mais aussi toutes les fréquences de résonance 10 quasi-harmoniques mécaniquement possibles. Cependant, comme, dans le cas d'un cristal oscillateur, seules les fréquences de résonance harmoniques de rang impair du quartz peuvent être excitées par voie piézo-électrique et qu'il en est également ainsi, en première approximation, pour les fréquences de résonance quasi-harmoniques 15 du résonateur compound, seules les valeurs  $n = 1, 3, 5, 7, \dots$  sont prises en considération.

En cas d'application de la formule (1) pour déterminer l'épaisseur de couche étrangère  $\ell_F$ , il est tenu compte des effets des propriétés élastiques de la couche étrangère sur la valeur 20 mesurée pour l'épaisseur de couche par le paramètre  $Z_F$ . Les appareils de mesure du premier type, tenant compte de ces propriétés - lesquelles diffèrent généralement des propriétés élastiques du quartz - demandent donc jusqu'à présent, outre l'introduction de la densité massique  $\rho_F$ , l'introduction d'un paramètre qui caractérise les propriétés élastiques 25 de la couche étrangère,  $Z_F$  par exemple ou le rapport  $Z_F/Z_Q$ . Comme

$$Z_F = \rho_F \cdot v_F = \sqrt{\rho_F \cdot c_F} ,$$

où  $v_F$  est la vitesse de phase de l'onde acoustique excitée par voie piézo-électrique dans la couche étrangère et  $c_F$  est la constante de rigidité élastique effective de la couche étrangère, il serait 30 toutefois possible aussi de tenir compte des propriétés élastiques de cette couche par l'introduction de  $v_F$  ou de  $c_F$ .

Les appareils de mesure d'épaisseur de couche du second type négligent les effets des propriétés élastiques de la couche

étrangère - qui diffèrent de celles du quartz - dans la détermination de l'épaisseur ou de la croissance de la couche étrangère pendant un dépôt de couche. Ces appareils utilisent les formules d'approximation suivantes, qui peuvent être tirées de la formule (1) à

5 condition que  $\rho_F \ell_F \ll \rho_Q \ell_Q$  :

$$\frac{\rho_F \ell_F}{\rho_Q \ell_Q} \approx \frac{z_1 - z_0}{Q} \quad (2)$$

$$\frac{\rho_F \ell_F}{\rho_Q \ell_Q} \approx - \frac{f_1 - f_0}{f_Q} \quad (3)$$

10 L'application de la formule (2) est également connue dans la littérature sous le nom de "méthode de mesure par la durée de période" et celle de la formule (3) sous le nom de "méthode de mesure par la fréquence". Alors que (2) correspond exactement à (1) si  $z_F = z_Q$ , la formule (3) est une approximation plus grossière qui 15 ne donne des valeurs de mesure d'épaisseur de couche exactes que jusqu'à des garnissages ou rapports massiques  $\rho_F \ell_F / \rho_Q \ell_Q \leq 2\%$ . Le domaine de validité de (2) dépend de l'écart entre  $z_F$  et  $z_Q$ ; comme valeur indicative pour les matériaux de couche étrangère habituels, on utilise  $\rho_F \ell_F / \rho_Q \ell_Q \leq 10\%$ .

20 Pour ce qui concerne le domaine de validité de la formule (1), il a pu être démontré qu'il s'étend jusqu'aux garnissages massiques  $\rho_F \ell_F / \rho_Q \ell_Q \leq 70\%$  si l'on utilise des quartz plan-convexes et à condition de connaître avec suffisamment d'exactitude un paramètre caractérisant les propriétés élastiques de la couche 25 étrangère.

Pour résumer, l'état de la technique emploie deux types de procédés de mesure pour déterminer l'épaisseur de couches minces au moyen d'un cristal oscillateur. Le premier type tient compte des influences des propriétés élastiques de la couche étrangère sur la 30 valeur de mesure d'épaisseur de couche et permet de ce fait l'utilisation du quartz jusqu'à des garnissages très importants avec une

couche étrangère. Cela signifie que le quartz ne doit être remplacé qu'après un nombre très élevé de dépôts de couche. Les appareils de mesure basés sur un procédé du premier type demandent toutefois l'introduction d'un paramètre caractérisant les propriétés élastiques de la couche étrangère, ce qui se fait habituellement, en ce moment, par l'introduction du rapport  $Z_F/Z_Q$ . La nécessité d'introduire ce paramètre non seulement complique la manipulation de l'appareil de mesure d'épaisseur de couche, elle renferme surtout le problème que les propriétés élastiques agissant effectivement dans la couche étrangère sont inconnues. C'est pourquoi on utilise dans la pratique les valeurs d'impédance  $Z_F$  des matériaux en question à l'état massif mais leur application à des couches minces paraît doûteuse.

Avec les procédés de mesure du second type, il faut remplacer le quartz après un nombre relativement peu élevé de dépôts de couche afin de garantir la précision nécessaire à une reproductibilité suffisante des épaisseurs de couche réalisées.

Pour éliminer les inconvénients décrits des procédés employés jusqu'à présent, on mesure, dans le procédé de l'invention, la fréquence d'oscillation ou la durée de période d'oscillation de deux oscillations de résonance quasi-harmoniques du résonateur compound. Les grandeurs d'oscillation mesurées des deux oscillations de résonance sont utilisées pour déterminer l'épaisseur ou la densité superficielle de la couche étrangère et il est tenu compte des propriétés élastiques effectives de la couche étrangère, pouvant être calculées à partir des deux mesures. L'invention tire profit de la particularité qu'un résonateur compound possède un spectre non harmonique et que les grandeurs mesurées de deux oscillations de résonance donnent en général deux relations linéairement indépendantes pour la détermination de l'épaisseur inconnue de la couche étrangère. De ce fait, il peut être tenu compte de l'effet qu'exerce le paramètre - généralement inconnu également ou non connu exactement - caractérisant les propriétés élastiques de la couche étrangère sur la valeur de mesure d'épaisseur de couche à déterminer par élimination ou calcul de ce paramètre.

Les microprocesseurs habituellement employés dans les appareils de mesure d'épaisseur de couche présentent d'un côté une

capacité de calcul qui n'est pas toujours suffisante pour le dépôt de couche; d'un autre côté, pendant un seul dépôt de couche, la pente de la caractéristique épaisseur de couche/grandeur d'oscillation mesurée est constante en excellente approximation pour les épaisseurs de couche habituelles. C'est pourquoi il peut être avantageux, selon une autre caractéristique de l'invention, de mesurer les grandeurs (fréquence ou durée de période) des deux oscillations de résonance seulement avant le début de chaque dépôt de couche, de calculer, à partir de l'épaisseur de couche étrangère déterminée ou d'une caractéristique élastique calculée de cette couche, le facteur de proportionnalité valable dans la situation considérée entre une variation de grandeur d'oscillation mesurée et la variation correspondante de l'épaisseur de la couche étrangère, et d'utiliser ce facteur de proportionnalité pendant le dépôt de couche pour déterminer la croissance de couche à partir de la mesure de la grandeur d'une seule oscillation de résonance. Cette caractéristique de l'invention facilite également la modification d'appareils de mesure d'épaisseur de couche plus anciens pour effectuer les mesures selon le procédé de l'invention.

Comme l'influence de l'impédance acoustique caractéristique sur la valeur à déterminer de l'épaisseur de couche croît avec le cube de la croissance de la couche étrangère, il est avantageux, selon une autre caractéristique de l'invention, que la mesure des grandeurs des deux oscillations de résonance commence seulement lorsque la couche étrangère déposée sur le quartz a atteint une épaisseur déterminée, à partir de laquelle l'effet des propriétés élastiques de la couche étrangère sur une grandeur d'oscillation mesurée devient significatif.

Un exemple de mise en œuvre de l'invention sera décrit ci-après en référence à la figure unique du dessin annexé, qui est une représentation schématique d'un dispositif de mesure selon l'invention.

La fréquence a été choisie pour cet exemple comme grandeur d'oscillation mesurée. La mesure s'effectue sur la première et la troisième fréquence de résonance compound quasi-harmoniques. Il est cependant concevable aussi de choisir les quasi-harmoniques

3 et 5 ou 1 et 5; seul importe pour le procédé selon l'invention de mesurer deux fréquences du résonateur compound.

Le dessin représente, pour commencer, à gauche, le résonateur compound, constitué du cristal oscillateur 1 avec les 5 électrodes 2 et la couche étrangère 3. Le résonateur compound est excité, pour qu'il effectue des oscillations de résonance, par un oscillateur 4. Il est avantageux d'utiliser un quartz taillé suivant la coupe AT, qui fonctionne comme oscillateur de Dickens et possède un coefficient de température infiniment petit de la fréquence de 10 résonance. La gamme des fréquences d'utilisation de l'oscillateur va de 3 à 5 MHz dans la position basse du commutateur 5 et de 9 à 15 MHz dans la position haute. La commutation de l'oscillateur de l'une à l'autre gamme est produite, par exemple, par un passe-bande adéquat, pouvant être constitué d'un filtre LC ou RC à fort amortissement dans la chaîne de rétroaction de l'oscillateur. Le résonateur compound est ainsi amené à osciller à la fréquence fondamentale  $f_1$  à la position basse du commutateur et à la troisième fréquence de résonance quasi-harmonique  $f_3$  à la position haute. Le commutateur occupe normalement la position basse, où le compteur 6 mesure la 15 fréquence fondamentale  $f_1$ . Le contenu du compteur est transmis à la fin de chaque intervalle de temps de mesure au micro-ordinateur 8 par le canal d'entrée 7. Le micro-ordinateur 8 fait passer le commutateur 5 - formé par un relais à lames vibrantes par exemple - avant le début d'un dépôt de couche et pour la durée d'un intervalle de 20 mesure à la position haute. La fréquence mesurée pendant cet intervalle est désignée par  $f_{30}$ ; la fréquence mesurée avant le début du dépôt de couche avec le commutateur en position basse est désignée par  $f_{10}$ . 25

Pour l'exploitation selon l'invention des deux fréquences  $f_{10}$  et  $f_{30}$  mesurées, on les introduit dans la formule (1), ce qui 30 donne deux équations pour  $Z_F \neq Z_Q$ , de sorte qu'elles seront généralement indépendantes linéairement. Par division des deux équations, on obtient l'équation de définition suivante pour  $Z_F/Z_Q$  :

$$f_{30} \cdot \operatorname{tg} \left( \frac{\pi f_{10}}{f_Q} - \pi \right) - f_{10} \cdot \operatorname{tg} \left( \frac{\pi f_{30}}{f_Q} - 3\pi \right) = 0$$

La valeur obtenue pour  $Z_F/Z_Q$  à partir de cette équation peut à présent être introduite dans la formule (1), de sorte que, pour déterminer en continu  $\ell_F$  à partir de la formule (1) pendant le dépôt de couche, il suffit de mesurer chaque fois une grandeur 5 d'oscillation,  $f_1$  dans cet exemple.

Les opérations arithmétiques décrites sont effectuées par le micro-ordinateur. Le seul paramètre qui doit être introduit par le clavier d'entrée 9 pour déterminer  $\ell_F$  est la densité volumique de la masse  $\rho_F$  de la couche étrangère. La valeur d'épaisseur de 10 couche déterminée  $\ell_F$  peut être indiquée par le dispositif d'affichage 10 sous forme numérique et/ou peut être utilisée pour terminer automatiquement le dépôt de couche lorsque la couche atteint une épaisseur de consigne préfixée. Le mode d'utilisation de la valeur d'épaisseur de couche  $\ell_F$  déterminée selon le procédé de l'invention 15 n'a pas d'importance pour l'invention proprement dite. Il est concevable aussi de déterminer la densité superficielle de la masse de couche étrangère  $\rho_F \ell_F$  à la place de l'épaisseur de couche  $\ell_F$ .

Afin de décharger le micro-ordinateur pendant le dépôt de couche, on peut utiliser aussi, pour déterminer  $\ell_F$ , au lieu de 20 la formule (1), la pente  $P(Z_F, f_{10})$  de la caractéristique  $\ell_F/f_1$  donnée par la formule (1) au point  $f_{10}$ . On obtient  $P(Z_F, f_{10})$  par différenciation de (1) selon  $f_1$  au point  $f_{10}$ . Le calcul de  $P(Z_F, f_{10})$  doit seulement être effectué avant le début du dépôt de couche; pendant ce dépôt,  $\ell_F$  est déterminée par la simple relation suivante :

$$25 \quad \Delta \ell_F = P(Z_F, f_{10}) \cdot (f_1 - f_{10})$$

où  $\Delta \ell_F$  est la croissance de l'épaisseur de la couche étrangère pendant le dépôt de couche,  $\Delta \ell_F = \ell_F - \ell_{F0}$ , où  $\ell_F$  est l'épaisseur totale momentanée de la couche étrangère et  $\ell_{F0}$  est l'épaisseur de la couche étrangère avant le début du dépôt de couche considéré.

30 Il est sans importance pour l'essence de l'invention que la grandeur d'oscillation soit mesurée directement ou indirectement sous forme d'un multiple ou d'une fraction. Dans la modification d'appareils de mesure plus anciens suivant le procédé de l'invention, il peut être avantageux d'intercaler entre l'oscillateur et le compteur

un diviseur qui divise la fréquence de résonance quasi-harmonique  $f_n$  à mesurer chaque fois par le nombre  $n$  indiquant le rang de la fréquence de résonance quasi-harmonique considérée. Dans l'exemple de réalisation, il s'agirait d'un diviseur 1:3. Ainsi, le compteur 5 venant à la suite peut avoir à peu près la même capacité de comptage pour la mesure de  $f_3/3$  que pour la mesure de  $f_1$ .

Il est à souligner enfin que la nature de la relation utilisée entre  $\ell_F$  respectivement  $\rho_F \ell_F$  et  $f_n$  ou  $\zeta_n$  ne touche pas à l'essence de l'invention. La formule (1) indiquée ici à titre 10 d'exemple donne le spectre des fréquences de résonance du résonateur compound lorsque l'oscillateur pilote attaque le quartz oscillateur à travers une résistance de très forte valeur ohmique. Pour ce cas limite d'électrodes ouvertes, il se produit l'excitation du spectre dit de résonance parallèle. Lorsque l'oscillateur pilote attaque le 15 quartz oscillateur à travers une résistance de valeur ohmique très basse, il se produit l'excitation du spectre dit de résonance série établi lorsque les électrodes sont court-circuitées. Dans ce cas, si l'on veut obtenir une grande précision de mesure, il faut remplacer la formule (1) par une relation modifiée en conséquence 20 et donnant le spectre de résonance série. Le seul point essentiel pour l'invention est d'utiliser une relation entre  $\ell_F$  respectivement  $\rho_F \ell_F$  et la grandeur d'oscillation mesurée qui tienne compte avec autant de précision que possible de l'influence des propriétés élastiques de la couche étrangère sur la valeur d'épaisseur de 25 couche à déterminer.

## R E V E N D I C A T I O N S

1. Procédé de mesure pour déterminer l'épaisseur de couches minces sur un substrat au moyen d'un cristal oscillateur (quartz) qui est recouvert d'une couche en même temps que le substrat, de sorte qu'il se forme un résonateur compound constitué du cristal oscillateur et de la couche étrangère et dont la variation d'une grandeur d'oscillation mesurée, représentée par la fréquence ou la durée de période, est utilisée pour déterminer l'épaisseur ou la densité superficielle de la couche étrangère en tenant compte des propriétés élastiques de la couche étrangère, caractérisé en ce que l'on mesure chaque fois les grandeurs de deux oscillations de résonance quasi-harmoniques différentes du résonateur compound (1, 2, '3) et on utilise les valeurs mesurées pour déterminer l'épaisseur ou la densité superficielle de la couche étrangère (3) en tenant compte des propriétés élastiques effectives de la couche étrangère, pouvant être calculées à partir des deux mesures.

2. Procédé de mesure selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il consiste à mesurer les grandeurs (fréquence ou durée de période) des deux oscillations de résonance seulement avant le début de chaque dépôt de couche, à calculer, à partir de l'épaisseur de couche étrangère (3) déterminée, ou d'une caractéristique élastique calculée de cette couche, le facteur de proportionnalité valable dans la situation considérée entre une variation de grandeur d'oscillation mesurée et la variation correspondante de l'épaisseur de la couche étrangère, et à utiliser ce facteur de proportionnalité pendant le dépôt de couche pour déterminer la croissance de la couche (3) à partir de la mesure de la grandeur d'une seule oscillation de résonance.

3. Procédé de mesure selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'on commence seulement la mesure des grandeurs (fréquence ou durée de période) des deux oscillations de résonance lorsque la couche étrangère (3) sur le cristal oscillateur (quartz 1) a atteint une épaisseur déterminée, à partir de laquelle l'influence des propriétés élastiques de la couche étrangère (3) sur une grandeur d'oscillation mesurée devient significative.

