

3. Szilágyi E., Manuaba A., Pászti F., Battistig G. Hajnal Z.: Porózus anyagok vizsgálata ionsugaras módszerekkel. *Fizikai Szemle* 49/4 (1999) 121.
4. Z. Zolnai, N.T. Son, C. Hallin, E. Janzén: Annealing behavior of the carbon vacancy in electron-irradiated 4H-SiC. *Journal of Applied Physics* 96 (2004) 2406.
5. Z. Zolnai, A. Ster, N.Q. Khánh, E. Kótai, M. Posselt, G. Battistig, T. Lohner, J. Gyulai: Damage accumulation in nitrogen implanted 6H-SiC: Dependence on the direction of ion incidence and on the ion fluence. *Journal of Applied Physics* 101 (2007) 023502.
6. E. Kótai: Computer methods for analysis and simulation of RBS and ERDA spectra. *Nuclear Instruments and Methods B85* (1994) 588.
7. M. Posselt: Crystal-TRIM and its application to investigations on channeling effects during ion implantation. *Radiation Effects and Defects in Solids* 130-131 (1994) 87.
8. M.F. Wu, A. Vantomme, J. De Wachter, S. Degroote, H. Pattyn, G. Langouche, H. Bender: Comprehensive Rutherford backscattering and channeling study of ion-beam-synthesized ErSi<sub>1.7</sub> layers. *Journal of Applied Physics* 79 (1996) 6920.

# AZ ELLIPSZOMETRIA ALKALMAZÁSA FÉLVEZETŐ-FIZIKAI KUTATÁSOKBAN

Lohner Tivadar, Gergely György, Petrik Péter, Fried Miklós  
MTA Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Kutatóintézet

A félvezető-fizikában és -technológiában, valamint a mikroelektronikában és a hozzájuk kapcsolódó anyag-tudományi kutatásokban egyre fontosabbá válnak a *felületközeli, roncsolásmentes, in situ* vizsgálatot lehetővé tevő mérési eljárások. Az ellipszometria (ELL) olyan optikai módszer, amely a fenti követelmények teljesítésén túl még pontos, gyors és olcsó is, és nem igényel különösebb mintaelőkészítést.

Az ELL az a mérési módszer, amellyel a mintára beeső monokromatikus fény visszaverődés utáni polarizációs állapotváltozását mérhetjük meg [1, 2]. Az *1. ábra* egy fénynyaláb két közeg határfelületén bekövetkező visszaverődését és törését mutatja. A beeső és a visszavert fénynyaláb elektromos térerősségvektorát a beesési síkkal párhuzamos ( $p$ ) és a beesési síkra merőleges ( $s$ , a német senkrecht szóból) komponensekre bontjuk. A kísérletekben az egyszerűség kedvéért lineárisan poláros beeső nyalábot alkalmaznak, és ekkor a reflektált nyaláb elektromos térerősségvektorának komponensei által leírt polarizációs ellipsziszben a nagytengely és a kistengely aránya  $\tan\psi$ , az azimutszöge pedig  $\Delta$ . A reflexió során a polarizációs állapot megváltozását a  $\rho = (\tan\psi) \exp(i\Delta)$  komplex reflexió arány fejezi ki.

A tömbi anyag reflexiója egyetlen határfelülettel leírható. A komplex reflexió arány azonban felületi vékonyréteg-szerkezetek esetén nem ilyen egyszerű, mivel a behatoló refraktált nyalábnak a mélyebb ha-

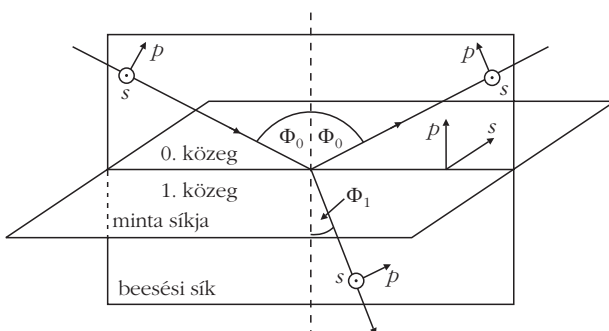
tárfelületekről való visszaverődését is figyelembe kell venni. Ha a tömbi anyagon egy – vagy spontán módon kialakult (pl. oxid), vagy valamilyen módszerrel leválasztott – vékonyréteg van, ekkor a *2. ábrán* látható közeg–vékonyréteg–szubsztrát rendszer optikai modelljét alkalmazzuk.

Látjuk az *ábrán*, hogy a visszaverődő fénynyaláb rész hullámokból tevődik össze, egy végtelen sor összegzésével kapjuk meg a beesési síkkal párhuzamos és az arra merőleges komponensekre az úgynevezett totális amplitúdó-reflexióképeségeket. Több felületi réteg esetében a modellnek számításba kell vennie a sokszoros törések és visszaverődések hatását.

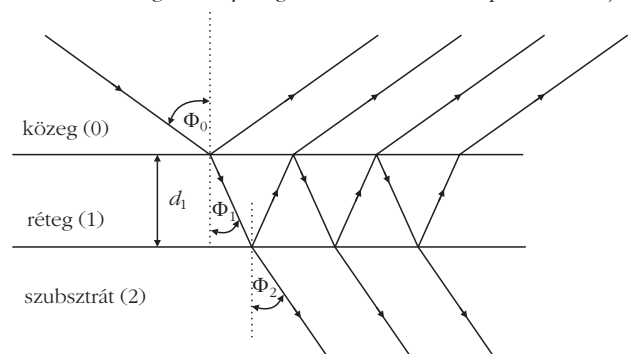
Az ELL fő előnye az, hogy az optikai komplex mennyiségek reális és képzetes részét (a törésmutatót és a fényelnyelést leíró extinkciós együtthatót) egyszerre, egy mérésből kapjuk meg, még egyhullámhosszas mérések esetén is, ellentétben más optikai módszerekkel (pl. reflexiómérés vagy interferenciamérés).

Az interferometriában azt hasonlítják össze, hogy két fényút különbsége mekkora. Az ELL csak  $2\pi$ -nél kisebb fázisváltozást tud kimutatni, de a minimális mért változás  $2\pi/1000$ , még egyszerű filmpolarizátorok esetén is (ez tízednanométer pontosságot jelent egykristályos szilíciumon létrehozott vékony SiO<sub>2</sub>-réteg vastagságának meghatározása esetén)! A beeső

1. ábra. Fénynyaláb visszaverődése és törése két közeg határfelületén.



2. ábra. A közeg–vékonyréteg–szubsztrát rendszer optikai modellje.



fény ellipticitásának paramétereit a feladathoz lehet optimalizálni, így nagyon vékony rétegek, vagy kis változások is mérhetőek.

Az ellipszometria elnevezés abból ered, hogy a lineárisan poláros fény ferde visszaverődés után általános esetben elliptikusan poláros lesz. Az ELL széles körben viszonylag későn terjedt el. Ennek az az oka, hogy a minta fizikai tulajdonságai indirekt módon, a mért komplex reflexiók együtthatóiból az esetek többségében komplex, nemlineáris egyenletrendszerek megoldásával határozható meg. Ezért a mérések rutinszerű végrehajtásának és kiértékelésének feltétele a számítási kapacitás olcsóvá válása volt, amit a személyi számítógépek elterjedése rendkívüli mértékben segített.

## Az előzmények

Hazánkban az ellipszometriai (ELL) kutatások 1965-re nyúlnak vissza. Az MFKI és a Távközlési Kutató Intézet újpesti laboratóriuma (TKI2) széles körű együttműködést folytatott. Ellipszométeres mérések igényével a Tungstam Félvezető főosztálya (*Giber János*) fordult a TKI2-ben *Gergely György*hez, aki az MFKI-ban is dolgozott. *Ádám János* (TKI2) már 1965-ben elkészítette *Ellipszometria* tanulmányát, továbbá egy ellipszométer megépítésének részletes terveit. A TKI2 1966-ban saját műhelyében megépítette az első hazai ellipszométert. A polarizációs optikai elemeket az NSZK-ból tudta csak beszerezni, az összes többi alkatrész hazánkban készült, részben a MOM (teodolitalkatrészek), részben a Hajógyár (hordozó lemez) közreműködésével. A fényforrás nagy nyomású higanylámpa volt, az fő Hg-vonalak számára interferencia-szűrőkkel (Carl Zeiss Jena). 1967-ben a TKI2-ben megkezdődtek a Si MOS-tranzisztorok oxidrétegének mérései.

Az MFKI-ban *Szigeti György* igazgató jóváhagyta egy korszerű ellipszométer beszerzését a Gaertner (USA) cégtől, melyet 1968-ban helyeztünk üzembe. A fényforrás itt is nagy nyomású Hg-lámpa volt interferencia-szűrőkkel, továbbá HeNe-lézer. Az ellipszométer kalibrációját *Forgács Gábor* végezte el [3] új eljárásával. *Dao van Phouc* aspiráns (Vietnam) kandidátusi értekezésében a Gaertner-ellipszométerrel SiO<sub>2</sub>/Si-rétegek ELL-méréseivel foglalkozott.

## A SiO<sub>2</sub>/Si-rendszer ellipszométeres vizsgálatai

Az ELL mérésekből származtatják a  $\psi$  és  $\Delta$  értékeket. A  $\Delta$  a felületi (oxid-) réteg vastagságára jellemző. Az ELL-mérésekből meghatározható az oxid törésmutatója és tömörsége, továbbá a hordozó optikai állandói is. A Si MOS- és MIS-technológia elsősorban a felületi oxid- (vagy egyéb szigetelő) réteg vastagságát igényli, ezt ELL segítségével ellenőrzi és szabályozza. A legnagyobb kihívást az ELL-mérések kiértékelése jelentette. A Fresnel-képletekhez mestergörbékét és táblázatokat

készítettünk. 1969-ben hazánkban csak két nagy számítógép állott rendelkezésre. Az MFKI-TKI2 együttműködés keretében *Szűcs Bertalan* a TKI2 munkatársa a Statisztikai Hivatal számítógépével készítette el a psi-delta számításokat a SiO<sub>2</sub>/Si-rendszerre a 254, 313, 334, 365, 404,6, 435,8, 546 nm hullámhosszú intenzív Hg-vonalakra, továbbá a 632,8 nm hullámhosszú HeNe-lézer vonalra. A táblázatok a 0–800 nm oxidvastagság-tartományt fogták át. Szigeti akadémikus javaslatára az *Ellipsometric tables of the Si-SiO<sub>2</sub> system for mercury and HeNe laser spectral lines* könyvet az Akadémiai Kiadó 1971-ben megjelentette [4]. Ezt a könyvet használta a teljes hazai félvezető-kutatás (MFKI, HIKI), -fejlesztés (TKI, Tungstam, MEV) és -gyártás (Tungstam) több mint 10 esztendőn át. A könyvnek nemzetközi visszhangja volt, számos hivatkozással.

## ELL-mérések az MFKI félvezető-technológiában

1970 után az MFKI Gaertner-ellipszométerét a félvezető-technológia használta Si MOS, MIS, GaAs, szilícium-nitrid és szilícium-oxinitrid rétegek vizsgálatánál. A továbbiakban csak olyan munkákról szólnunk, melyekről közlemény jelent meg. 1987 óta az ELL-kutatásokat az MFKI már az ATKI-val együttműködve folytatta.

Közös munkánk volt a Tungstam Kutatóval az ATKI-ban implantációval amorfizált Si felületi rétegek optikai állandóinak meghatározása. A mintákat az MFKI Gaertner-ellipszométerével *Somogyi Mária* vizsgálta (546 nm), valamint *Ádám János* öt Hg-vonalnál. Több beesési szögnel történt mérés. A kiértékelést az ATKI-ban *Fried Miklós* és munkatársai végezték. Az  $n$  és  $k$  optikai állandók különböztek a kristályos Si-tól és függtek az előállítási paramétereiktől [5].

Ezután az MFKI főleg a III–V félvezetőknél alkalmazta az ellipszometriát. Eredményesek voltak a GaP felületi oxidrétegének ELL-vizsgálatai a Gaertner-ellipszométerrel. A kiértékelésnél *Bíró Sándor* (TKI2) FORT-RAN-programját alkalmazták. Fő cél az oxidréteg vastagságának meghatározása volt, de az ELL egyéb információkat is nyújtott. Az ATKI-ban végezték az RBS-vizsgálatokat az oxidrétegeken [6, 7]. Az elektrondiffrakciós vizsgálatokat *Farkasné Jahnke Mária* végezte az MFKI JEOL elektronmikroszkópjával [7].

## Az ELL alkalmazása az MFKI–Clermont-Ferrand Egyetem együttműködésében, az ATKI közreműködésével

Az MFKI-ban *B. Gruzza*val 1979 óta dolgoztunk együtt. Itt két témáról szólnunk.

*B. Gruzza* fő kutatási témája az InP félvezető. Az InP-technológiai kutatásokban készített Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> vékonyrétegeket InP felületén, MIS célokra. Az oxidot Knudsen-cellából, grafittégelyből párologtatta, azt elektronszállással fűtötte. A rétegszerkezet hőkezelésével

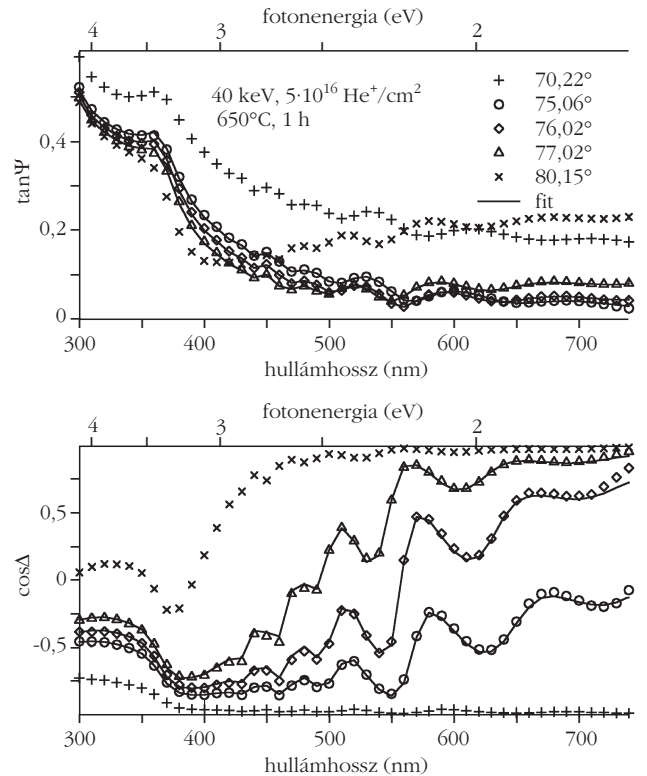
az InP felületén InSb-réteg képződik. A technológia számára nagyfontosságú az  $\text{Al}_2\text{O}_3$  réteg vastagságának mérése. Erre a célra automata ellipszométer állott rendelkezésre a Clermont-Ferrand-i Egyetemen. HeNe-fényforrást alkalmaztak. A rétegfelvitel kalibrálását  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Si}$  ELL-mérésekkel végezték. ELL-méréseket végeztek  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{InP}$  továbbá  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{InSb}/\text{InP}$  (InSb 1 és 2 nm vastag) rendszerekkel. A kiértékeléshez a mestergörbékét *Lohner Tivadar* és *Fried Miklós* készítették, az eredményekből közös publikáció született. Az  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}$  optikai állandóival *Bodó Zalán*, *Barna Péter*, *Ádám János* és *P. Croce* (Inst. Optique, Orsay)-val közös kutatásainkban foglalkoztunk, ezekről *Gergely György* összefoglalót közölt a *Fizikai Szemlében* (1990/11, 335. és 2006/2, 65).

Intenzív, széleskörű együttműködést folytattunk B. Gruzzával a PSL (porózus Si) területén is. A PSL mintákat *Vázsonyi Éva* készítette az ATKI-ban. Az ELL-mérések Clermont-Ferrand-ban készültek az automatikus ellipszométerrel. *Fried Miklós* és munkatársai már 1994–96-ban kidolgozták a PSL ellipszométeres modelljét és a spektrumok kiértékelését. Az eljárást átvette a francia egyetem. Az ELL kísérleti eredményeket *Lohner Tivadar* értékelte ki, az eredményeket közösen publikáltuk [8].

### Ionimplantált szilícium vizsgálata ellipszometriával Csillebércen

Az ionimplantációs kutatások során észleltük, hogy bizonyos implantációs feltételek mellett szemlátó mást különbség mutatkozott az implantált és az implantálatlan szilícium színe között. Ekkor adódott a gondolat, hogy érdemes lenne megvizsgálni ezeket a mintákat ellipszometriával is, és kapcsolatot keresni az ionimplantációs művelet paraméterei (ion, energia, dózis) és az ionimplantáció által előidézett optikai változás között. Az első kísérletben szilíciumionokkal bombázott szilíciumot vizsgáltunk, azaz önimplantációt alkalmaztunk, hogy az esetleges kémiai hatást elkerüljük. Az ionimplantáció által okozott rácsrendezetlenséget csatornahatással kombinált Rutherford-visszaszórással vizsgáltuk. Rövidesen a technológiában használatos foszforionok implantálásával folytattuk a munkát, amelynek eredményeit az első KFKI-ban megírt ELL-témájú folyóiratcikkben tettük közzé [9].

Vizsgálataink közül a hélium-ionokkal implantált szilícium spektro-ellipszometriai vizsgálata során elért eredményeket mutatjuk be röviden. A kísérletek francia kutatók kezdeményezésére indultak. Nagy dózisú He-implantáció hatására He-buborékok alakulnak ki a szilícium-egy kristályban, ami getterezésre, töltéshordozók élettartamának beállítására és szilícium-szigetelőn szerkezetek létrehozására alkalmas [10]. A He-buborékok mélységbeli eloszlását hagyományosan transzmissziós elektronmikroszkópiával vizsgálták, de a buborékok és az egy kristályos szilícium között a látható és közeli infravörös hullámhossztartományban

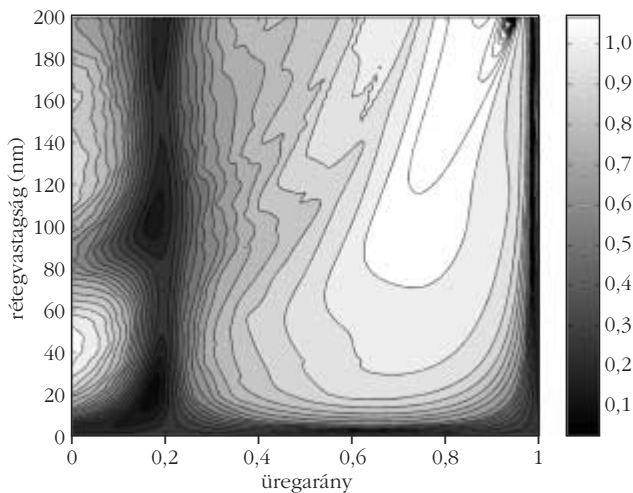


3. ábra. Mért (szimbólumok) és illesztett (folytonos vonal) ellipszometriai spektrumok nagy dózisú He-ionokkal implantált és hőkezelt szilíciumon.

meglévő nagy törésmutató-kontraszt miatt spektroszkópiai ellipszometriával is nagy pontossággal, gyorsan és roncsolásmentesen vizsgálható a minta mélységbeli szerkezete. A He-buborékok mélységbeli eloszlását üregprofilal írjuk le.

Az ellipszometriai spektrumok, azaz a beesési síkkal párhuzamos és arra merőleges komplex reflexiók együtthatók hányadosának abszolút értéke ( $\text{tg}\Psi$ ) és fázisa ( $\text{cos}\Delta$ ) ma már nagy pontossággal, rutinszerűen mérhető kereskedelmi forgalomban megvásárolható ellipszométerekkel. A nehézséget a mért spektrumok értelmezése jelenti, amihez megfelelő optikai modell kell konstruálni, és a számolt spektrumokat a modellparaméterek változtatásával a mért spektrumokra illeszteni. A 3. ábra a 40 keV energiájú,  $5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  dózisú He-ionok egy kristályos szilíciumba implantálása, majd 650 °C-on 1 óráig  $\text{N}_2$ -atmoszférában történt hőkezelése nyomán kialakult üregprofilról több beesési szögnél mért ellipszometriai spektrumokat mutatja. Fontos megemlíteni, hogy a 40 keV energiájú He-ionok hatótávolsága szilíciumban körülbelül 350 nm, a 650 °C-on 1 óra hosszát végzett hőkezelés során pedig az ionimplantáció által keltett rácsérülések nagy része kihőkezelődik.

Bár a mért spektrumokból a gyakorlott szem már le tud vonni bizonyos következtetéseket, a minta paramétereinek pontos meghatározása csak számítógépes szimulációval lehetséges. A  $\text{cos}\Delta$ -ban a 450 nm hullámhossz fölött a 75–77°-os beesési szögek esetén megjelenő interferencia-oszcillációk azt mutatják, hogy az üregprofil (kb. 200–400 nm mélységértékek



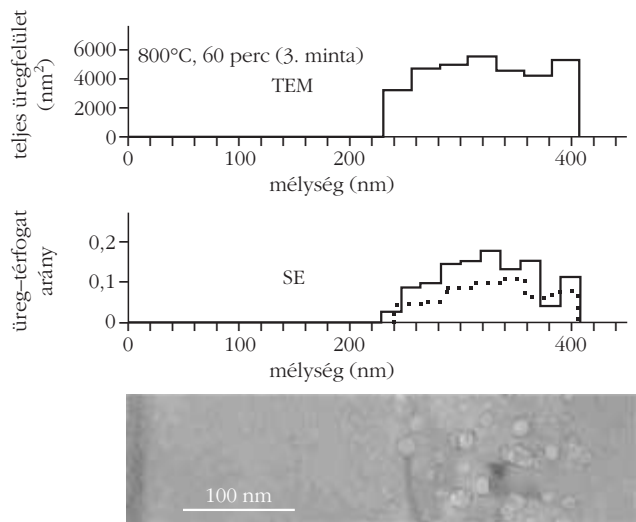
4. ábra. Hibaterkép 10-rétegű modellre, a rétegvastagságot és az üregarányt az 5. rétegben változtatva.

között) ebben a hullámhossz-tartományban jól látható. A megfelelő beesési szög kiválasztása ugyancsak fontos, mert 70°-os és 80°-os beesési szögek mellett a  $\cos\Delta$ -spektrumokból eltűnik a struktúra, és belesimulnak a  $-1$ , illetve  $+1$  tengelybe. A folytonos vonalak azt mutatják, hogy megfelelő optikai modellel a mért spektrumok igen jól illeszthetők.

Az optikai modellben az üregeket tartalmazó tartományt alrétegekre bontjuk. Az alrétegek törésmutatójának számolásakor feltételezzük, hogy azok egykristályos szilícium- és üregfázisok keverékeként írhatók le. Ez a feltételezés akkor igaz, ha a fázisok mérete sokkal kisebb, mint a vizsgáló fény hullámhossza, de elég nagy ahhoz, hogy a tömbi törésmutató-referencia használható legyen. Ezután az alrétegek törésmutatóját az üreg-térfogat aránya mint illesztett paraméter fogja megadni.

Az illesztés jóságának adott paramétertől való függése két változó paraméter esetén hibafelülettel szemléltethető. A 4. ábra egy tízréteges modellben mutatja, hogy az illesztés jósága hogyan függ az 5. réteg vastagságától és üregkoncentrációjától. Látható, hogy 20%-os üregkoncentráció környékén a rétegvastagság függvényében több lokális minimum is található, amelyekbe a gradiensmódszerrel végzett paraméterillesztés „beragadhat”. Ezért fontos, hogy ezt a lépést kiterjedt „paraméterkeresés” előzze meg, amelynek során a feltételezett paramétertartományban véletlenszerű paraméterkombinációkra kiszámoljuk az illesztés hibáját, és a gradiensillesztést csak a legjobb értékekről (a feltételezett globális minimum „oldalfala”) indítjuk.

Ennek köszönhetően kiváló egyezést kapunk a transzmissziós elektronmikroszkópiával meghatározott üregprofilal. A paraméterek számának csökkentésére lehetőség van a profil adott függvényel való leírására. Legjobb egyezést azonban független üreg-térfogat arány paraméterekkel kaptunk, valamint az alrétegek vastagságát egymáshoz csatoltuk. A rétegvastagság csatolása azt jelenti, hogy minden alréteg vastagsága ugyanakkora, ezt az egy vastagságértéket



5. ábra. Üregprofil keresztmetszeti transzmissziós elektronmikroszkópiával (TEM) és spektroszkópiai ellipszometriával (SE). A pontozott vonal a kevesebb alréteggel számolt, durvább számolás eredményét mutatja.

viszont illesztjük. Ebben az esetben az ellipszometriával a getterezési határfelületen (kb. 400 nm mélységben) az üreg-térfogat arányban található csúcst is sikerült kimutatni (5. ábra).



A szerzők köszönetüket fejezik ki egykori és jelenlegi munkatársaiknak az eredmények eléréséhez bármilyen módon nyújtott segítségükért. Az olvasókat pedig arra bátorítják, hogy a további részletek megismerése céljából látogassák meg az MTA MFA ellipszometriai laboratóriumának honlapját: <http://www.mfa.kfki.hu/photondp/ndestest/ellipso/index.html>

#### Irodalom

1. R.M.A. Azzam, N.M. Bashara: *Ellipsometry and Polarized Light*. North-Holland Publishing Company, Amsterdam, 1977.
2. Fried M., Lohner T., Petrik P., Polgár O., Volk J.: Ellipszometria a vékonyréteg-technológiában. *Fizikai Szemle* 53/6(2003) 200.
3. G. Forgács. *Journal of Physics D., Applied Physics* 3 (1970) 1513.
4. G. Gergely, G. Forgács, B. Szűcs, Dao van Phouc: *Ellipsometric Tables of the Si-SiO<sub>2</sub> System for mercury and He-Ne Laser Spectral Lines*. Akadémiai Kiadó, Budapest, 1971.
5. M. Fried, T. Lohner, E. Jároli. G. Vizkelethy, A. Kótai, J. Gyulai, A. Biró, J. Ádám, M. Somogyi, H. Kerkow: Optical properties of thermally stabilized ion implantation amorphized silicon. *Nuclear Instruments and Methods B* 19/20 (1987) 577.
6. G. Mezey, T. Nagy, J. Gyulai, T. Lohner, M. Somogyi: Substoichiometric native oxide layers on GaP studied by He backscattering. *Thin Solid Films* 43 (1977) L23.
7. M. Somogyi, M. Farkas-Jahnke, G. Mezey, J. Gyulai: Investigation of surface layers produced by chemical treatment of GaP. *Thin Solid Films* 60 (1979) 377.
8. C. Robert, L. Bideux, B. Gruzza, M. Cadoret, T. Lohner, M. Fried, A. Vazsonyi, G. Gergely: Spectroellipsometry and electron spectroscopy of porous Si thin films on p+ substrates. *Thin Solid Films* 317 (1998) 210.
9. T. Lohner, G. Mezey, E. Kótai, F. Pászti, L. Királyhídi, G. Vályi, J. Gyulai: Ellipsometric and channeling studies on ion-implanted silicon. *Nuclear Instruments and Methods B* 182/183 (1981) 591-594.
10. P. Petrik, F. Cayrel, D. Alquier, M. Fried, T. Lohner, O. Polgár, J. Gyulai: Optical models for cavity profiles in high-dose helium-implanted and annealed silicon measured by ellipsometry. *Journal of Applied Physics* 97 (2005) 123514.