
**KATEDRA PRZYRZĄDÓW
PÓŁPRZEWODNIKOWYCH I OPTOELEKTRONICZNYCH**

Laboratorium Mikrotechnologii

Inżynieria Wytwarzania

Ćwiczenie 2

Pomiary elipsometryczne warstw dielektrycznych

1. Podstawy teoretyczne

1.1. Warstwy dielektryczne

W nowoczesnych przyrządach półprzewodnikowych istotną rolę odgrywają warstwy dielektryczne, które najczęściej wykonuje się w postaci tlenku krzemu (SiO_2) oraz azotku krzemu (Si_3N_4). Do najważniejszych funkcji tych warstw zaliczamy:

- **pasywacja** powierzchni półprzewodnika (zmniejszenie gęstości stanów powierzchniowych)
- **maskowanie** półprzewodnika w procesach dyfuzji (selektywne zabezpieczenie przed zachodzeniem dyfuzji na niektórych obszarach podłoża półprzewodnikowych)
- **izolowanie** elektryczne elementów składowych lub różnych obszarów w obrębie przyrządu
- **zabezpieczanie** przyrządu przed oddziaływaniami zewnętrznymi.

Warstwy dielektryczne stosowane w technologii wytwarzania przyrządów półprzewodnikowych powinny spełniać następujące wymagania:

- **Duża stabilność chemiczna** – materiał warstwy dielektrycznych nie może wchodzić w reakcje z materiałami, z którymi się styka (podłoże, metalizacja, atmosfera otaczająca).
- **Prostota i zgodność technologii wytwarzania** warstw dielektrycznych z technologią wytwarzania przyrządów. Proces wytwarzania warstw dielektrycznych musi być dostatecznie prosty i łatwy, aby ograniczyć do minimum liczbę przyrządów z warstwami wadliwymi, a jednocześnie proces ten musi przebiegać w warunkach, które nie wpływają niekorzystnie na te elementy, które wykonano wcześniej.
- Odpowiednie **własności cieplne i mechaniczne** układu dielektryk – podłoże. W warunkach pracy i przechowywania przyrządu powinna być zapewniona silna adhezja na całej powierzchni styku obu materiałów. Ponadto zmiany temperatury nie powinny powodować zbyt silnych naprężeń na granicy dielektryk – podłoże wynikających z niedopasowania współczynników rozszerzalności cieplnej.
- **Jednorodność warstwy** pod względem składu i struktury. Wymaganie to dotyczy stałości proporcji składników warstwy oraz jednorodności fizykochemicznej na całej jej powierzchni. Szczególnie istotne są tu wtrącenia i zanieczyszczenia atomami pierwiastków obcych, które mogą lokalnie zmieniać własności fizyczne warstwy.
- **Grubość i jednorodność grubości**. Niemal we wszystkich zastosowaniach grubość oraz jednorodność grubości warstw stanowi bardzo istotny parametr technologiczny decydujący np. o napięciu przebicia warstwy izolacyjnej

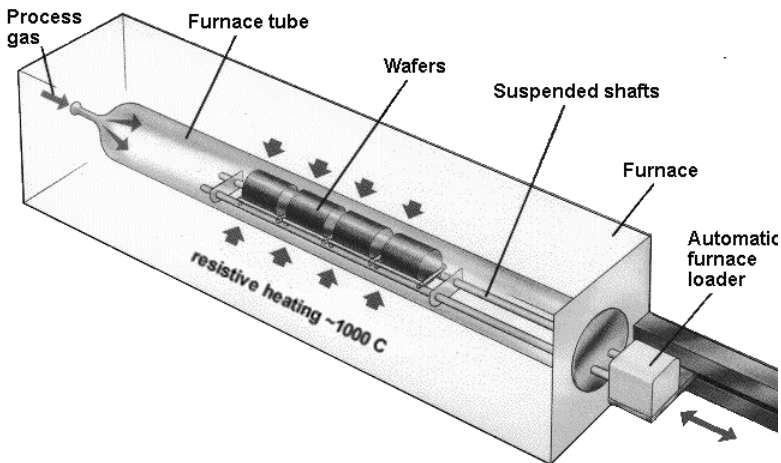
1.2. Otrzymywanie tlenku krzemu

Tlenek krzemu jest głównym materiałem dielektrycznym używanym w technologii krzemowej. Warstwy SiO_2 otrzymuje się przez:

- termiczne utlenianie powierzchni krzemu,
- nanoszenie warstw tlenku krzemu metodami próżniowymi lub przez osadzanie chemiczne.

W przypadku otrzymywania warstw przez utlenianie wiązany jest krzem z podłoża, natomiast w przypadku nanoszenia warstw krzem jest dostarczany z zewnątrz, a podłoże nie bierze udziału w reakcji. Warstwy nanoszone są zwykle bardziej porowate od warstw SiO_2 otrzymywanych przez utlenianie termiczne.

Utlenianie termiczne przeprowadza się w piecu dyfuzyjnym (rys.1) w temperaturach 900 – 1200°C. Reaktor takiego pieca wykonywany jest z kwarcu, dzięki czemu nie zachodzi niekontrolowana dyfuzja obcych pierwiastków. Płytki układu się w kwarcowej łódce (rys.2), która jest wsuwana do wnętrza rozgrzanego pieca. Grubość otrzymanej warstwy tlenku krzemu jest uzależniona od temperatury i czasu wygrzewania (rys.3).



Rys.1. Widok wnętrza sekcji grzejnej pieca dyfuzyjnego.



Rys.2. Płytki krzemowe w łódce kwarcowej.

Ze względu na stosowane gazy wyróżniamy dwa rodzaje procesu utleniania termicznego krzemu:

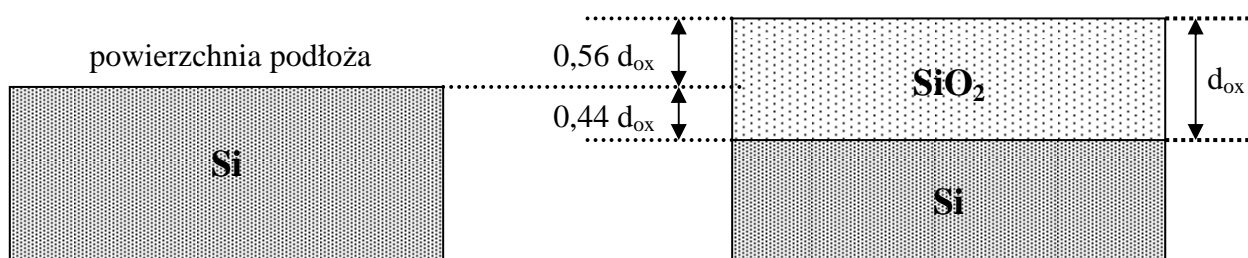
- **Utlenianie suche**, gdzie płytka wystawiona jest na działanie czystego tlenu. W ten sposób uzyskuje się wysokiej jakości tlenek używany m.in. jako warstwa izolacyjna pod bramką tranzystora MOS.



- **Utlenianie mokre**, gdzie proces przeprowadza się w atmosferze pary wodnej powstałej ze spalania wysokiej czystości wodoru i tlenu również w temp. Tlenek otrzymany tą metodą ma gorsze właściwości (może być używany np. do maskowania), natomiast znacznie większa jest szybkość jego wzrostu.

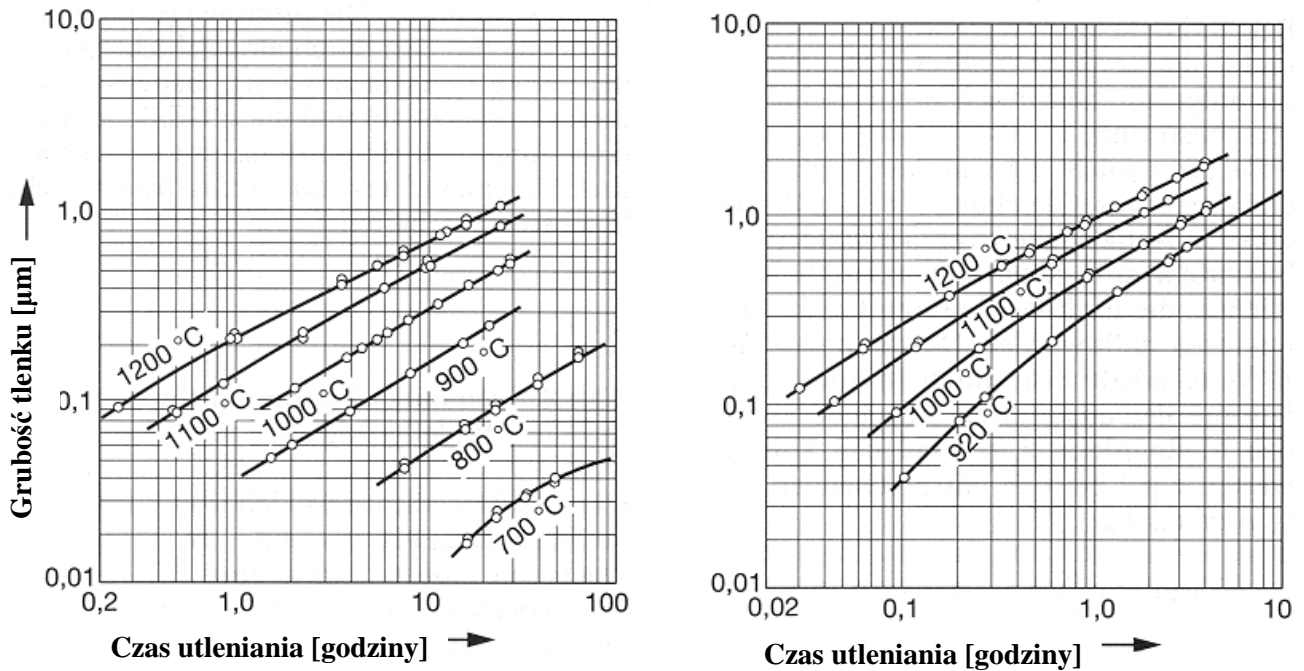


W trakcie utleniania termicznego podłoże jest konsumowane na potrzeby wytwarzanej warstwy tlenku. Powstały tlenek zużywa warstwę podłoża o grubości równej 44% swej grubości (rys. 3). Reakcja chemiczna pomiędzy krzemem i tlenem zachodzi na powierzchni granicznej $\text{SiO}_2\text{-Si}$. Ma to istotne znaczenie, jeśli chodzi o parametry powstającego tlenku, ponieważ (w odróżnieniu od metod osadzania) właściwości warstwy granicznej $\text{SiO}_2\text{-Si}$ kształtują się w ostatnich chwilach procesu utleniania termicznego.



Rys. 3. Konsumowanie podłoża w wyniku utleniania termicznego.

Zależność grubości otrzymanej warstwy tlenku krzemu od temperatury, czasu i atmosfery utleniania przedstawia rys. 4. Widać, że wzrost tlenku spowalnia dalsze zachodzenie procesu utleniania, ponieważ coraz grubsza warstwa SiO_2 utrudnia dopływ tlenu do powierzchni krzemu.



Rys. 4. Grubość tlenku krzemu w procesie termicznego utleniania metodą suchą (po lewo) i mokrą (po prawo) w zależności od czasu i temperatury.

1.3. Pomiar grubości warstw dielektrycznych

Grubość warstwy dielektrycznej jest podstawowym parametrem fizycznym, którego znajomość jest niezbędna w technologii wytwarzania nowoczesnych przyrządów półprzewodnikowych. Wynika to z faktu, iż właściwości maskujące, pasywujące, zabezpieczające i izolujące warstwy dielektrycznej zależą od jej grubości. Najbardziej rozpowszechnione i najdokładniejsze są metody optyczne. Należą do nich:

- 1) metoda prążków interferencyjnych jednakowej grubości
- 2) metoda barw interferencyjnych
- 3) metoda elipsometrii

Metody te umożliwiają wykonywanie pomiarów warstwy dielektrycznej w szerokim zakresie grubości (od kilku nanometrów do kilku mikrometrów) z dużą dokładnością. W Laboratorium Mikrotechnologii wykorzystuje się metody 2) i 3).

Metoda barw interferencyjnych

Cienkie, przezroczyste warstwy dielektryczne (takie jak SiO₂) oglądane w białym świetle powodują u obserwatora wrażenie barw. Wynika to z interferencji promieniowania odbitego od powierzchni powietrze – warstwa dielektryczna i od powierzchni warstwa dielektryczna – podłoże. Warstwa dielektryczna daje wrażenie barwne, jeśli wskutek interferencji zachodzi wzmocnienie światła o wybranej długości fali. Dla pionowego padania światła wzmocnienie to wystąpi dla długości światła określonej zależnością (2.3). Pozostałe składniki światła białego będą w mniejszym lub większym stopniu wygaszone.

$$\lambda = \frac{2dn}{N} \quad (2.3)$$

gdzie: λ – długość fali światła, d – grubość warstwy dielektrycznej, n – współczynnik załamania warstwy dielektrycznej, $N = 1, 2, 3, \dots$ – rząd interferencji

Z zależności (1.3) wynika, że taka sama barwa będzie się powtarzała dla różnych wartości d , takich że $d = \lambda N / 2n$, przy czym $N = 1, 2, 3, \dots$.

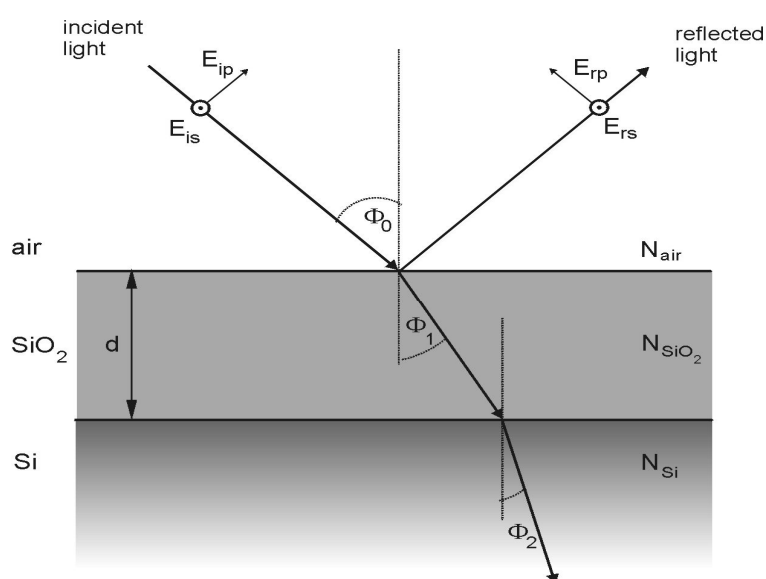
W poniższej tabeli podano barwy warstw SiO₂ na podłożach krzemowych przy oświetleniu dziennym i pionowym kierunku obserwacji. Ze względu na dokładność $\pm \frac{1}{2}$ rzędu (dla SiO₂ $\pm 75...100$ nm), wyznaczenie dokładnej grubości metodą barw interferencyjnych jest możliwe wówczas, gdy znana jest szacunkowa grubość warstwy (np. z warunków procesu technologicznego).

Barwa	Rząd	1	2	3	4
	Grubość [nm]				
Szara		10			
Brunatna		30			
Brązowa		50			
Granatowa		80			
Fioletowa		100	275	465	650
Niebieska		150	300	490	685
Zielona		185	330	520	720
Żółta		210	370	560	750
Pomarańczowa		225	400	600	
Różowa		250	435	625	

Metoda elipsometrii

Elipsometria polega na pomiarze zmiany polaryzacji monochromatycznej wiązki światła wskutek odbicia od badanej powierzchni. Z pomiarów tego rodzaju można wyznaczyć stałe optyczne podłoża, od którego światło zostało odbite lub w przypadku, gdy to podłoże jest pokryte przezroczystą warstwą dielektryczną – grubość i współczynnik załamania tej warstwy. Metoda ta charakteryzuje się dużą dokładnością i szybkością, a ponadto jest metodą nieniszczącą.

Rozważmy zjawisko odbicia monochromatycznej, liniowo spolaryzowanej wiązki światła (rys.5). Stan polaryzacji jest określony przez wzajemną zależność między fazami i amplitudami dwóch fal płaskich, na które można nałożyć drgania wektora pola elektrycznego fali świetlnej. Jedna fala oznaczona jako p , leży w płaszczyźnie padania, zaś druga fala, oznaczona literą s , jest prostopadła do tej płaszczyzny. Jeśli składowe p i s są w fazie, wówczas wynikowa fala jest spolaryzowana liniowo. Różnica faz różna od 180° , odpowiada polaryzacji eliptycznej. W ogólności, odbicie powoduje powstanie różnicy faz oraz zmianę stosunku amplitud fal p i s . Wskutek tego efekt odbicia jest scharakteryzowany przez kąt Δ , zdefiniowany jako zmiana fazy, i kąt Ψ , określony przez arctg współczynnika zmiany



Rys. 5. Odbicie światła spolaryzowanego od warstwy SiO₂ na podłożu Si. Indeksy "s" i "p" opisują składowe pola elektrycznego fali padającej "i" i odbitej "r" - prostopadłą (s) i równoległą (p) do płaszczyzny padania.

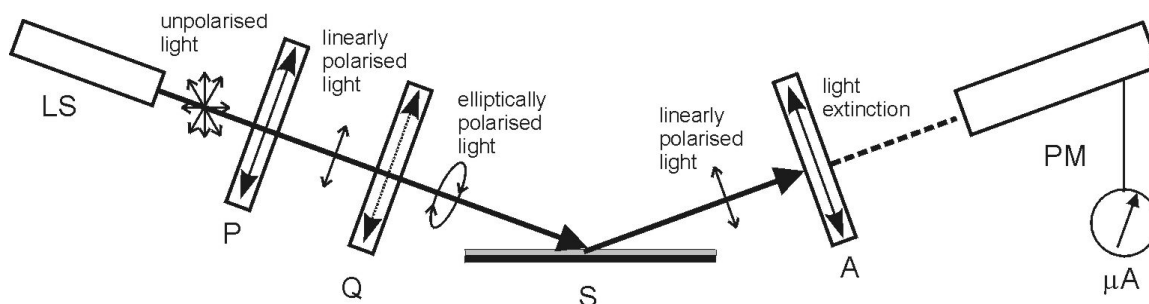
amplitud. Elipsometria polega na określeniu kątów Δ i Ψ , które są związane zależnością (2.4).

$$\operatorname{tg} \Psi \exp(i \Delta) = F(n_1, n_2, \bar{n}_3, \Phi, \lambda, d) \quad (2.4)$$

gdzie: F – pewna funkcja, n_1 – współczynnik załamania ośrodka (powietrza), n_2 – współczynnik załamania warstwy dielektrycznej, \bar{n}_3 – zespolony współczynnik załamania podłoża, Φ – kąt padania wiązki na próbkę, λ – długość fali światła zastosowanego do pomiaru, d – grubość warstwy dielektrycznej

Metoda elipsometryczna umożliwia wyznaczenie dwóch dowolnych parametrów, o ile pozostałe są znane. W przypadku pomiaru warstw dielektrycznych wyznacza się współczynnik załamania n_2 i grubość d . Równanie elipsometrii (2.4) jest w ogólności nierozwiązywalne analitycznie, stąd konieczne jest użycie metod numerycznych i programu komputerowego. Mając określone na podstawie pomiaru wartości Δ i Ψ , można znaleźć na płaszczyźnie $\Delta(\Psi)$ punkt, któremu odpowiadają wartości szukanych parametrów n_2 i d .

Rysunek 6 przedstawia konfigurację tzw. elipsometru typu zerowego, wykorzystywanego w Laboratorium. Światło wysłane przez lampę rтעיową LS (dł. fali 546.1 nm) przechodzi przez polaryzator liniowy P, płytkę ćwierćfalową Q (która przesuwaa fazę między składowymi E_p i E_s), odbija się od próbki S, przechodzi przez drugi polaryzator (analyzer) A i wchodzi do fotopowielacza PM. Pomiar polega na takim ustawieniu azymutów polaryzatora i analizatora, aby wygasić światło wchodzące do fotopowielacza (warunek zerowania).



Rys. 6. Schemat elipsometru zerowego.

2. Wykonanie ćwiczenia

2.1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest pomiar grubości tlenku krzemu metodami barw interferencyjnych i elipsometrii oraz porównanie uzyskanych wyników. Pomiary należy przeprowadzić na dwóch spośród przygotowanych płytek krzemowych z tlenkami o różnej grubości wykonanymi wcześniej metodą suchą.

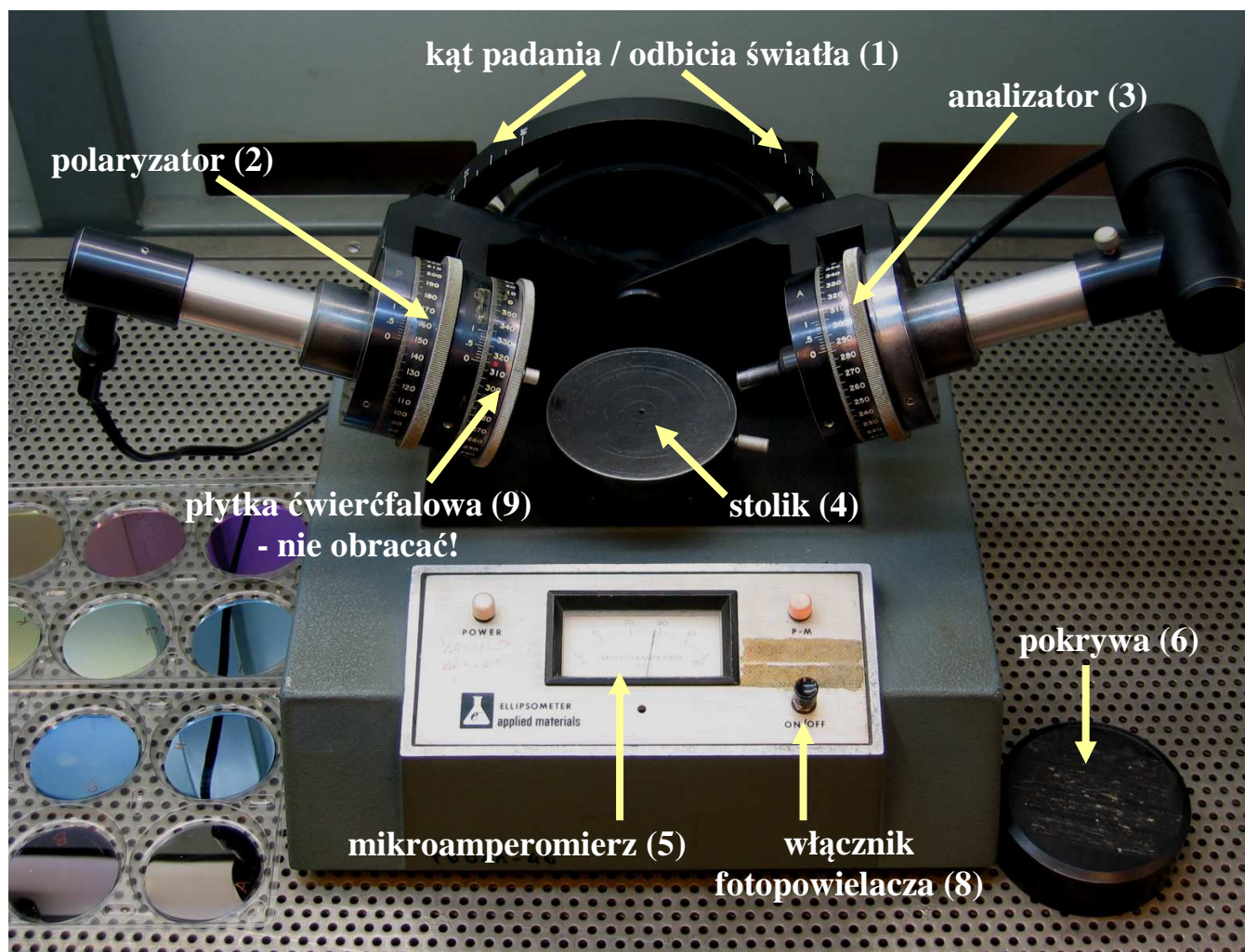
2.2 Pomiar metodą barw interferencyjnych.

Należy wybrać dwie płytki z tlenkiem o różnej grubości tlenku. Porównując ich wygląd z tabelą barw tlenków oszacować grubość tlenku. Wyniki zapisać w tabeli.

Oznaczenie płytki	Barwa tlenku	Szacowana grubość tlenku

2.3. Pomiar metodą elipsometrii.

Na rysunku 7 przedstawiono elipsometr wykorzystywany przy realizacji ćwiczenia.



Rys. 7. Elipsometr.

Należy przeprowadzić pomiary tych samych dwóch płytek z tlenkiem, co w pkt 2.2. Pomiar przeprowadzić przy różnych kątach padania / odbicia światła (Φ_0 z zakresu $50 - 70^\circ$).

W celu wykonania ćwiczenia należy:

- Włączyć przyrząd włącznikiem z tyłu obudowy i pozwolić na nagrzanie się lampy (ok. 3 min.)
- Ustawić i zapisać w tabeli wyników kąt padania / odbicia światła Φ_0 (1, rys 7)
- **Za pomocą pęsety** umieścić badaną płytkę na stoliku (4)
- Dla kątów padania / odbicia światła ok. 70° przykryć stół pokrywą eliminującą wpływ światła zewnętrznego (6)
- Włączyć fotopowielacz (8)
- Obracać polaryzator (2) i analizator (3) aż do wygaszenia światła - minimum natężenia prądu fotopowielacza obserwować na mikroamperomierzu (5)
- Odczytać i wpisać do tabeli azymuty polaryzatora P_1 i analizatora A_1
- Znaleźć, odczytać i wpisać do tabeli drugą niezależną parę kątów spełniających warunek wygaszenia: w tym celu obrócić polaryzator o 90° ($P_2 = P_1 + 90^\circ$) i obracając analizatorem znaleźć kąt A_2
- Skorygować odczyty odejmując odpowiednio: $\Delta P = 226^\circ$ i $\Delta A = 172.5^\circ$ od azymutów polaryzatora i analizatora. Korekta ta jest niezbędna ze względu na kalibrację przyrządu. **Do wszystkich dalszych obliczeń używać wartości skorygowanych!**

- **Nie obracać** płytki ćwierćfalowej - jej położenie jest ustalone.
- Po wykonaniu pomiarów wyłączyć fotopowielacz

$\Phi_0 = \dots\dots\dots^\circ$		Oznaczenie płytki:		
	P_1	A_1	P_2	A_2
Wartości odczytane				
korekta	- 226°	- 172,5°	- 226°	- 172,5°
Wartości skorygowane				

Dla idealnych elementów optycznych przyrządu spełnione są relacje: $P_2 = P_1 + 90^\circ$, $A_2 = -A_1$, jednak ze względu na metodę pomiaru wartości wszystkich kątów znane są jedynie z dokładnością do wielokrotności 180° : P oraz $P+k*180^\circ$, A oraz $A+k*180^\circ$ ($k=1,2,\dots$) są nierozróżnialne. **Wartości A_1 i A_2 powinny zawierać się w przedziale $(-90^\circ, 90^\circ)$ – jeśli tak nie jest należy odpowiednio dodawać lub odejmować 180° .**

Kąty Ψ oraz Δ_1 i Δ_2 , które posłużą do wyznaczenia grubości tlenku za pomocą programu komputerowego należy obliczyć korzystając z następujących zależności:

$$\Delta_1 = 2 * P_1 + 90^\circ \qquad \Delta_2 = 2 * P_1 - 90^\circ \qquad \Psi = \text{abs}(A_1) = \text{abs}(A_2)$$

W przypadku rozbieżności należy przyjąć wartość średnią: $\Psi = [\text{abs}(A_1) + \text{abs}(A_2)] / 2$

Wartości Δ_1 i Δ_2 powinny zawierać się w przedziale $(0, 360^\circ)$ – jeśli tak nie jest należy dodawać lub odejmować 360° . Rezultatem tych rachunków są 2 wartości Δ różniące się o 180° i jedna wartość Ψ . Stanowią one współrzędne dwóch punktów, które należy wprowadzić do programu ELP_JW.

punkt 1	$\Delta_1 =$	$\Psi =$
punkt 2	$\Delta_2 =$	$\Psi =$

Program ELP_JW

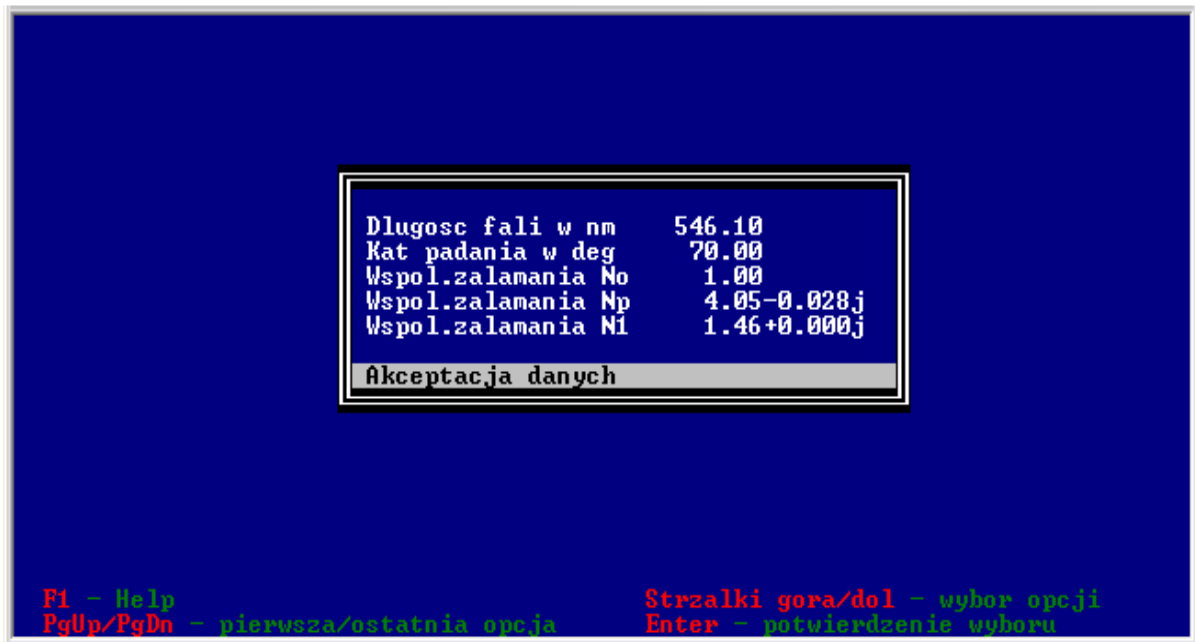
Po uruchomieniu programu należy zweryfikować i ewentualnie poprawić dane wejściowe (rys.8). Po akceptacji danych przechodzimy do głównego okna programu (rys.9), w którym na płaszczyźnie $\Psi(\Delta)$ pojawia się krzywa rozwiązań, reprezentująca zbiór możliwych rozwiązań funkcji elipsometrycznej (2.4).

W celu wprowadzenia wyliczonych współrzędnych punktów, przejść do menu Opcje (klawisz <O>), Punkty doświadczalne <K>, Wpis punktów <W>. Po podaniu liczby punktów doświadczalnych i wpisaniu ich współrzędnych (**kropka dziesiętna tylko z klawiatury tekstowej**), program naniesie je na krzywą rozwiązań, oznaczając je kolorem czerwonym. Tylko punkt leżący na krzywej rozwiązań (lub w bezpośredniej bliskości) ma sens fizyczny i reprezentuje szukaną grubość warstwy tlenku krzemu. Najniżej położony, żółty punkt na krzywej rozwiązań oznacza zerową grubość tlenku. Kolejne punkty tworzące krzywą rozwiązań (przesuwając się zgodnie z kierunkiem ruchu wskazówek zegara) oznaczają wzrost grubości tlenku. Dla ułatwienia interpretacji grubości warstwy wprowadzono znaczniki (domyślnie co 50nm).

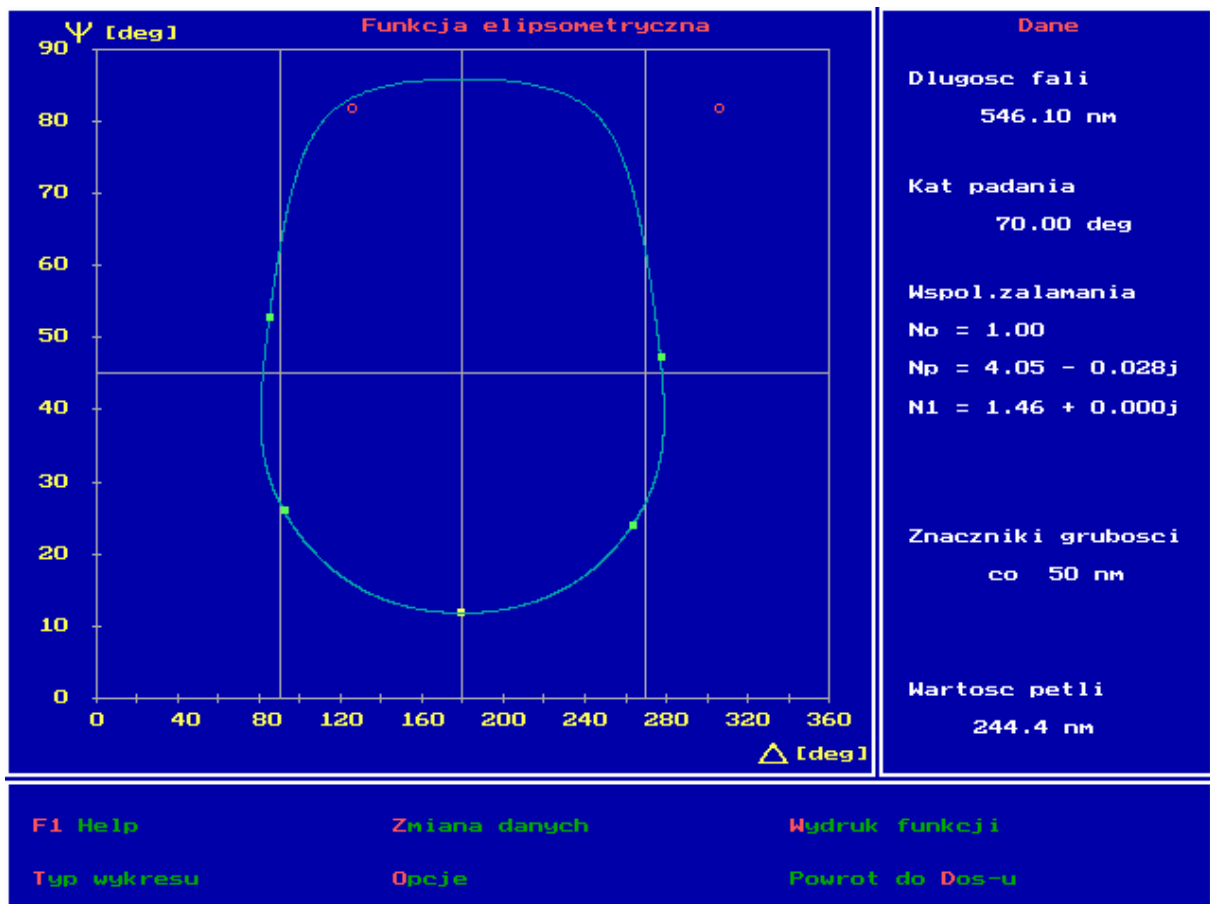
W przykładzie z rysunku 9 sens fizyczny ma punkt po lewej stronie (współrzędne $\Delta=126$, $\Psi=82$), który wskazuje grubość tlenku około 120nm. Należy uwzględnić, że odczytana wartość grubości warstwy jest określona z dokładnością do pętli (wartość pętli jest przedstawiona w oknie głównym programu), która w omawianym przykładzie wynosi 244.4nm.

W celu precyzyjnego określenia grubości badanej warstwy należy przejść do stabelaryzowanej postaci funkcji elipsometrycznej – Menu opcje <O>, Menu główne <M>, Wydruk funkcji <W>, Ekran

<E>. Naciskając PgDn / PgUp znaleźć współrzędne punktu Ψ i Δ i odczytać dokładną wartość grubości tlenku (w przykładzie z rys. 9 jest to 119nm).



Rys.8. Ekran wyboru parametrów wejściowych.



Rys.9. Okno programu ELP_JW.

3. Sprawozdanie

W sprawozdaniu należy zamieścić opis przeprowadzonego ćwiczenia, wyniki pomiarów i obliczeń komputerowych. Na podstawie uzyskanych wyników porównać wyniki pomiaru grubości metodą barw interferencyjnych i metodą elipsometrii. Zamieścić własne wnioski i spostrzeżenia.

4. Literatura

1. R. Beck, *Technologia kremowa*, PWN, Warszawa, 1991
2. Praca zbiorowa, *Procesy Technologiczne w elektronice półprzewodnikowej*, WNT, Warszawa, 1980
3. R. Józwicki, *Optyka instrumentalna*, WNT, Warszawa, 1970
4. F. Ratajczyk, *Optyka ośrodków anizotropowych*, PWN, Warszawa, 1994