

Optikai modellek fejlesztése sokösszetevős anyagrendszerek ellipszometriai vizsgálatához Zárójelentés 47011

A kutatás céljai voltak a korábban alkalmazott optikai modelljeink továbbfejlesztése oly módon, hogy a mikroelektronika új anyagai (pl. magas dielektromos állandójú anyagok, napelem készítéséhez alkalmas félvezetők) és struktúrái is jól vizsgálhatók legyenek az ellipszometria módszerével.

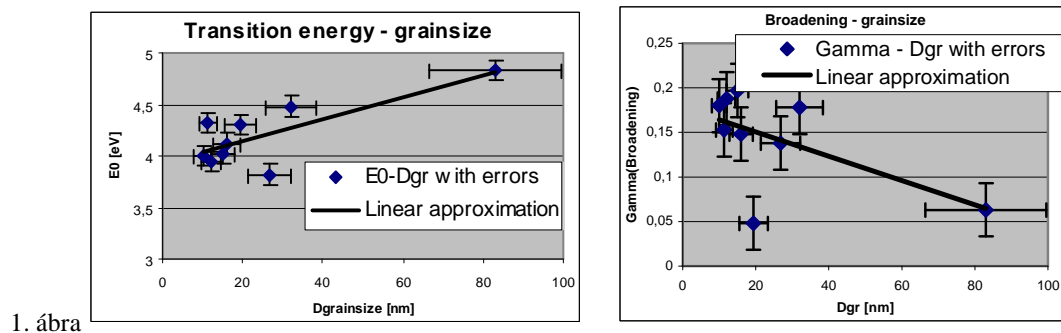
Az első évben a rétegek törésmutató-meghatározásának módszereit vizsgáltuk részletesebben. Korábban sikeresen alkalmaztuk a Bruggeman-féle effektív közeg közelítést ion-implantációval roncsolt, polikristályos és porózus anyagok vizsgálatára. Megvizsgáltuk magas dielektromos állandójú anyagok (pl. $Ba_xSr_{1-x}TiO_3$ vagy $SrBi_2Ta_2O_9$) törésmutatóját az Adachi modellel, amely a Cauchy modellnél kevesebb paramétert tartalmaz és a direkt átmenet hatását is figyelembe veszi, így szélesebb spektrális tartományban bizonyult használhatóbbnak. Ezenkívül bizonyos paraméterei összekapcsolhatóak a szemcsemérettel.

Megvizsgáltuk más diszperziós relációk használhatóságát is pl. Lorentz-típusú oszcillátorok szuperpozícióját.

A továbbfejlesztett modellek alkalmazásával új típusú napelemekhez alkalmazható anyagokat is vizsgáltunk pl. CIS ($CuInSe_2$) ill. CIGS ($CuIn_xGa_{1-x}Se_2$) és ZnO. Besegítettünk Intézetünk egy NKFP projektjében, amelynek végcélja egy ilyen anyagok rétegeiből álló napelem kísérleti gyártása. Az általunk (egy GVOP projektben) kifejlesztett széles-szögű, több-hullámhosszú ellipszométerrel, a kifejlesztett optikai modellek alkalmazásával, a gyártás során valóban lehetségesnek látszik (másodperc nagyságrendű időfelbontással) a valós idejű minőség-ellenőrzés.

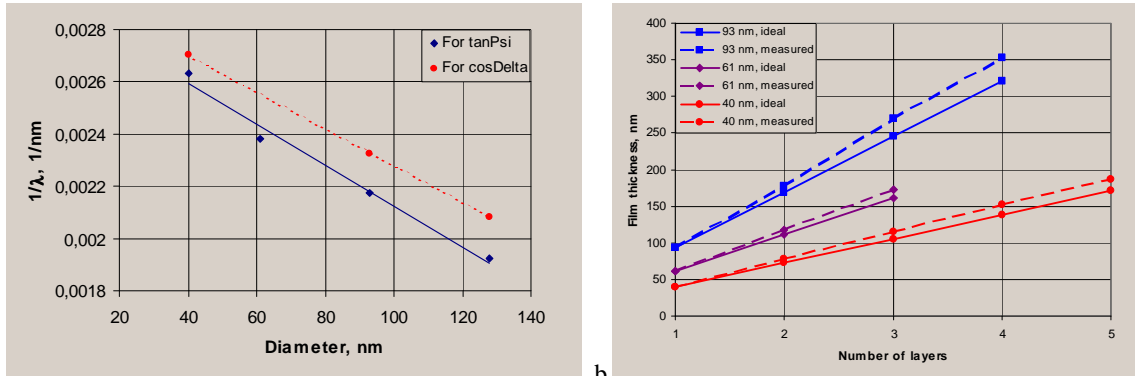
Az elért eredmények ismertetése:

Folyamatosan fejlesztettük a spektroszkópiai ellipszometriai kiértékelés módszereit [O. Polgár, P. Petrik, T. Lohner, M. Fried: Evaluation strategies for multi-layer, multi-material ellipsometric measurements, Appl. Surf. Sci. v. 253(1), 2006, 57-64] lehetővé téve komplexebb rendszerek vizsgálatát. Korábban, $SrBi_2Ta_2O_9$ (SBT, ferroelektromos anyag) rétegek vizsgálata során megállapítottuk, hogy a Bi atomi százaléka és a törésmutató között közel lineáris összefüggés tapasztalható a 6-11 %-os tartományban. További vizsgálatokkal megállapítottuk, hogy az Adachi-féle diszperziós modellben szereplő két energia-dimenziójú paraméter (direkt átmenet és "kiszélesedési" paraméter, lásd 1. ábra) nagysága erősen korrelál az XRD-vonalprofil analízissel meghatározott átlagos szemcsemérettel [M. Fried, P. Petrik, Z. E. Horváth, T. Lohner C. Schmidt, C. Schneider, H. Ryssel: Optical and x-ray characterization of ferroelectric Strontium-Bismuth-Tantalate (SBT) thin films, Appl. Surf. Sci. v. 253(1), 2006, 349-353].



Stöber szilika részecskéket Langmuir-Blodgett (LB) technikával vittünk fel szilícium hordozóra, méretüket 40 nm-től 140 nm-ig választva egy (vagy több) rétegben, melyben a nanogömbök szabályosan, szoros illeszkedésben helyezkednek el. Kimértük az effektív közeg közelítések érvényességi határait erre a rendszerre (2. ábra a, küszöb hullámhosszak a nanogömbök átmérője függvényében). Az ideálistól eltérő porozitás-értékek alapján becslést adtunk a részecskék átlagos távolságára - vagyis a lefedettségre - egyrétegű filmben. Felvetettük, hogy több réteg esetén a mért

effektív vastagság értékének ideálistól való eltérését a polidiszperzitás okozza (2. ábra b, mért és számolt effektív vastagság a rétegszám függvényében). [Nagy N, Deak A, Horvolgyi Z, Fried M, Agod A, Bársony I: Ellipsometry of silica nanoparticulate Langmuir-Blodgett films for the verification of the validity of effective medium approximations, LANGMUIR 22 (20): 8416-8423 SEP 26 2006].



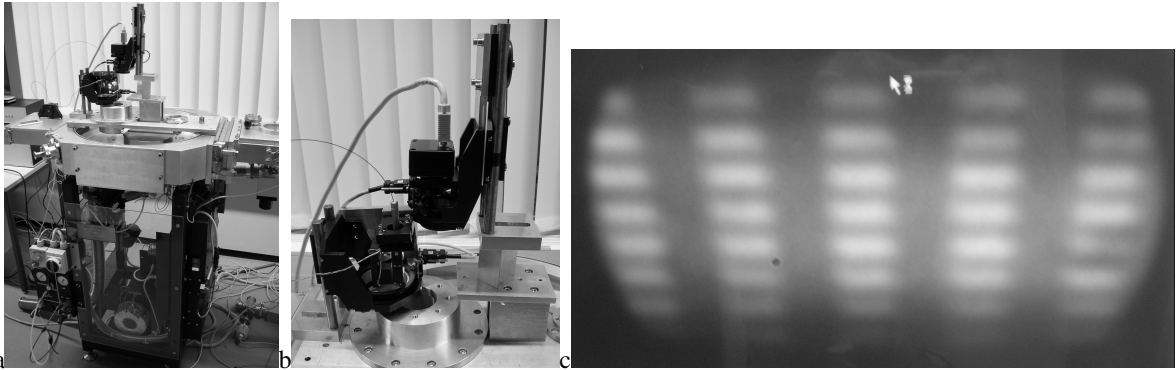
2. ábra a

b

Vizsgáltuk a nagydózisú hélium ill. nitrogén implantáció hatására létrejövő hiba-szerkezetek optikai hatását [P. Petrik, M. Fried, T. Lohner, N.Q. Khánh, P. Basa, O. Polgár, C. Major, J. Gyulai, F. Cayrel and D. Alquier: Dielectric function of disorder in high-fluence helium-implanted silicon, Nucl. Inst. Meth. . B, Vol. 253, pp. 192-195 (2006); M. Fried, N. Q. Khanh, P. Petrik: Defect profiling by ellipsometry using ion implantation through wedge masks; 4th International Conference on Spectroscopic Ellipsometry, ICSE-4, 2007, Stockholm, Sweden, poster presentation, Physica Status Solidi (c), in press].

Megállapítottuk, hogy az ellipszometria pontosabbá tehető, ha a porózus szilíciumban a marás után megmaradó szilícium-szemcsék méretét is beépítjük az optikai modellbe. Vastag porózus szilícium minták esetében a felület-közeli inhomogenitást effektív közeg modellt használó vékony felületi rétegekkel vettük figyelembe. Ebben a modellben már használtuk a parametrikus oszcillátor modellt. A kiinduló alapanyag adalékoltságának megválasztásával sikerült egy változó szemcseméretű porózus-szilícium mintasorozatot előállítani és az Adachi-féle diszperziós modellhez hasonló Modified Dielectric Function-ban szereplő két energia-dimenziójú paraméter (direkt átmenet és "kiszélesedési" paraméter) nagyságával korrelációt találni az elektronmikroszkóppal meghatározott szemcsemérettel [P. Petrik, M. Fried, T. Lohner, I. Bársony, J. Gyulai: Ellipsometric characterization of nanocrystals in porous silicon, Appl. Surf. Sci. v. 253(1), 2006, 200-203].

A saját fejlesztésű szélesszögű ellipszométerrel a fenti anyagtulajdonságok inhomogenitása nem csak vertikálisan, hanem laterálisan is vizsgálható (gyors térképezés, [G. Juhász, P. Petrik, O. Polgár, M. Fried: Homogeneity check of ion implantation in silicon by wide-angle ellipsometry, 4th Workshop Ellipsometry, 20-22 Feb. 2006, Berlin (poszter)]). A berendezésnek új változata készült el, megnőtt a térképezett felület nagysága (80x200 mm²). Demonstráltuk a berendezés „cluster tool”-ra való ráépíthetőségét, in line mérések végrehajtása céljából, 3. ábra [G. Juhász, Z. Horváth, C. Major, P. Petrik, O. Polgár, M. Fried: Non-collimated beam ellipsometry; 4th International Conference on Spectroscopic Ellipsometry, ICSE-4, 2007, Stockholm, Sweden, oral presentation, Physica Status Solidi (c), in press; C. Major, G. Juhász, Z. Horváth, O. Polgar, M. Fried: Wide angle beam ellipsometry for extremely large samples; 4th International Conference on Spectroscopic Ellipsometry, ICSE-4, 2007, Stockholm, Sweden, poster presentation, Physica Status Solidi (c), in press].



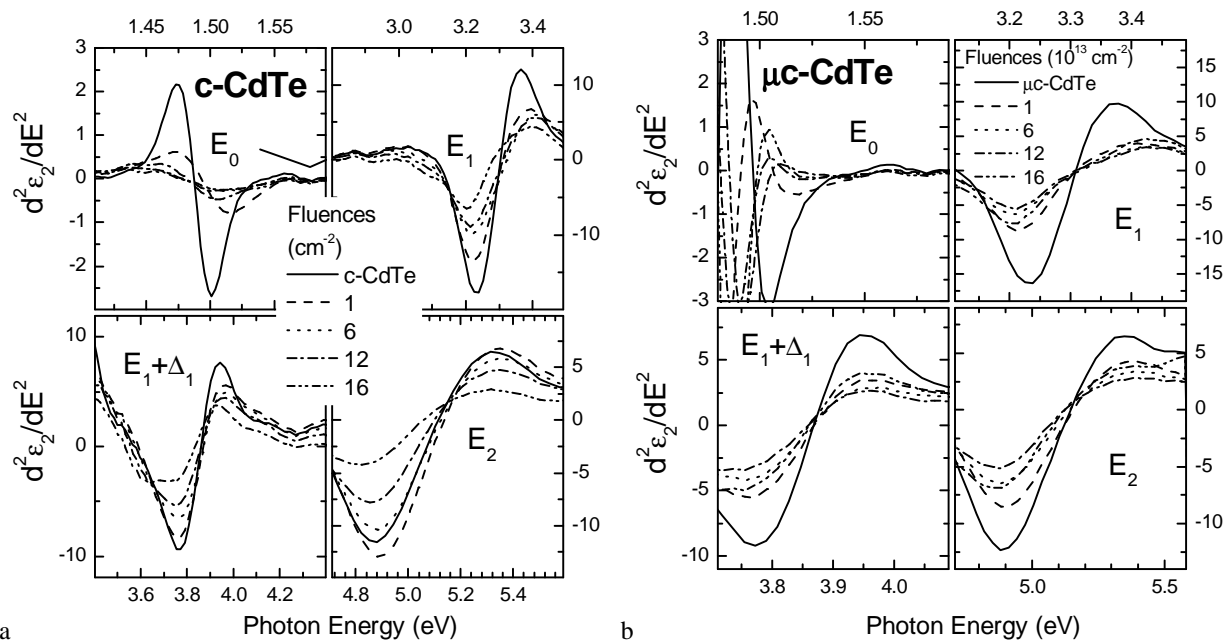
3. ábra a

A szélesszögű ellipszométer vákuum-kamra tetején (a és b) és a vizsgált sakk-tábla (4 mm-es) mintázatú oxid-minta képe

Sikerült a diszperziós formulák paramétereinek összekapcsolása a szemcsemérettel SiNx (nanokristályos Si nitridben) rétegekben is [P. Basa, P. Petrik, M. Fried, L. Dobos, B. Pécz, L. Tóth: Si nanocrystals in silicon nitride: An ellipsometric study using parametric semiconductor models, Physica E Volume: 38 Issue: 1-2 Pages: 76-79 Published: 2007]. A terveink között szerepelt az eredmények alapján a modellek továbbfejlesztése és alkalmazása új típusú napelemekhez alkalmazható CIS (CuInSe₂) ill. CIGS (CuIn_xGa_{1-x}Se₂) anyagok vizsgálatára, és ezen eredmények használata in-situ, real-time minőség ellenőrzési módszerek megvalósítására.

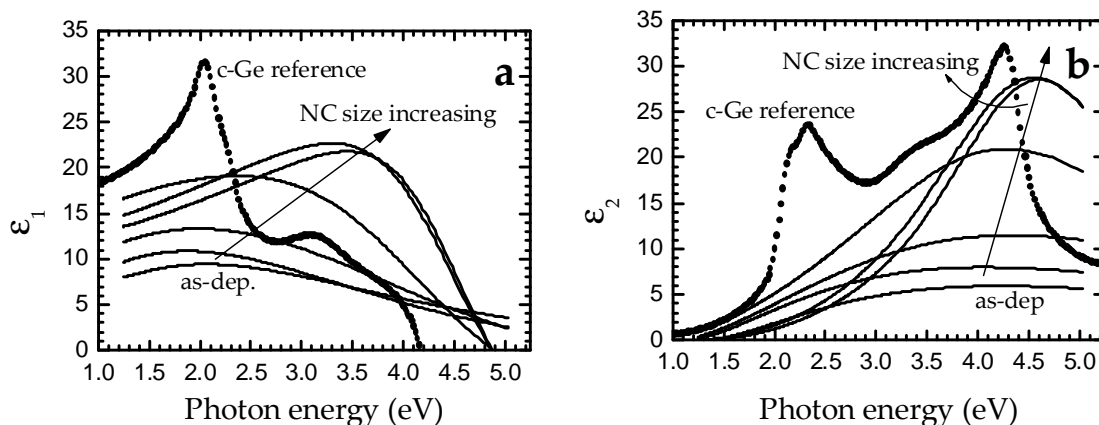
Ezeknek az anyagoknak az előállítására késedelmet szenvedett Intézetünkben, mivel a párhuzamosan futó NKFP projekt ("Napelemgyártó pilot-sor - Napelem-technológiai innovációs centrum", NKFP 3/025/2001) megvalósítása késett, a projekt-vezető cég anyagi problémái miatt. Ezen indokkal az OTKA is hozzájárult jelen OTKA téma egy évvel történő meghosszabbításához. A kísérletek csak 2007 végén indultak meg, így az eredmények és azok publikálása nem jelenhet meg ebben a beszámolóban. A célkitűzés megvalósíthatóságát bizonyítottuk (CuInGaSe₂ és ZnO rétegek tulajdonságai nagy érzékenységgel vizsgálhatóak az összetétel függvényében), de ez még csak az NKFP projekt Zárójelentésébe kerülhetett be.

Ezzel párhuzamosan, a jelen OTKA-hoz kapcsolódóan a témavezető elnyert egy nemzetközi együttműködést támogató kiegészítő (OTKA IN 64195) pályázatot az Ohio (USA) állambeli Toledo University-vel való közös kutatáshoz. CdTe és CdS optikai tulajdonságait vizsgáltuk (Petik Péterrel, N. Q. Khanh-nal és a Robert Collins professzor vezette napelemes csoporttal) ion bombázás módosító hatásának ellipszometriás mérése útján. A mérésekből meg tudtuk határozni a gerjesztett excitonok karakterisztikus méreteit, amivel pontosabbá tehető az optikai modellek az in-situ rétegleválasztásos mérésekhez (4. ábra). Az első eredményeinkről a 2007-ben megrendezésre kerülő ICSE-4 konferencián számoltunk be [P. Petrik, N. Q. Khánh, Jian Li, Jie Chen, R. W. Collins, M. Fried, G. Z. Radnóczy, T. Lohner, and J. Gyulai: Ion implantation induced disorder in single-crystal and sputter-deposited polycrystalline CdTe characterized by ellipsometry and backscattering spectrometry; 4th International Conference on Spectroscopic Ellipsometry, ICSE-4, 2007, Stockholm, Sweden, poster presentation, Physica Status Solidi (c), in press].



4. ábra A pseudo-dielektromos függvény második deriváltja a kritikus pontok körül különböző ion implantációs dózisos esetén (a) egykristályos (b) polikristályos CdTe mintákon

Több fronton folytattuk a félvezetőkben ionimplantációval létrehozott nanokristályok vizsgálatát, elsősorban Si, CdTe, SiC és Ge anyagokra (ld. Közlemények). Si-ban az Adachi-féle "Model Dielectric Function"-t, CdTe-ban az Aspnes-féle magasabb derivált módszert, SiC és Ge anyagokban pedig kezdeti lépésként egyszerűbb (pl. Tauc-Lorentz oszcillátor) modelleket használtunk. Az eredményeket részben a ICSE-4, részben pedig az EMRS konferencián mutattuk be [M. Fried, N. Q. Khanh, P. Petrik: Defect profiling by ellipsometry using ion implantation through wedge masks; 4th International Conference on Spectroscopic Ellipsometry, ICSE-4, 2007, Stockholm, Sweden, poster presentation, Physica Status Solidi (c), in press; O. Polgár, M. Fried, N. Khanh, P. Petrik, I. Bársony: Determination of Ion Track Sizes and Shapes with Damage Simulations on the base of Ellipsometric and Backscattering Spectrometric Measurements; 4th International Conference on Spectroscopic Ellipsometry, ICSE-4, 2007, Stockholm, Sweden, poster presentation, Physica Status Solidi (c), in press; T. Lohner, Z. Zolnai, P. Petrik, G. Battistig, J. Garcia López, Y. Morilla, A. Koós, Z. Osváth, and M. Fried: Complex dielectric function of ion implantation amorphized SiC determined by spectroscopic ellipsometry; 4th International Conference on Spectroscopic Ellipsometry, ICSE-4, 2007, Stockholm, Sweden, poster presentation, Physica Status Solidi (c), in press; P. Basa, P. Petrik, M. Fried, A. Dâna, A. Aydinli, S. Foss, T. G. Finstad: Spectroscopic ellipsometric study of Ge nanocrystals embedded in SiO₂ using parametric models; 4th International Conference on Spectroscopic Ellipsometry, ICSE-4, 2007, Stockholm, Sweden, poster presentation, Physica Status Solidi (c), in press]; 5. ábra.



5. ábra SiO₂-ben lévő Ge nano-kristályok dielektromos függvényének valós és képzetes része különböző hőmérsékletű hőkezelés hatására. Szépen látszik a nano-kristályok méretének növekedésének hatása.

A munkát folytatni fogjuk a befejezés után is, főleg a CIGS- rétegek vizsgálatával.

Az eredményeket 24 publikációban (konferenciákon és folyóiratcikkekben) jelentettük meg. A cikkek kumulált impakt faktora 24 felett van.

Dr Fried Miklós