

EL·LIPSOMETRIA RÀPIDA I ESPECTROSCÒPICA PER A LA CARACTERITZACIÓ DE CAPES FINES

per

E. BERTRAN, J. ANTÓ
i J. L. MORENZA

Departament de Física Aplicada i Electrònica, Universitat de Barcelona,
Avinguda Diagonal 645, 08028 Barcelona

INTRODUCCIÓ

Entre les tècniques òptimes adients per a l'estudi de capes fines i estructures multicapa, l'el·lipsometria ràpida i espectroscòpica constitueix un potent mitjà tant de caracterització òptica completa de les capes com de seguiment de llur procés de creixement.

La mesura de l'estat de polarització de la llum després de la reflexió damunt la superfície plana d'un material dóna informació sobre la natura d'aquest. L'el·lipsometria és una tècnica no destructiva que permet l'estudi *in situ* d'un material en el curs del seu tractament o del seu creixement amb una precisió de l'ordre de la monocapa. A més, l'el·lipsometria ràpida permet de seguir l'evolució en increments de temps inferiors al ms.¹

L'el·lipsometria espectral visible-ultraviolat permet mesurar la funció dielèctrica complexa equivalent $\tilde{\epsilon}$ i proporciona tota la informació òptica de la capa o de l'estructura multicapa. El posterior tractament matemàtic d'aquesta funció, mitjançant diferents models multicapa i l'aproximació del medi efectiu de Bruggeman,² permet de detectar l'existència d'intercapes i establir-ne el gruix i la composició física.

Entre les aplicacions de l'el·lipsometria hom pot destacar: el creixement de capes fines, la mesura de l'índex de refracció i del coeficient d'absorció espectral,³ el gravat sec a la microelectrònica, l'estudi de la interacció plasma-material i dels processos d'oxidació i de nitruració, la detecció d'intercapes i sobrecapes, l'estudi d'estructures multicapa, i l'anàlisi de composició d'aliatges.

Actualment s'està construint al Departament un equip d'el·lipsometria ràpida i espectral engalzat a un reactor de plasma RF per a fer el dipòsit i la caracterització de capes fines de a-Si:H, a-Ge:H i de llurs aliatges.

Com a exemple d'aplicació de l'el·lipsometria, presentem ací un estudi del creixement de capes de nitrur de silici sobre silici monocristal·lí sobre silici amorf hidrogenat, realitzat gràcies a una estada a l'École Polytechnique de Palaiseau (França). Aquest treball pretén de posar en clar, mitjançant la tècnica el·lipsomètrica, l'existència o no d'una interfase entre la capa de silici amorf i la capa de nitrur de silici dels transistors de capa fina (TFT's), dispositius que han estat utilitzats recentment per a desenvolupar les pantalles planes de televisió.⁴ L'existència d'aquesta interfase introdueix estats superficials que afecten directament la tensió llindar d'aquests dispositius.

La figura 1 mostra els esquemes corresponents al TFT d'estructura directa i al TFT d'estructura inversa. Hom hi aprecia la diferent disposició de les capes de a-Si:H i de a-Si_xN_yH. L'estructura directa és utilitzada típicament per a la fabricació dels FET's amb c-Si, mentre que l'estructura inversa és exclusiva de la tecnologia del silici amorf. L'estructura inversa dona millors resultats elèctrics que la directa, però aporta una major complicació tecnològica, ja que cal fer més passos de mascarar. Les causes de l'avantatge de l'estructura inversa no han estat aclarides; malgrat tot, hom pensa que són degudes a una diferència entre la interfase dels dos tipus d'estructures.⁵ L'el·lipsometria és una potent tècnica d'anàlisi òptica que pot aclarir aquesta qüestió.

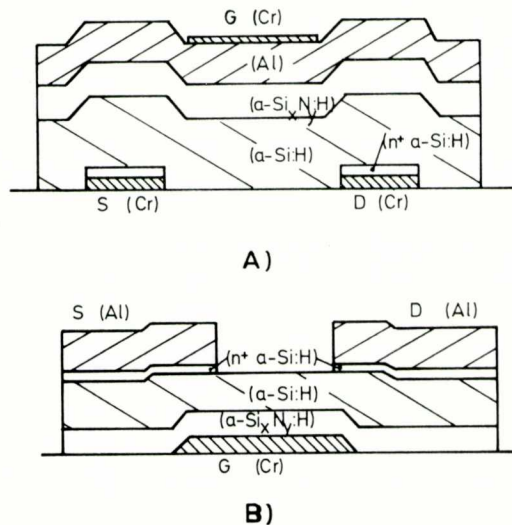


Figura 1. Secció del transistor de capa fina de a-Si:H :
(A) d'estructura directa.
(B) d'estructura inversa.

DISPOSITIU EXPERIMENTAL

El dipòsit de capes de a-Si_xN_y:H sobre c-Si i sobre a-Si:H ha estat realitzat en un reactor de plasma RF acoblat a un el·lipsòmetre de polarització modulada.⁶ Aquest muntatge experimental ens ha permès de fer una anàlisi en temps real durant el creixement de les capes.

Les capes de a-Si_xN_y:H cresqueren a partir d'un flux de gas SiH₄ + NH₃ amb una certa relació gasosa R, definida en funció de les pressions parcials dels gasos a través de l'expressió:

$$R = 100 \times [\text{SiH}_4] / ([\text{SiH}_4] + [\text{NH}_3])$$

La pressió del recinte fou de 4 Pa, i el gas fou sotmès a una descàrrega de RF (13.56MHz) de baixa potència. La temperatura del substrat fou mantinguda a 250°C i les velocitats de creixement oscil·laren al voltant de 1Å/s i augmentaren amb la relació gasosa R. Fèrem un mostreig amb diferents relacions gasoses, des d'un 10% fins a un 30%, per tal de trobar la relació més adequada per a l'obtenció de capes de nitrur de silici amorf hidrogenat de bones característiques. La Taula I indica els paràmetres tecnològics que intervingueren en el procés de dipòsit.

Taula I. Paràmetres tecnològics del procés de dipòsit de les capes de a-Si_xN_y:H

Mostra	Relació gasosa	Intensitat RF	SWR	Potència RF	Tensió polar	Temp/Press
	R (%)	I _{RF} (mA)		P _{RF} (W)	(V)	T _{Cb} (°C)/P(Pa)
A/c-Si(n)	20	100	1.1	10	-18	250/4
H/c-Si(n)	10	105	1.1	10	-17	250/4
D/c-Si(n ⁺)	30	100	1.1	10	-25	250/4
E/c-Si(n ⁺)	25	100	1.1	10	-13	250/4
F/c-Si(n ⁺)	15	100	1.1	10	-30	250/4
NB/c-Si	20	50	1.05	4	-6	250/4
LB/c-Si	15	50	1.05	4	-5	250/4
MB/c-Si	25	50	1.05	4	-6.5	250/4
OB/c-Si	10	50	1.05	4	-3	250/4
AT/c-Si	25	60	1.05	5	-4	250/4
a-Si:H/AT	100	40	1.05	4	-8	300/4
BT(a-Si)	100	40	1.05	4	-13	300/4
Si ₃ N ₄ /BT	25	50	1.0	4	-13.5	250/4

MESURES EL-LIPSOMÈTRIQUES

Per realitzar les mesures el·lipsomètriques del silici monocristal·lí (c-Si) fèrem un atac químic de la seva superfície amb una dissolució aquosa de HF al 10% durant 1 s, i després esbaldírem la mostra amb aigua desionitzada. Aquest tractament allibera la capa d'òxid de silici superficial i permet de fer

un bon mesurament de la funció dielèctrica complexa $\tilde{\epsilon}$ del silici monocristal·lí. La figura 2 presenta els espectres de la part imaginària de $\tilde{\epsilon}(h\nu)$ corresponents a una mostra de c-Si amb una capa d'òxid i una mostra de c-Si després de l'atac químic amb HF. Hom pot veure el creixement del pic corresponent a una energia de 4.1 eV fins a un valor superior a 40.

Un cop obtingut l'espectre energètic de la funció dielèctrica complexa $\tilde{\epsilon}(h\nu)$, per començar el dipòsit de la capa de $a\text{-N}_x\text{Si}_y\text{:H}$. Aquest dipòsit es realitza simultàniament amb un mesurament en temps real de les trajectòries dels angles el·lipsomètrics ψ i Δ corresponents a una longitud d'ona fixa de 310 nm. L'evolució temporal i la trajectòria experimental en el pla (ψ , Δ) depenen no tan sols de la velocitat de dipòsit, sinó també del contrast entre els índexs de refracció del substrat i de la capa. Per a fer aquest darrer mesurament cal tapar el substrat de c-Si amb un obturador i establir el plasma i els fluxos dels gasos dins el reactor. Només quan els paràmetres que defineixen el plasma arriben a ésser constants s'inicia el dipòsit i el mesurament en temps real per tal de recaptar informació sobre el primer estadi de creixement de la capa. Més tard hom fa un espectre energètic de la funció complexa $\tilde{\epsilon}(h\nu)$ corresponent a l'estructura multicapa resultant.

RESULTATS

La figura 3 presenta la trajectòria ψ , Δ en temps real d'una capa de $a\text{-N}_x\text{Si}_y\text{:H}$ crescuda sobre c-Si per a una longitud d'ona de 310 nm. La corba comença en el punt (ψ , Δ) = (25°, 137°) corresponent al c-Si i presenta

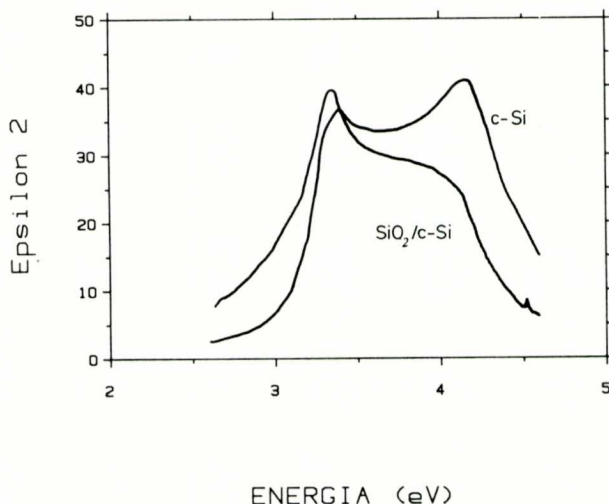


Figura 2. Espectres de la funció $\epsilon_2(h\nu)$ corresponents a una mostra de c-Si amb una capa d'òxid i de la mateixa mostra després de l'atac químic amb HF.

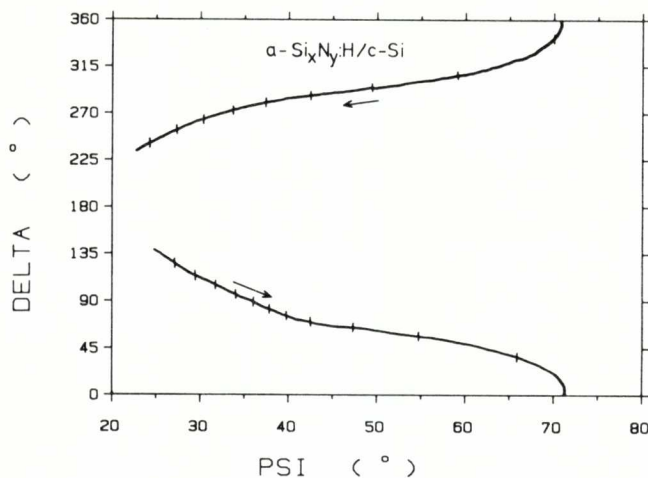


Figura 3. Trajectòria ψ , Δ en temps real d'una capa de $a\text{-Si}_x\text{N}_y\text{H}$ crescuda sobre $c\text{-Si}$ per a una longitud d'ona de 310 nm.

una periodicitat deguda a l'elevada transparència de la capa. L'ajust de la corba a un model multicapa ens proporciona informació sobre l'índex de refracció ($\approx 1,89$), el gruix de la capa (≈ 100 nm) i la velocitat de creixement (≈ 1 Å/s). En el primer estadi del creixement la corba presenta una desviació de la periodicitat deguda a la presència d'una interfase.

Per a l'estudi de l'estructura $a\text{-Si}_x\text{N}_y\text{H}/a\text{-Si:H}$ hem mesurat la dependència de les parts real ϵ_1 i imaginària ϵ_2 de la funció dielèctrica complexa $\bar{\epsilon}$. La figura 4 mostra aquestes dependències corresponents a la capa de

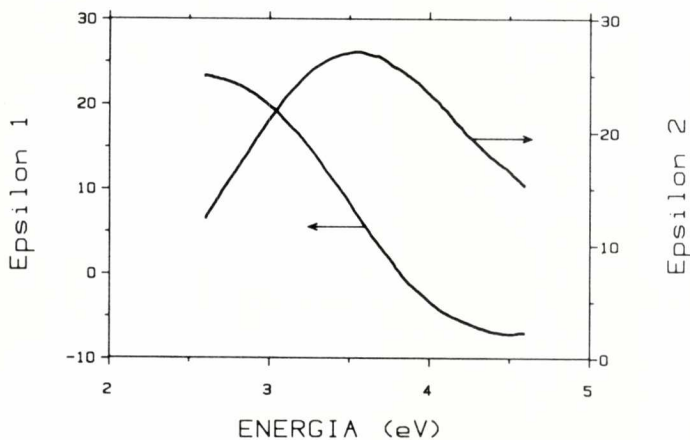


Figura 4. Dependències de les parts real i imaginària de la funció dielèctrica complexa $\bar{\epsilon}(h\nu)$ de la capa de $a\text{-Si:H}$ abans del dipòsit de la capa dielèctrica.

a-Si:H abans del dipòsit de la capa dielèctrica. El valor del màxim de ϵ_2 corresponent a una energia de 3.5 eV indica que és un silici amorf d'alta densitat i adequat, des del punt de vista òptic, per al present estudi. La trajectòria el·lipsomètrica del posterior creixement de la capa de $a\text{-Si}_x\text{N}_y\text{:H}$ que mostrem a la figura 5 comença en el punt $(\psi, \Delta) = (28^\circ, 130^\circ)$, angles corresponents al substrat de a-Si:H per a una longitud d'ona de 310 nm, i descriu una corba periòdica equivalent a la de la figura 3. Hom pot veure que la interfase és més fina, mentre que el gruix i la velocitat de creixement són pràcticament els mateixos.

Hem observat que la velocitat de creixement depèn directament de la composició del flux gasós; així, quan R augmenta, també augmenta la velocitat de creixement de la capa de nitrur de silici, pel fet que augmenta la quantitat de radicals de silici dins el plasma.

Finalment hem estudiat l'estructura a-Si:H/a-Si_xN_y:H corresponent a l'estructura TFT inversa. La figura 6 mostra la trajectòria dels angles el·lipsomètrics en temps real corresponent al creixement de la capa de a-Si:H sobre el substrat de a-Si_xN_y:H/c-Si. L'aspecte d'aquesta corba és completament diferent de les altres pel fet que s'ha perdut la periodicitat de la corba, ja que el a-Si:H és un material opac per a aquesta longitud d'ona (310 nm) quan el seu gruix supera els 35 nm. Els angles ψ, Δ arriben als valors estacionaris $(28^\circ, 130^\circ)$ corresponents a una capa opaca i per tant corresponen al punt de partida de la trajectòria de la figura 5. L'existència d'una interfase és més difícil d'apreciar en aquesta figura, i només obtindrem les seves característiques ajustant la corba a un model multicapa.

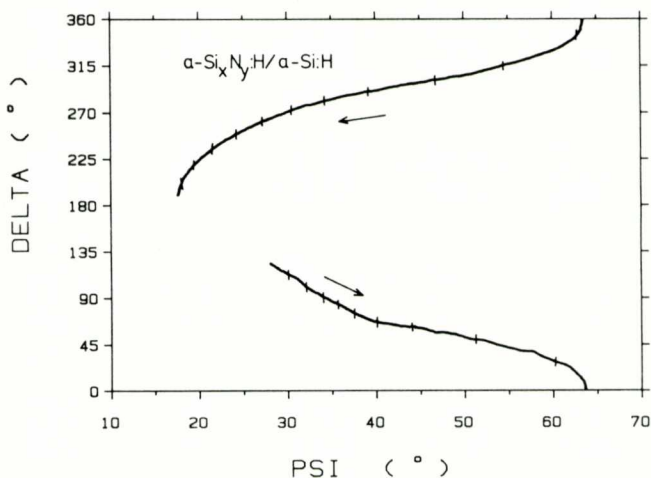


Figura 5. Trajectòria el·lipsomètrica del creixement d'una capa de $a\text{-Si}_x\text{N}_y\text{:H}$ damunt un substrat de a-Si:H per a una longitud d'ona de 310 nm.

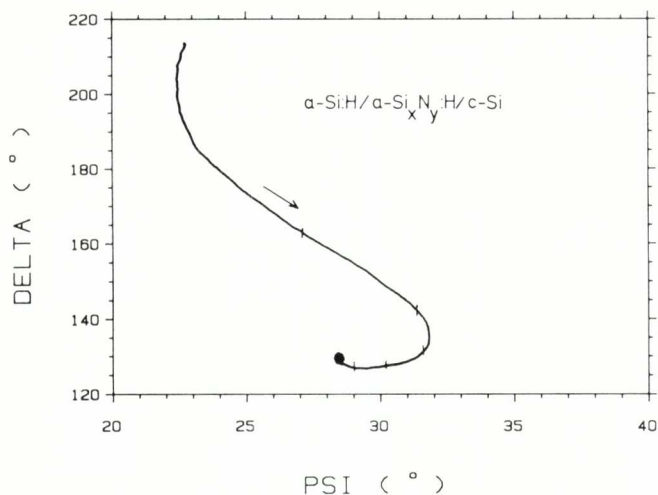


Figura 6. Trajectòria en temps real dels angles el·lipsomètrics ψ , Δ corresponent al creixement d'una capa de $\alpha\text{-Si:H}$ sobre un substrat de $\alpha\text{-Si}_x\text{N}_y\text{H}/\text{c-Si}$.

CONCLUSIÓ

L'el·lipsometria *in situ*, en temps real i espectroscòpica, és una tècnica adient per a la caracterització de les capes fines, dels processos de llur creixement i dels canvis a les superfícies materials sotmeses a l'activitat d'un plasma. La possibilitat de seguir l'evolució del creixement d'una capa dóna una valuosa informació que permet d'optimitzar els paràmetres tecnològics del dipòsit. D'altra part, l'el·lipsometria espectroscòpica dóna tota la informació òptica de la capa, índex de refracció i coeficient d'extinció en funció de l'energia, gruixos de l'estructura multicapa i composició física.

AGRAÏMENTS

Els autors agraeixen la col·laboració del Dr. A. Lloret, de l'École Polytechnique de Palaiseau (França), així com la seva amabilitat en facilitar-nos la utilització del reactor de plasma RF i de l'el·lipsòmetre del seu laboratori. Aquest treball forma part del programa núm. 2301 de l'Institut d'Estudis Catalans.

REFERÈNCIES

1. B. DREVILLON, J. PERRIN, R. MARBOT, A. VIOLET i J.L. DALBY: Rev. Sci, Instrum, 53 (1982) 969.

2. J. PERRIN: Thèse d'Etat, Université de Paris VII, 1983, pp. 283-284.
3. R.W. COLLINS i A. PAWLOWSKI: *J. Appl. Phys.*, 59 (1986) 1160.
4. M. J. THOMPSON: *J. Vac. Sci. Technol. B*, 2 (1984) 827.
5. R.W. COLLINS: *J. Appl. Phys.*, en premsa.
6. A.M. ANTOINE, B. DREVILLON i P. ROCA i CABARROCAS: *J. of Non Crystalline Solids*, 77&78 (1985) 769.