

**Szélesszögű spektroszkópai ellipszométer
fejlesztése és
alkalmazása napelem-technológiai ZnO
rétegek vizsgálatára**

PhD téziszfüzet

Major Csaba Ferenc

Témavezető: Dr. Fried Miklós

Magyar Tudományos Akadémia
Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Kutató Intézet

2009

Bevezetés

Az ellipszometria napjaink vékonyréteg kutatásában és az egyik vezető iparágazatban, a mikroelektronikában alkalmazott kulcsfontosságú optikai mérési technika. A fejlesztés és gyártás folyamán szükség van bizonyos mérési módszerekre, amelyek az ellenőrzési és visszaszabályozási feladatok megoldásában segítenek. Különösen fontosak az érintésmentes, roncsolásmentes, hosszadalmas minta-előkészítést nem igénylő, gyors és viszonylag olcsó módszerek. Az optikai mérési technikákra jellemzően az ellipszometria is roncsolásmentes vizsgálatot tesz lehetővé. Előnye más optikai mérési módszerekkel szemben, hogy itt a komplex reflexiók együtthatót mérjük, ami azt jelenti, hogy az intenzitáskülönbségek mellett fázis információt is rögzítünk. A módszer abszolút steril és szemben szinte minden, az integrált áramköri követelményeket kielégítő mérési, minősítési eljárással, nem roncsolja a szeletet, rétegeket, így alkalmas akár a gyártás közbeni ellenőrzésre is. Ennek köszönhető, hogy az ellipszometria virágkorát éli, terjedőben vannak a

biológiai és a napelem kutatási-fejlesztési-technológiai alkalmazások is.

Az ellipszometriás mérési eredmények kiértékelése nem triviális feladat. A mérési eredmények (komplex reflexiós arányok) nem állnak egyértelmű kapcsolatban a vizsgált minta fizikai tulajdonságaival (rétegvastagságok, törésmutatók, kémiai összetétel, stb.) ezért mindig (lehetőleg minél kevésbé) idealizált optikai modellből számolt mennyiségekkel hasonlítjuk össze a mért eredményeket. Sokszor ezeknek az optikai modelleknek a megkonstruálása és ellenőrzése a kulcsfeladat. Mivel igen bonyolult (komplex mennyiségeket tartalmazó) egyenletekkel, függvényekkel kell dolgozni, ezért kapnak hangsúlyos szerepet a számítógépes kiértékelési módszerek és éppen ezért az igazi fejlődés 1960 után kezdődött, amikor kezdtek elterjedni a számítógépek.

A jelenleg piacon kapható ellipszométerek pontossága kielégítő a mikroelektronika számára és sebességük alkalmas az úgynevezett „in situ” ill. „in-line” vagy más néven gyártás közbeni mérésekre. Ezen műszerek hátránya, hogy egyszerre a mintának csak egyetlen „pontját” mintavételezik. Pont alatt általában

egy néhány négyzetmilliméternyi (fókuszált nyaláb esetében tizedmilliméteres) foltot kell érteni, amelyről az érkező információt összeintegrálja a műszer. Manapság mind a mikroelektronikában mind a napelemgyártásban egyre inkább terjednek a nagy felületű elemek. Egy néhány dm² mintafelület feltérképezése még a mai nagysebességű műszerek számára is több percet vesz igénybe, ami kizárja az „in situ” térképezés megvalósítását.

Kutatások előzménye

A félvezető alkalmazások egyik hazánkban is versenyképesen művelhető területe a napelem gyártás, melyben alapvető szerepet kapnak a különböző vékonyréteg előállítási technológiák. A napelemek felhasználása, mint speciális és környezetbarát energiaforrás mind a szatellit és űrprogramok mind a földi alkalmazások tekintetében egyre növekvő tendenciát mutat. A növekvő piaci körülmények hatására a termelékenység növelése is egyre nagyobb súllyal szerepel a technológia fejlesztésében. A napelemek egyre

nagyobb felületű szegmensekből épülnek fel és komoly probléma a különböző tulajdonságok laterális homogenitásának ellenőrzése hagyományos ellipszometerekkel. Léteznek ugyan képalkotó műszerek is, de az egyszerre mérhető felületnek itt is határt szab a rendelkezésre álló polarizátorok mérete. A napelemgyártásban pedig megjelentek a közel 1 méteres karakterisztikus méretek.

Ennek a problémának a kiküszöbölésére dolgozta ki a szélesszögű ellipszometriát, Juhász György (MTA-MFA), Fried Miklós (MTA-MFA) és Horváth Zoltán (SZFKI), mint módszert. A módszer lényege, hogy ellentétben a „kommersz” ellipszometerekkel egy nem párhuzamos nyaláb világítja meg a mintának egy nagyobb felületét. Az optikai elrendezés lehetővé teszi, hogy a detektorra csak a megvilágító fényforrásból származó polarizált és a mintán visszaverődött fény juthat, ami nagyban befolyásolja a mérés pontosságát. A detektor minden pontja egyértelműen megfeleltethető a minta egy pontjának így kiértékelve a mérést, egy térképet kapunk adott laterális felbontással.

A ZnO a napelemkutatásban (is) napjaink egyik fontos anyaga. A ZnO átlátszó/vezető tulajdonságait használják fel (TCO, transparent conductive oxide) ezért is fontos e tulajdonságok minősítése akár „in situ” módon illetve az optikai, elektromos és strukturális tulajdonságok inhomogenitásának vizsgálata.

Ezek a kutatások az MTA MFA-ban a „Multispektrális képalkotó reflektométer” című GVOP – 3.1.1-2004-05-0435/3.0 AKF ill. a „Napelem-technológiai innovációs centrum” című NKFP 3/025/2001 projekt keretében zajlottak és ezekbe kapcsolódtam be 2005-ben.

Célkitűzések

Munkám célja volt javaslatot tenni az egyszerre mérhető mintafelület növelésére, megtervezni a műszer vákuumkamrára integrált változatát, és a spektroszkópiai alkalmazást. A különböző változatok prototípusai elkészülte után céлом volt kalibrációs és valódi mérések végzése melyekkel igazoltam a műszerek helyes működését.

Céлом volt továbbá napjaink egyik igen ígéretes szélessávú félvezető anyagának a ZnO-nak (fotovoltaikus rétegek átlátszó, vezető fedőrétege) vizsgálata is. A vizsgálatok e vékonyrétegek elektromos tulajdonságainak meghatározására irányultak pusztán ellipszometriás mérések segítségével. Céljaim között szerepelt még, hogy megfelelő optikai modell segítségével, kapcsolatot mutassak ki a vékonyrétegek optikai és elektromos tulajdonságai, valamint a modell paraméterek között.

Tézisek

1.a Először javasoltam egy többszínű szélesszögű ellipszométer nagyfelületű minta megvilágítására

alkalmas optikai elrendezését. Ehhez megterveztem egy pontból pontba képező optikai rendszert, melynek két fő előnye van. Az egyik, hogy lehetséges kisméretű polarizátorok használata, függetlenül a minta méretétől. Másik előnye, hogy az egyszerre mérhető mintafelület nagyságának csak a fényforrás erőssége szab határt, az optikai rendszer nem. Szimuláltam a várható laterális felbontást. A műszer megfelelő módon felskálázható, így lehetővé válik tetszőleges méretű minta egyidejű vizsgálata. Részt vettem a műszer mechanikájának megtervezésében, az optika beállításában, a kalibrációs és valódi mérések kivitelezésében [1, 3, 4].

1.b Megmutattam, hogy az 1.a pontban említett többszínű műszer vákuumkamrára integrálható. Modelleztem az ehhez szükséges optikai elrendezést, és a várható teljesítőképességet. Eleget téve a mechanikai kényszerek szabta korlátoknak, lehetővé tettem nagyfelületű minták vizsgálatát vákuumkamrában. Részt vettem a mechanikai tervezésben, és építésben, illetve az optikai beállításokban. A műszert az Erlangen-i Fraunhofer Intézet vákuumkamrájára felszereltük és méréseket végeztünk vele.

2. Először tettem javaslatot egy szélesszögű ellipszométer spektroszkópai változatának megvalósítására. Ehhez az 1.a tézispontban említett műszer optikáját továbbfejlesztettem. A rendelkezésre álló CCD kamera chipméretéhez igazítottam a laterális és a spektrális felbontást. Részt vettem a mechanikai tervezés és építés fázisaiban. A műszerrel kalibrációs méréseket készítettünk, melyek kiértékelése után összehasonlító méréseken keresztül mutattam meg, hogy a saját fejlesztésű műszer mérései helyesek. [1, 4, 6]

3. Kimutattam, hogy különböző fizikai tulajdonságokkal (fény-áteresztés, elektromos ellenállás) rendelkező alumíniummal dópolt ZnO minták pusztán ellipszometriai vizsgálatokkal szeparálhatóak a minták vezetőképessége, és transzmissziós tulajdonságai szerint. Ellipszometriás méréseket végeztem, majd Cauchy-féle diszperziós függvénnyel való kiértékelés után megmutattam, hogy az adott fizikai tulajdonságok, és a jellemző illesztési paraméterek között kapcsolat van [2, 6].

4. Kimutattam, hogy összefüggés mutatható ki alumíniummal dópolt ZnO minták elektromos ellenállása, áteresztése és az Adachi által javasolt modell dielektromos függvény paramétere között. Ezzel lehetővé tettem, hogy gyors, roncsolásmentes vizsgálatokkal megkülönböztessük a mintákat elektromos vezetőképesség, és transzmissziós tulajdonságok szerint. Kimutattam, hogy a ZnO minták elektromos ellenállása és a direkt átmenet energiája, valamint a diszkrét exciton erősítési paramétere között kapcsolat van. Először mutattam ki kapcsolatot a transzmissziós tulajdonságok és a kontínuum-exciton amplitúdója között [5, 7].

Irodalmi hivatkozások listája:

[1] Wide angle beam ellipsometry for extremely large samples

C Major, G Juhasz, Z Horvath, O Polgar, M Fried, PSS (c), 5, 5, 1077-1080, 2008

[2] Spectroscopic ellipsometry study of transparent conductive ZnO layers for CIGS solar cell application

A. Nemeth, C. Major, M. Fried, Z. Labadi and I. Barsony, Thin Solid Films, 516, 20, 7016-7020, 2008

[3] Non-collimated beam ellipsometry

G. Juhász, Z. Horváth, C. Major, P. Petrik, O. Polgar and M. Fried, PSS(c), 5, 5, 1081-1084, 2008

[4] Patent pending

P104255-1389, 2008

[5] Optical and electrical characterization of aluminium doped ZnO layers

C. Major, A. Nemeth, G. Radnoczi, Z. Czigany, M. Fried, Z. Labadi, I. Barsony benyújtva az Applied Surface Science folyóirathoz.

[6] Characterization of Al-doped ZnO layers by wide angle beam spectroscopic ellipsometry

C. Major, G. Juhász, P. Petrik, Z. Horváth, O. Polgár, M. Fried Elfogadva a Vacuum folyóiratnál.

[7] Optical and Electrical Properties of Al Doped ZnO Layers Measured by Wide Angle Beam Spectroscopic Ellipsometry

C. Major, G. Juhász, A. Nemeth, Z. Labadi, P. Petrik, Z. Horváth, M. Fried Elbírálás alatt a Material Research Society Symposium Proceedings folyóiratnál.

Egyéb tudományos publikációk

[4] Dielectric function of disorder in high-fluence helium-implanted silicon

P. Petrik, M. Fried, T. Lohner, N.Q. Khanh, P. Basa, O. Polgar, C. Major, J. Gyulai, F. Cayrel, D. Alquier, Nuclear

Instruments and Methods in Physics Research B 253
192–195 2006

Az eredmények hasznosítása

2009 júniusában az Egyesült Államokbeli Toledói Egyetem (Ohio, USA) Photo Voltaic Innovation and Commercialization Center (PVIC) kísérleti gyártósoraira

telepítünk szélesszögű spektroszkópai ellipszométereket. Az áttervezett spektroszkópai verziók mikromorf struktúrák, illetve ZnO rétegek vizsgálatára készülnek majd.

Tervezzük még a Magyar Tudományos Akadémia Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Intézetében működő Napelem-technológiai innovációs centrum vákuumkamráit összekötő zsilipkamrára felszerelni egy szélesszögű spektroszkópai ellipszométert, mellyel napelem technológiai ZnO illetve CIGS vékonyrétegek lesznek vizsgálhatóak.