

+ + + + + + \uparrow \land \land \land \land

Fortgeschrittenen Praktikum Ellipsometrie

Universität des Saarlandes Fachrichtung Experimentalphysik Arbeitsgruppe Prof. Dr. Karin Jacobs Ellipsometrie ist ein gängiges, zerstörungsfreies Verfahren, um optische Eigenschaften wie Brechungsindices, Absorptionskoeffizienten und Schichtdicken von Substraten und aufgebrachten dünnen Schichten zu bestimmen. Gemessen werden die Polarisationszustände eines auf eine Probe treffenden Lichtstrahles und dessen Reflektion. Aus der Veränderung der Polarisation kann dann auf die optischen Eigenschaften geschlossen werden. Dies geschieht im vorliegen Versuch computergestützt, da eine analytische Berechnung meist nur schwer oder gar nicht möglich ist.

Im Versuch wird ein kommerzielles spektroskopisches Ellipsometer der Firma OMT (Optische Messtechnik, Ulm, Typ mm-302) verwendet. Ziel ist es, den Schichtaufbau verschiedener Proben zu charakterisieren. Hierzu sollen mithilfe des Auswerteprogrammes Modelle erstellt werden, die aus den gemessenen Größen die optischen Eigenschaften der Proben zu extrahieren.

1. Grundlagen

1.1. Fragen

Bereiten Sie sich anhand folgender Fragen mithilfe der angegebenen Literatur schriftlich auf den Versuch vor.

1. Erklären Sie folgende Stichpunkte:

Beschreibung von elektromagnetischen Wellen Polarisation elektromagnetischer Wellen (Fresnelscher) Reflexionskoeffizient Brewsterwinkel Totalreflektion Brechungsindex, Absorptionskoeffizient und dielektrische Funktion Dispersion

- 2. Wofür stehen die ellipsometrischen Winkel Ψ und $\Delta?$ Was besagt die ellipsometrische Grundgleichung?
- 3. Wie modelliert man die dielektrische Funktion ε für Metalle oder Dielektrika im sichbaren Frequenzbereich?
- 4. Beschreiben Sie den Aufbau und das Funktionsprinzip eines Ellipsometers am Beispiel eines sog. Null-Ellipsometers. Welche Unterschiede ergeben sich zur Messmethode mit rotierendem Polarisator? Welchen Vorteil hat die Messmethode mit rotierendem Polarisator gegenüber der mit rotierendem Analysator?
- 5. Wie funktioniert die Auswertung der Messdaten bei der Ellipsometrie?
- 6. Wie entstehen farbige dünne Schichten von eigentlich farblosen Materialien auf Substraten?

2. Messaufbau

2.1. Software

Machen Sie sich mit der Software vertraut. Das Ellipsometer selbst wird von dem Programm VisuEl.exe gesteuert. Die Messprozedur finden Sie in Anhang A beschrieben. Zur Auswertung der Daten werden diese an das deutlich komplexere Programm Scout.exe übergeben, dessen komplette Beschreibung den Rahmen dieser Anleitung sprengen würde. Lassen Sie sich hier von dem Betreuer helfen.

Um die mit VisuEl aufgenommenen Daten auswerten zu können, muss ein Schichtmodell für die entsprechende Probe in Scout vordefiniert worden sein. Erstellen Sie ein Modell für einen Siliziumwafer mit einer darauf befindlichen Siliziumnitridschicht anhand folgender Schritte:



Abbildung 1: Verwendetes Ellipsometer.

- Wählen Sie die in dem Modell zu verwendenden Materialien aus der Datenbank des Programmes aus.
- Erstellen Sie ein Schichtmodell bestehend aus dem Siliziumsubstrat und der dünnen Schicht Siliziumnitrid (SiN).
- Erzeugen Sie zu dem Modell ein Ellipsometriespektrum bei einem Einfallswinkel von 65°.
- Erstellen Sie eine neue Hauptfensteransicht und fügen Sie dieser das Ellipsometriespektrum, einen Schieberegler für die SiN-Dicke und den Modellaufbau hinzu.
- Erproben Sie die Auswirkungen einer Filmdickenveränderung auf das Spektrum.
- Fügen Sie nun der Materialliste ein neues dielektrisches Material (*dielectric function model*) hinzu. Benutzen Sie für dieses das Cauchymodell für dielektrische Materialien.

- Ersetzen Sie in dem Schichtmodell die SiN-Schicht durch das neue dielektrische Material.
- Fügen Sie ihrer Hauptfensteransicht den Verlauf der dielektrischen Funktion für dieses Material hinzu sowie einen Schieberegler für die in dem Cauchy-Modell verwendeten freien Parameter.
- Erproben Sie auch nun die Auswirkungen von Veränderungen der freien Parameter auf Ellipsometriespektrum und den Verlauf der dielektrischen Funktion.
- Erstellen Sie nun eine Liste von Fitparametern aus allen variierbaren Größen des gesamten Modells (also Einfallswinkel, Schichtdicken und freien Parametern von dielektrischen Funktionen).
- Ândern Sie den Namen des Parameters C1 für das Ellipsometriespektrum in Azimuth und setzen Sie den Wert auf 45. Lassen Sie Psi berechnen über $Y = Y \cdot \tan(\text{C1} \cdot 180/\pi)$. Fügen Sie nun den neu erstellten Parameter Azimuth zu der Liste der Fitparameter hinzu. Die Reihenfolge sollte nun sein: 1. Einfallswinkel, 2. Azimuth, weitere Parameter.
- Speichern Sie nun zwei Modelle: Eines, in dem nur die Schichtdicke freier Parameter ist und für die SiN-Schicht auf die Datenbank zurückgegriffen wird, und ein zweites, bei dem zusätzlich die Dispersion der SiN-Schicht durch ein Cauchy-Modell angenähert wird.

Damit Sie dieses Modell in VisuEl verwenden können, müssen Sie nun noch eine Datei erstellen, aus der VisuEl lesen kann, welche Modelldatei geöffnet werden muss und welche Parameter übergeben werden. Der Inhalt einer solchen Datei sollte folgendermaßen aussehen:

```
Fit Cycles: 1
Scout Recipe: "modell_name.sc2"
Layers: 1
air 0
SiN 1
ThickSiN 30.0 0.0 100.0 1 0 0.0 0 0
Si 0
```

In diesem Beispiel wird auf eine Modelldatei verwiesen, die das Modell eines Siliziumwafers mit SiN-Schicht darauf enthält. Einziger freier Parameter ist die Dicke der SiN-Schicht (hier "ThickSiN"). Angegeben werden muss der Schichtaufbau des Modells mit der Anzahl der Schichten ("Layer 1"; Substrat und Umgebung werden nicht gezählt.), den (frei wählbaren) Namen der Schichten ("air", "SiN" und "Si") und der Anzahl der zur jeweiligen Schicht gehörenden freien Parametern. Diese Parameter werden direkt nach der jeweiligen Schicht (wiederum frei wählbar) genannt. Die Zahlen danach stehen dabei für den Startwert und die untere und obere Schranke (bei Filmdicken in nm), Durchführung eines Grid-Fits (ja = 1, nein = 0), FFT-Fits (ja = 1, nein = 0), das Intervall für den zweiten Grid-Fit, die Anzahl der Punkte für den zweiten Grid-Fit und schließlich den Fitmodus. Die letzten fünf Zahlen, d.h. die Einstellungen für die Fitmodi, können Sie so wie oben übernehmen. Nur die Start- und Grenzwerte sollten für jeden Parameter individuell angepasst werden.

2.2. Spincoating

Lackschleudern (engl. *spincoating*) ist eine gebräuchliche Technik, um dünne bis sehr dnne Filme auf glatten Substraten zu erzeugen. Dabei wird eine Lösung aus dem aufzubringenden Material – zumeist ein Polymer – auf das Substrat getropft und dieses danach in Rotation versetzt. Die Filmdicke d ergibt sich aus der Rotationsgeschwindigkeit ω und der Konzentration des Materials in der Lösung c:

$$d \propto \sqrt{\frac{c^3}{\omega}} \tag{1}$$

Dies ist eine empirische Gleichung. Im Proportionalitätsfaktor sind dabei Parameter für das spezielle System aus Lösung und Oberfläche enthalten, wie zum Beispiel Wechselwirkungen zwischen Lösung und Oberfläche, Molekulargewicht der gelösten Stoffe oder Verdampfungsgeschwindigkeit und Viskosität des Lösemittels.

3. Aufgaben

- 1. Messen Sie die Schichtdicke einer SiN-Schicht auf einem Siliziumwafer mit den Modellen, die Sie in Kapitel 2.1 erstellt haben. Vergleichen Sie die Ergebnisse für die Schichtdicke miteinander und die resultierende dielektrische Funktion im Sichtbaren aus dem zweiten Modell mit der Dispersionskurve aus der Datenbank, die Sie für das erste Modell verwendet haben.
- 2. Ermitteln Sie die Schichtdicken von verschiedenen SiO₂-Schichten auf Siliziumwafern. Erstellen Sie dazu zunächst wieder ein Modell in Scout.exe. Decken sich die Ergebnisse mit Ihren Erwartungen (bzgl. Farbe der Wafer)?
- 3. Erstellen Sie per *spincoating* dünne Filme auf Si-Substraten. Ermitteln Sie die Schichtdicke der Filme und verifizieren Sie so die empirische Gleichung (1). Schließen Sie aus der erhaltenen Dispersion des Films auf ein mögliches Material.



Abbildung 2: Hauptfenster des Programms VisuEl.

A. Messen mit VisuEl.exe

Stellen Sie sicher, dass das Ellipsometer selbst und die Lampe eingeschaltet sind. Starten Sie VisuEl.exe auf dem Messrechner durch Doppelklicken auf das Symbol auf dem Desktop.

Justage

Zuerst müssen nun die Verkippung und die Höhe der zu untersuchenden Probe justiert werden. Legen Sie diese dazu unter den roten Punkt des Justierlasers auf dem Probentisch. Wählen Sie nun im Programmfenster von VisuEl im Menü *Control* den Punkt *Adjust Tilt/Height*. Sie sollten nun ein Fadenkreuz wie in Abb. 3 sehen. Benutzen Sie die Justierschrauben seitlich der Probenplatte um den grünen Punkt in die Mitte des Fadenkreuzes zu bringen. Im Falle eines roten Punktes wird der Justierlaser von der Probe nicht auf die Photodiode zurückgeworfen. Hier muss der Probentisch erst so justiert werden, dass der reflektierte Strahl auf der Photodiode ankommt. Schließen Sie nach der Justage das Fenster *Adjust Tilt/Height* per Klick auf *OK*.

Nun muss noch die Höhe der Probe eingestellt werden. Dies geschieht über die



Abbildung 3: Fenster zur Probenausrichtung (links) und zur Einstellung der Beleuchtungsstärke (rechts).

Messung der am Spektrometer ankommenden Intensität, die bei richtiger Probenhöhe maximal ist. Allerdings ist diese gemessene Intensität auch noch abhängig von der Winkeleinstellung der Ellipsometerarme, der eingestrahlten Intensität, der Aufnahmezeit pro Spektrum und der Stellung des Polarisators. Wählen Sie also zunächst den Einfallswinkel für Ihr Experiment und stellen Sie die beiden Arme des Ellipsometers entsprechend ein. Stellen Sie diesen Winkel auch in der Software unter der Schaltfläche Angle of incidence im Kästchen Analysis auf der linken Seite des Programmfensters ein. Dies ist wichtig für die spätere Auswertung der Messdaten.

Wählen Sie nun in der oberen linken Ecke des Programmfensters *Configuration*. Nun sollten Sie ein Fenster wie in Abb. 4 sehen. Auf dem blau hinterlegten Graphen sehen Sie das gerade vom Spektrometer aufgenomme Spektrum. Um dieses ständig zu aktualisieren, verschieben Sie den Regler *Continuous* neben dem Knopf *Acquire* auf *On*. Sie sollten nun einen der drei Fälle im Graphen sehen:

- 1. Eine konstante Linie bei 0,
- 2. eine konstante Linie bei 1,
- 3. ein Spektrum wie in Abb. 4 zu sehen.

Ziel ist es, Fall 3 zu erreichen, so dass eine Verstellung der Probentischhöhe nur noch zu einer Abnahme der Intensität im Spektrum führt. Die Höhe des Tisches wird über eine Stellrad und - für die Feineinstellung - eine Mikrometerschraube links unterhalb des Probentisches justiert. Die eingestrahlte Intensität regeln Sie über die Einstellung des Vorfilters. Das entsprechende Fenster erreichen Sie im Menü *Control* über den Menüpunkt *Filterwheel*. Bei stark reflektierenden Proben kann es notwendig sein die Einstellung auf 6 oder gar 2% zu setzen. Vergessen Sie nicht, bevor Sie das Fenster per Klick auf *OK* schließen, das Kontrollkästchen *Use as bright* zu markieren, da sonst die



Abbildung 4: Hauptfenster von VisuEl in der Configuration-Ansicht.

Einstellung nicht übernommen wird. Schließlich kann auch noch die Aufnahmezeit der Spektren im linken Teil des Fensters (Option *Int. time* [ms] im Kästchen *Spectrometer*) eingestellt werden. Versuchen Sie diese Zeit möglichst klein zu halten, da dies sonst die Messzeit verlängert. Der kleinst mögliche Wert sind hier 20 ms

Als Reihenfolge bietet sich an, zunächst mithilfe des Stellrades sicherzustellen, dass der reflektierte Strahl auch auf den Detektor trifft, als nächstes über das Filterrad die Intensität zu reduzieren, dann die Feineinstellung der Höhe vorzunehmen und schließlich, falls notwendig, die Messzeit ein wenig zu erhöhen. Am Ende sollten Sie ein Spektrum sehen, dessen höchste Ausschläge zwischen 0.8 und 0.9 liegen. Nun gilt es noch zu kontrollieren, dass kein Teil des Spektrums während der der Rotation des Polarisators den Maximalausschlag von 1 erreicht. Führen Sie hierzu ein Testmessung durch. Wechseln Sie dazu wieder auf die *Ellipsometer* Ansicht (Kästchen oben links). Drücken Sie hier nun die Schaltfläche *Measure* und beobachten Sie den Ausschlag des Spektrums während der Messung. Gegebenenfalls müssen Sie die Intensität noch einmal nachjustieren.

Messparameter

Nun können Sie noch einige Einstellung, welche die Messgenauigkeit betreffen, vornnehmen. Diese finden Sie in der *Configuration* Ansicht im Kästchen *Spectrometer* bzw. *Ellipsometer*. Der Wert der Option *Binning* gibt an, wieviele Messpunkte des Spektrums zu einem gemittelt werden, *Average* ist die Anzahl der gemessenen Spektren pro Polarisatorstellung, die zu einem gemittelt werden. Beide Optionen verringern das Rauschen, wobei erstere zu einer geringeren spektralen Aufslösung führt und letztere zu einer längeren Messzeit. Die Optionen *Stepwidth* und *Stops* sind miteinander verknüpft. Sie geben an, wieviel Grad im Gradmaß der Polarisator zwischen der Aufnahme zweier Spektren gedreht wird bzw. wieviele Messungen (Stops) pro 360° gemacht werden. Mit *Azimuth* stellen Sie den (festen) Winkel des Analysators ein. Dieser sollte im Allgemeinen bei 45° stehen. Nur bei Proben, bei denen in der Nähe des Brewsterwinkels gemessen wird, sollte dieser Winkel verstellt werden. (Warum?)

Bevor Sie nun die Messung starten, sollten Sie in der *Ellipsometer* Ansicht im Kästchen *Analysis* unter *Recipe* das der Probe entsprechende Modell wählen und sicherstellen, dass im Auswahlmenü *Substrate* darüber *Recipe defined* angewählt ist.

Nun können Sie per Klick auf *Measure* die Messung starten. Die aufgenommenen Daten werden danach mit Klick auf *Analyze* an das Programm Scout übergeben. Dieses passt sofort die freien Parameter des ausgewählten Modells an die Messdaten an und übergibt dann die wahrscheinlichsten Ergebnisse wieder an VisuEl. Deshalb sollte vor der Messdatenübergabe an Scout überprüft werden, ob die Startwerte und die Grenzen für die freien Parameter richtig gesetzt wurden. Dies können Sie mit Klick auf das Werkzeugsmbol neben dem entsprechenden Parameter im Kästchen *Results* unter dem Spektrum in der *Ellipsometry* Ansicht. Rechts neben diesem Werkzeugsmbol wird nach der Analyse der wahrscheinlichste Wert für den entsprechenden Parameter angezeigt.

Die Fehler für die Parameter müssen jedoch separat in Scout ermittelt werden. Als Größe für den Fehler nimmt man die Veränderung des jeweiligen Parameters, die zu eine Erhöhung des χ^2 -Wertes um etwa 10% führt. In Scout kann man die Schieberegler (siehe Kap. 2.1) benutzen, um die Parameter einzeln zu variieren. Den χ^2 -Wert finden Sie unten rechts im Scout-Fenster als *Deviation*.

Literatur

Allgemein

- Bergmann Schäfer Lehrbuch der Experimentalphysik, Band 3: Optik, 9. Auflage Kapitel 2 und 4. (de Gruyter, 1993) ISBN 3-11-012973-6.
- [2] J.D. Jackson Classical electrodynamics, 3rd edition (Wiley, 1999) ISBN 978-047-130932-1.

Speziell zur Ellipsometrie

- [3] H.G. Tompkins Handbook of ellipsometry (Springer, 2005) ISBN 0-8155-1499-9.
- [4] H.G. Tompkins User's guide to ellipsometry (Academic Press, 1998) ISBN 0-12-693950-0.
- [5] R.M. Azzam, N.M. Bashara *Ellipsometry and polarized light* (North Holland, 1992) ISBN 0-444-87016-4.