

ЭЛЛИПСОМЕТРИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ НА ШЕРОХОВАТЫХ ПОВЕРХНОСТЯХ ГЕРМАНИЯ И КРЕМНИЯ

К. К. Свиташев, А. И. Семенов, Л. В. Семенов и Н. Л. Шварц

Экспериментально показано, что наличие шероховатости на поверхностях Ge и Si приводит к уменьшению поляризационных углов ψ и Δ и, следовательно, к изменению эффективных оптических постоянных. Сделана попытка объяснить полученные результаты с привлечением модели отражающей системы с переходным слоем.

Метод эллипсометрии, используемый для исследования оптических характеристик материалов и поверхностных покрытий, является очень чувствительным к изменению каждого параметра исследуемой системы [1], поэтому предположение о наличии идеально гладкой поверхности, которое принимается при теоретической интерпретации экспериментальных результатов, в ряде случаев может приводить к существенным ошибкам.

В связи с этим к настоящему времени появились работы, связанные с эллипсометрическими исследованиями шероховатых поверхностей с привлечением различных моделей отражающих систем [2-7].

Исследование шероховатых поверхностей германия и кремния представляло для нас двойной интерес: во-первых, изучение влияния шероховатости на эллипсометрические измерения и, во-вторых, моделирование переходного слоя.

В данной работе приводятся экспериментальные результаты измерения поляризационных углов Ψ и Δ на шероховатых образцах германия и кремния в процессе сглаживания этих шероховатостей. Замечена некоторая закономерность в изменении этих углов. Сделана попытка объяснить полученные результаты с привлечением модели переходного слоя.

Шероховатость на поверхности образцов германия и кремния получалась искусственным способом с помощью специального травления. При этом поверхность получалась сравнительно чистой в химическом отношении и с достаточно воспроизводимым рельефом. Все измерения производились на фотоэлектрическом лазерном эллипсометре ЛЭФ-2 ($\lambda = 6328 \text{ \AA}$).

Для создания шероховатой поверхности шлифованные образцы германия с поверхностью (111) травилась в кипящей перекиси водорода ($T_{\text{тр.}} = 80^\circ \text{C}$) с небольшой добавкой 10% NaOH. При травлении в H_2O_2 получается матовая шероховатая поверхность. Под микроскопом видны отличающиеся по глубине ямки травления (рис. 1, а). Измерения поляризационных углов Ψ и Δ на таких образцах дали значения, отличные от Ψ_0 и Δ_0 , соответствующих гладкой поверхности. Максимальные отклонения составляли $\sim 20^\circ$ по Δ и $\sim 10^\circ$ по Ψ . Значения эффективных оптических постоянных, рассчитанные по экспериментально определенным углам Ψ и Δ , существенно отличались от истинных значений n и k для гладкой поверхности. Так, для германия при $\lambda = 6328 \text{ \AA}$ и $\varphi_0 = 70^\circ$ отклонения в оптических постоянных достигают следующих значений: $\Delta n = 1.7$, $\Delta k = 0.3$.

Шлифованные образцы германия, травленные вначале в H_2O_2 , затем для сглаживания шероховатостей травились в полирующем травителе СР-4А. После каждого травления (время травления 2—3 с) производились измерения поляризационных углов Ψ и Δ . На рис. 2, а представлены результаты измерений трех типичных образцов. Видно, что по мере сглаживания рельефа значения Ψ и Δ приближаются к значениям Ψ_0 и Δ_0 .

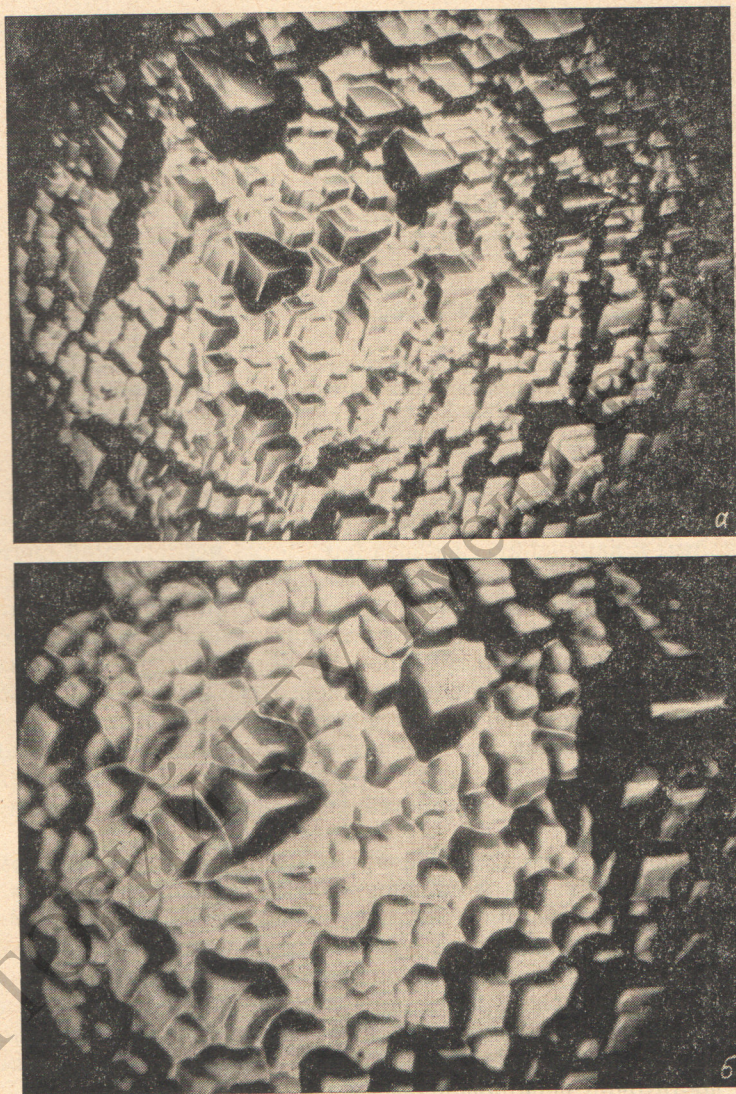


Рис. 1. Вид шероховатой поверхности германия (увеличение 10 000).

а — шероховатая поверхность германия после травления в перекиси водорода, б — та же поверхность после частичного сглаживания в полирующем травителе СР-4А.

($\Psi_0=19^\circ45'$, $\Delta_0=169^\circ45'$). На этом же рисунке приведены значения $n_{эфф.}$ и $k_{эфф.}$, рассчитанные из экспериментальных значений Ψ и Δ в предположении идеально гладкой поверхности, в зависимости от времени травления.

Поскольку увеличение времени травления соответствует уменьшению высоты шероховатости, вместо времени травления для удобства сравнения с результатами расчета введен параметр эффективной высоты шеро-

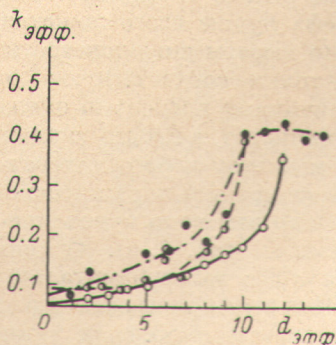
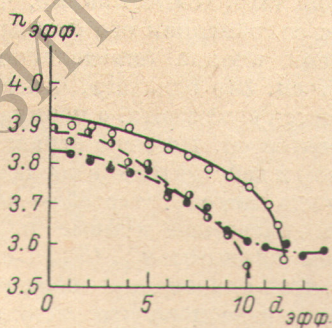
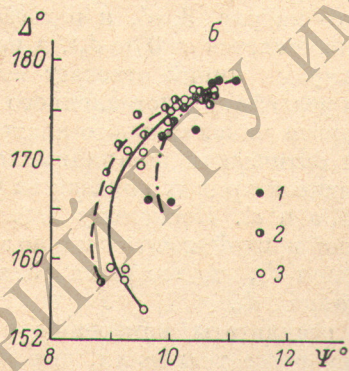
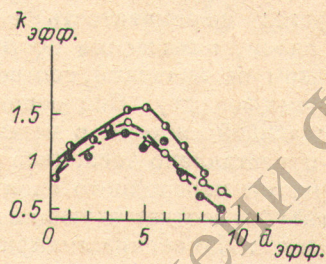
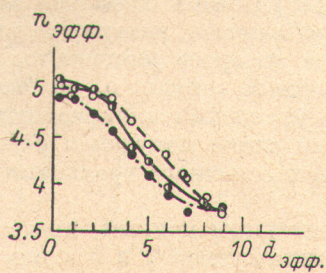
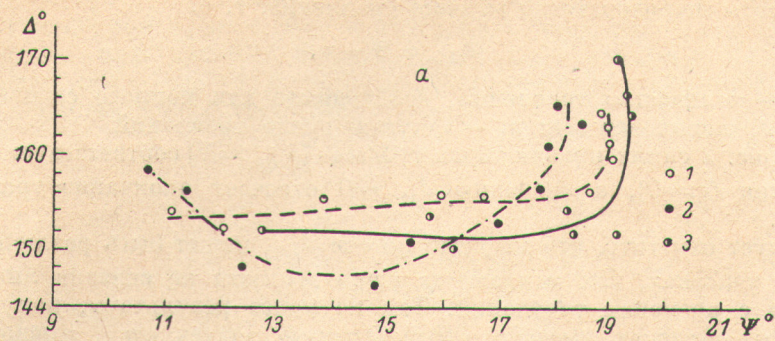


Рис. 2. Экспериментальные результаты измерений поляризационных углов Ψ и Δ , полученные по мере сглаживания шероховатости.
 а — для трех типичных образцов германия (1 — образец № 1, 2 — № 2, 3 — № 3);
 б — для трех образцов кремния (1 — образец № 1, 2 — № 2, 3 — № 3). Изменение эффективных оптических постоянных $n_{эфф.}$ и $k_{эфф.}$ от эффективной высоты шероховатости $d_{эфф.}$ для тех же образцов.

ховатости $d_{эфф}$. За единицу этого параметра принято изменение эффективной высоты шероховатости за одно травление, т. е.

$$d_{эфф} = N - m,$$

где N — количество травлений, необходимое для полного сглаживания исходной шероховатости; m — текущее число травлений.

На рис. 2 самая правая точка графика ($d_{эфф} = N$) соответствует началу травления ($m=0$), а значению $d_{эфф} = 0$ отвечает окончание травления ($m=N$).

Следует отметить, что масштаб по оси $d_{эфф}$ может быть различным на разных участках, так как высота шероховатости не связана линейным образом с временем травления. Тем не менее результаты, полученные на разных образцах, имеют сходный характер, значение $n_{эфф}$ уменьшается с ростом $d_{эфф}$, а $k_{эфф}$ вначале возрастает, а затем уменьшается.

Для объяснения экспериментальных результатов привлекалась следующая модель: шероховатость на поверхности интерпретировалась переходным слоем, оптические постоянные которого изменяются непрерывным образом от значений, соответствующих германию, до значений, соответствующих воздуху. Вид основного уравнения эллипсомеррии для модели отражающей системы с переходным слоем получен в работе [8]. На рис. 3, а представлено численное решение основного уравнения эллипсомеррии с учетом переходного слоя.

Форма рельефа, соответствующая рассчитанным кривым, представлена на рис. 3, а' и а''. Изменение поляризационных углов Ψ и Δ вдоль сплошных линий (в направлении к нулевой точке) соответствует переходу от рельефа, представленного на рис. 3, а', к рельефу, представленному на рис. 3, а'' ($d_0 = \text{const}$, d_1 изменяется от 0 до d_0). А изменение поляризационных углов вдоль пунктирных линий отвечает изменению высоты шероховатости с сохранением рельефа, представленного на рис. 3, а'' ($d_1 = \text{const}$, d_0 изменяется от некоторого максимального значения до d_1).

Характер изменения оптических постоянных n и k по глубине переходного слоя вдоль сплошных кривых показан на рис. 3, б, а вдоль штриховых линий на рис. 3, в и в'. Поскольку характер изменения $n(d)$ и $k(d)$ вдоль любой сплошной кривой идентичен и не зависит от максимальной толщины переходного слоя d_0 , то значения толщины переходного слоя на рис. 3, б даны в единицах d_0 .

Экспериментальные результаты измерений поляризационных углов Ψ и Δ , полученные в процессе травления, для двух типичных образцов приведены на рис. 3, а. Видно, что экспериментальные точки при сглаживании рельефа лучше всего ложатся на штриховые кривые, что говорит об изменении высоты шероховатости с сохранением его формы. В начале травления точки соответствуют одной вполне определенной кривой, а в конце начинают несколько смещаться. Это означает, что вначале вид рельефа не меняется, а просто уменьшается его высота, а начиная с какого-то момента меняется и форма шероховатостей. По мере стравливания образцы просматривались под микроскопом и действительно после нескольких травлений было замечено изменение вида шероховатостей — «оплывание» ямок травления (рис. 1, б). Сравним расчетные кривые $n(d)$ и $k(d)$, (рис. 3, в и в') с экспериментальными кривыми $n_{эфф}(d_{эфф})$ и $k_{эфф}(d_{эфф})$ (рис. 2, а). Вид этих кривых совпадает, хотя однозначного соответствия нет. Сравнение кривых затрудняется за счет неравномерности масштаба по $d_{эфф}$ на рис. 2, а.

Безусловно, рельеф шероховатой поверхности намного сложнее изложенной выше модели, хотя она довольно неплохо описывает экспериментальные результаты.

Следует отметить, что применение такой методики не позволяет отличить шероховатости от присутствия некой пленки с достаточно большим показателем преломления ($n_{пл.} \geq 3$). Поскольку большинство диэлектрических пленок имеют показатель преломления $n_{пл.} \leq 2$, то по значениям

поляризационных углов Ψ ($\Psi < \Psi_0$) можно указать на наличие шероховатости. На рис. 3, а изменение поляризационных углов Ψ и Δ вдоль штрих-пунктирной кривой отвечает решению основного уравнения эллипсомерии для системы германий—двуокись германия ($n_{\text{нз.}}=1.6$). Эта кривая лежит справа от кривых, соответствующих наличию шероховатости на поверхности германия.

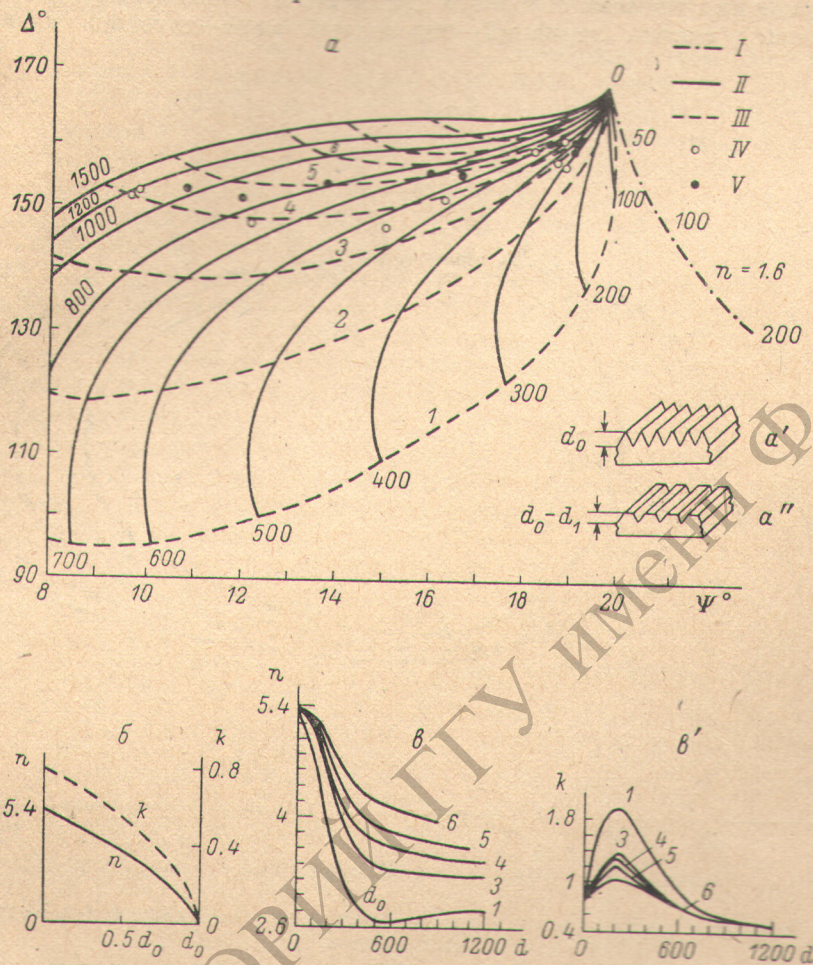


Рис. 3.

а — решение основного уравнения эллипсомерии для различных моделей отражающих систем: германий—двуокись германия (I); германий—переходный слой (II) с законом изменения $n(d)$ и $k(d)$, представленном на рис. 3, б; германий—переходный слой (III) с законом изменения $n(d)$ и $k(d)$, представленном на рис. 3, в, в'. Цифры около сплошных линий указывают величину переходного слоя d_0 . Форма рельефа поверхности для рассчитанной модели представлена на рис. 3, α' , α'' . Вдоль штриховых линий (1, 2, 3, 4 и т. д.), отвечающих различным формам рельефа, d_0 изменяется от некоторого максимального значения до d_1 , где $d_1=0$ для штриховой линии 1, $d_1=100 \text{ \AA}$ (2), $d_1=200 \text{ \AA}$ (3) и т. д. IV, V — экспериментальные точки для двух образцов. б — изменение оптических постоянных n и k по толщине переходного слоя (движение вдоль сплошных кривых). в, в' — зависимости n , k от d при движении вдоль различных штриховых кривых.

Представляет интерес посмотреть, как скажется шероховатость на эллипсометрические параметры Ψ и Δ в отражающей системе: шероховатая подложка—диэлектрическая пленка. Для этого на шероховатую поверхность германия, приготовленную указанным выше способом, наносилась пленка двуокиси кремния. Затем производилось послойное травление пленки двуокиси кремния в травителе Плискина с параллельным измерением поляризационных углов Ψ и Δ . Экспериментальные точки таких измерений для одного из образцов приведены на рис. 4. Здесь же представлена расчетная кривая зависимости Ψ и Δ от толщины пленки двуокиси кремния на абсолютно гладкой поверхности германия.

Из рис. 4 видно, что наличие шероховатости привело к тому, что при помощи стравливания пленки двуокиси кремния значения Ψ и Δ смещены влево от значений Ψ_0 , Δ_0 для гладкой поверхности, и, кроме того, к исчезновению периодичности поляризационных углов Ψ и Δ от толщины пленки двуокиси кремния [9]. На этом же рисунке приведена кривая, полученная при решении основного уравнения эллипсометрии для модели отражающих систем: германий—переходный слой—двуокись кремния.

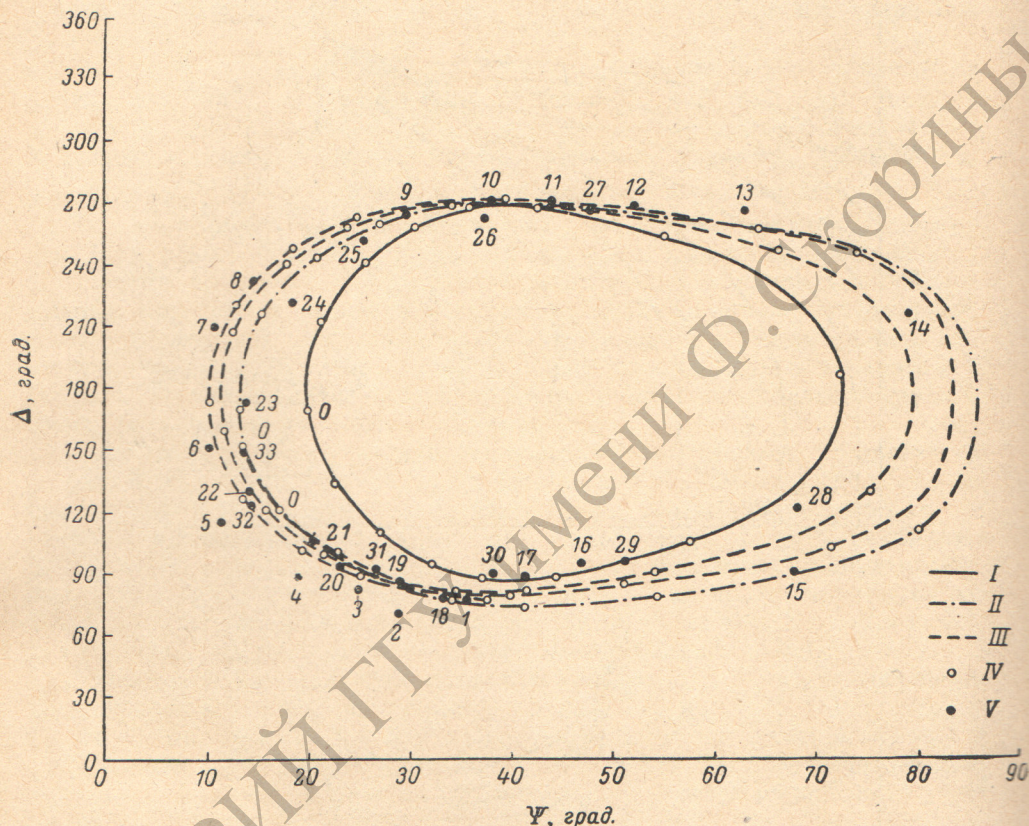


Рис. 4. Решение основного уравнения эллипсометрии для различных моделей отражающих систем.

I — германий—двуокись кремния; II — германий—переходный слой; III — германий с эффективными оптическими постоянными ($n_{\text{эфф.}}=3.91$, $k_{\text{эфф.}}=0.93$)—поглощающая пленка ($n_{\text{пл.}}=1.4$ и $k_{\text{пл.}}=0.006$); IV указывает на значение толщины пленки, расстояние между точками IV на теоретических кривых отвечает изменению толщины пленки в 200 Å; V — значения поляризационных углов Ψ и Δ измеренных при послойном стравливании пленки двуокиси кремния на шероховатой поверхности германия. Номера точек указывают направление травления.

Из рис. 4 видно, что смещение нулевой точки соответствует эффективной высоте шероховатости 300 Å. Расчетные кривые позволяют объяснить отход от нулевой точки, но не объясняют нарушение периодичности поляризационных углов от толщины пленки, так как данная модель не учитывает того факта, что пленка двуокиси кремния полностью повторяет рельеф шероховатой поверхности германия.

Поведение экспериментальных точек при толщинах пленки двуокиси кремния, отличных от нуля, можно объяснить, если считать, что на поверхности германия с эффективными оптическими постоянными $n_{\text{эфф.}}=3.91$, $k_{\text{эфф.}}=0.93$ ($n_{\text{эфф.}}$, $k_{\text{эфф.}}$ рассчитывались по экспериментально определенным углам Ψ и Δ на шероховатой поверхности германия после полного стравливания пленки двуокиси кремния) находится поглощающая пленка с $n_{\text{пл.}}=1.4$, $k_{\text{пл.}}=0.006$.

Аналогичные результаты были получены на шероховатых поверхностях кремния. К сожалению, для кремния не удалось провести оценки.

аналогичные полученным на германии, так как вид рельефа на поверхности кремния резко отличается от рельефа на поверхности германия. Рельеф на поверхности кремния создавался травлением в 30%-м растворе NaOH при температуре кипения.

Эллипсометрические измерения на шероховатых поверхностях кремния тоже указывали на отклонения значений поляризационных углов Ψ и Δ от Ψ_0 и Δ_0 . Максимальные отклонения составляли $\sim 20^\circ$ по Δ и $\sim 2^\circ$ по Ψ .

На рис. 2, б приведены экспериментальные результаты для трех образцов кремния, полученные при сглаживании рельефа в полирующем травителе ($1\text{HF} : 4\text{HNO}_3 : 0.75\text{CH}_2\text{COOH}$). По мере сглаживания значения поляризационных углов Ψ и Δ приближаются к значениям $\Psi_0 = 10^\circ 33'$, $\Delta_0 = 179^\circ 12'$. Как видно из рис. 2, б, зависимость поляризационных углов Ψ и Δ от высоты неровностей для всех образцов имеют один и тот же характер. Аналогично результатам, полученным на германии, поляризационный угол Ψ , измеренный на шероховатой поверхности кремния, меньше Ψ_0 и с увеличением высоты шероховатости это отклонение увеличивается, что качественно также всегда позволяет отличать наличие шероховатости от диэлектрической пленки ($n_{\text{пл.}} \leq 2$), присутствие которой приводит к увеличению поляризационного угла ψ [9]. На этом же рисунке представлены изменения $n_{\text{эфф.}}$ и $k_{\text{эфф.}}$ в зависимости от эффективной высоты шероховатости $d_{\text{эфф.}}$.

В настоящей работе экспериментально показано, что наличие шероховатости на поверхностях германия и кремния приводит к уменьшению поляризационных углов Ψ и Δ и, следовательно, к изменению эффективных оптических постоянных.

Литература

- [1] К. К. Свиташев, А. И. Семенов, Л. В. Семенов, В. К. Соколов. Опт. и спектр., 33, 742, 1972.
- [2] С. А. Fenstermaker, F. L. McCracken. Surf. Sci., 16, 85, 1969.
- [3] R. S. Sirohi. Appl. Phys., 3, 1404, 1970.
- [4] V. Brusic, M. A. Genshaw, I. O. M. Boskris. Surf. Sci., 29, 653, 1972.
- [5] R. M. A. Azzam, N. M. Bashara. Phys. Rev. B, 5, № 12, 1972.
- [6] J. R. Morton, E. C. Chan, J. Appl. Phys., 45, 5008, 1974.
- [7] J. Ohlidal, F. Lukes, K. Navratil. Surf. Sci., 45, 91, 1974.
- [8] Л. Л. Васильева, К. К. Свиташев, А. И. Семенов, Л. В. Семенов, В. К. Соколов. Опт. и спектр., 37, 574, 1974.
- [9] Л. В. Семенов, К. К. Свиташев, А. И. Семенов. В сб.: Некоторые проблемы физики и химии поверхности полупроводников. «Наука», 1972.

Поступило в Редакцию 2 апреля 1976 г.