# A spektroszkópiai ellipszometria és az ionsugaras analitika néhány alkalmazása az anyagtudományban

MTA doktori értekezés

Lohner Tivadar

# MTA Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Kutatóintézet Budapest, 2011

# dc\_262\_11 A spektroszkópiai ellipszometria és az ionsugaras analitika

# néhány alkalmazása az anyagtudományban

т / 1	•	11
Tartai	$nm1e\sigma$	VZek
rartar	Unite	VLUN

1. Bevezetés, előzmények	5
1.1. Már a régi vikingek is	5
1.2. Csillebérci kezdet és folytatás	6
1.3. Mire használható az ellipszometria?	7
2. Célkitűzések, kutatási feladatok	8
2.1. Az értekezés felépítése	9
3. Vizsgálati módszerek, kísérleti berendezések	10
3.1. Ellipszometria	10
3.1.1. Az ellipszometria elmélete	10
3.1.2. Szilárd anyagok optikai tulajdonságai	12
3.1.3. Effektív közeg közelítés: heterogén közegek optikai paraméterei	13
3.1.3. A Cauchy-féle és a Tauc-Lorentz-féle diszperziós relációk	16
3.1.4. Az M-2000DI forgó kompenzátoros spektroszkópiai ellipszométer	18
3.1.5. Méréskiértékelés a WVASE32 programmal	20
3.2. Ionimplantáció	25
3.2.1. Az MTA KFKI RMKI Nehézion-Kaszkádgenerátora	26
3.3. Ionsugaras analitikai módszerek	27
3.3.1. A KFKI-RMKI Van de Graaff-generátora és a hozzá csatlakozó	
kéttengelyű szórókamra	31
4. Saját kísérletek és eredmények	33
4.1. A finomszemcsés polikristályos szilícium Jellison és munkatársai által	
meghatározott dielektromos függvényének alkalmazása pórusos szilícium	
rétegek és ionimplantációval részlegesen rendezetlenné alakított szilícium	
rétegek ellipszometriai spektrumainak kiértékelésében	33
4.1.1. Pórusos szilícium, előzmények	33
4.1.2. Optikai modellek konstruálása pórusos szilícium rétegekre	34
4.1.3. Pórusos szilíciumréteg p+ szubsztráton	41

dc_262_11	
4.1.4. A különböző időtartamú anodizálás hatása	43
4.1.5. Oxidált pórusos szilícium szerkezetek ellipszometriai vizsgálata	45
4.1.6. Megvilágítás mellett anodizált PS réteg vizsgálata	53
4.1.7. Ionimplantációval részlegesen rendezetlenné alakított	
szilíciumrétegek	54
4.1.8. Összefoglalás és tézispont	59
4.2. Az ionimplantáció hatásainak vizsgálata	61
4.2.1. A felületi amorfizáció és a nukleáris fékeződési energia	61
4.2.1.1. Bevezetés, előzmények, motiváció	61
4.2.1.2. Új kísérletek	63
4.2.1.3. Összefoglalás, tézispont	76
4.2.2. A plazmaimmerziós ionimplantáció felületközeli hatásai	79
4.2.2.1. Előzmények, motiváció	79
4.2.2.2. Kísérleteink	80
4.2.2.3. Összefoglalás, tézispont	91
4.2.3. Ionimplantációval amorfizált SiC dielektromos függvénye	93
4.2.3.1. Bevezetés, motiváció, előzmények	93
4.2.3.2. Kísérleteink	94
4.2.3.3. Összefoglalás, tézispont	103
4.3. SiC nanokristályok szilíciumdioxid-szilícium határfelületén	104
4.3.1. Bevezetés, előzmények	104
4.3.2. Kísérletek, méréskiértékelések összehasonlítása	105
4.3.3. Összefoglalás, tézispont	110
4.4. Nióbiumpentoxid rétegek dielektromos függvényei	111
4.4.1. Bevezetés, előzmények	111
4.4.2. Saját kísérleteink	112
4.4.3. Összefoglalás, tézispont	119
4.5. Nanokristályos gyémántrétegek vizsgálata	120
4.5.1. Bevezetés, előzmények	120
4.5.2. Saját kísérletek	120
4.5.3. Eredmények, diszkusszió	122
4.5.4. Következtetések, összefoglalás, tézispont	131
4.6. Modellstruktúra-javaslat egy nemzetközi szerződés teljesítéséhez	133
4.6.1. Előzmények, motiváció	133

	dc 262 11	
	4.6.2. Megvalósítás	
	4.6.3. Összefoglalás, tézispont	
4.7. Io	onsugaras hőkezelés hatásainak ionsugaras és optikai vizsgálata	
	4.7.1. Bevezetés, előzmények, célkitűzés	
	4.7.2. Kísérletek	
	4.7.3. Összefoglalás, tézispont	149
5. Tézisfüzet		150
5.1.	Bevezetés, előzmények	
5.2.	Célkitűzések, kutatási feladatok	151
5.3.	Vizsgálati módszerek	
5.4.	Új tudományos eredmények	153
5.5.	Az eredmények gyakorlati hasznosítása	
5.6.	Az értekezés tárgyköréhez kapcsolódó egyéb	
	közlemények jegyzéke	
6. Részvétele	em pályázatokban	164
7. Témaveze	tői és oktatási tevékenységem	
8. Irodalomje	egyzék	
9. Köszönetn	yilvánítás	191

## dc\_262\_11 1. Bevezetés, előzmények

#### 1.1. Már a régi vikingek is

Sok (tudománytörténeti) bevezető fejezet kezdődik úgy, hogy "már a régi görögök is", ha azonban a polarizált fényt a régi korokban használó emberekről ejtünk szót, akkor "már a régi vikingek is" szókapcsolatot kell használnunk, ugyanis a régi vikingek időszámításunk szerint 1000 táján hajózásaik során a navigációhoz az égboltfény polarizációját használták az általuk "napköveknek" nevezett természetes kristályok (például turmalin, boroszilikát) segítségével [Hor08, Hor11]. A régi vikingek nem ismerték az általuk megfigyelt és hasznosított jelenség magyarázatát.

A polarizált fénnyel kapcsolatosan beszélni kell a kettős törés felfedezéséről és leírásáról (Bartholinus, izlandi mészpát, 1669) és a polarizáció jelenségének felismeréséről (Malus, a Louvre ablakai 1808) és megmagyarázásáról (Brewster, 1815 és Fresnel, 1818).

Az ellipszometria atyjának Paul Drude-t (1863-1906) nevezhetjük, aki először írta le az ellipszometria alapegyenletét 1889-ben és aki először épített a mi fogalmaink szerint ellipszométert fémrétegek törésmutatójának meghatározására [Dru89]. Az ellipszométer szót (ellipsometer) azonban nem ő, hanem Rothen használta először [Rot45].

Ezen a ponton érdemes kimondani, hogy az optikai módszerek közé tartozó ellipszometriával fényintenzitás-változást és fázisváltozást mérve komplex törésmutatót és rétegvastagságot határozhatunk meg.

Az első ellipszométerek úgynevezett manuális ellipszométerek voltak, amelyek egy vagy néhány hullámhosszon működtek. Számos laboratóriumban saját tervezésű berendezést építettek és használtak. Néhány cég (Gaertner, Rudolph, egy novoszibirszki gyár) kifejlesztett és forgalomba hozott ilyen berendezéseket.

Minőségi előrelépést jelentett és az egy hullámhosszon végzett mérés idejének jelentős csökkenését eredményezte az úgynevezett forgóanalizátoros ellipszométerek megépítése [Cah69, Gre70, Asp73, Asp75] és a személyi számítógépek megjelenése, ez utóbbiakat a mérés vezérlésére, a mért adatok tárolására és kiértékelésére használták. Fehér fényű fényforrást és léptetőmotorral működtetett monokromátort alkalmazva már egy spektrumtartományban lehetett méréseket végezni. Talán ezek a berendezések nevezhetők második generációs ellipszométereknek. Több cég is kifejlesztett ilyen berendezéseket (Jobin-Yvon, Sentech, SOPRA, Woollam Inc., Co.).

Harmadik generációs ellipszométereknek tekintem azokat a berendezéseket, amelyek

detektora optikai sokcsatornás analizátor vagy ahhoz funkciójában nagyon hasonlító eszköz, például megfelelő optikai diszperziós elemek (prizma és optikai rács) és félvezető diódasor kombinációja. Egy ilyen berendezéssel az egész spektrumtartományban egyidejűleg végezhető mérés, így a léptetőmotorral működtetett monokromátoros berendezésekhez képest igen jelentősen nő a mérés sebessége (Jobin-Yvon, Sentech, SOPRA, Woollam Inc., Co.).

#### 1.2. Csillebérci kezdet és a folytatás

A KFKI Szilárdtestfizikai Főosztályán működő Ionimplantációs Célprogram munkatársaként azt a feladatot kaptam Gyimesi Jenőtől 1977-ben, hogy mérjem meg az egykristályos szilíciumon termikus oxidációval létrehozott SiO<sub>2</sub> rétegek vastagságát ellipszométerrel. Egy manuális ellipszométer (He-Ne lézer fényforrással) állt rendelkezésre a feladathoz, a méréskiértékelést vagy a berendezéssel együtt szállított nomogrammokkal vagy az úgynevezett Gergely-táblázattal lehetett megoldani [Ger71].

Az Ionimplantációs Célprogram laboratóriumaiban dolgozva mindennapi tapasztalatom volt az, hogy az ionimplantált szilícium színe különbözik a nem implantált egykristályos szilícium színétől. Azaz optikai kontraszt van az egykristályos és az ionimplantációval amorffá alakított szilícium között. Ebből indult el az első és mindmáig élő kutatási témánk: ionimplantált félvezetők optikai és szerkezeti tulajdonságainak vizsgálata. Az ellipszometriát és KFKI RMKI Van de Graaff gyorsítójára alapozott ionvisszaszórási módszert együtt alkalmaztuk. Az ellipszometriai mérések kiértékelése céljából a National Bureau of Standards egyik kutatója által készített és publikált FORTRAN programot adaptáltam [McC69].

Ebben az évben ünnepeljük az első ellipszometriai eredményünkről tudósító folyóiratcikk megjelenésének harminc éves évfordulóját: T. Lohner, G. Mezey, E. Kótai, F. Pászti, L. Királyhidi, G. Vályi, J. Gyulai: Ellipsometric and channeling studies on ionimplanted silicon, Nuclear Instruments and Methods 182/183 (1981) 591-594. Azokat az eredményeket a fent említett (egy hullámhosszon működő) ellipszométerrel értem el, ma pedig a világ legjobb spektroszkópiai ellipszométerével dolgozhatunk, ellipszometria-csoportunk honlapján most éppen tizenhatan szereplünk, beleértve természetesen a diplomamunkásokat és a tudományos diákkörösöket is (www.ellipszometria.hu), a közlemények száma több mint kétszáz. Az elmúlt harminc évben több mint tíz egyetemi doktori és PhD értekezés született, egy kandidátusi és több MTA doktori értekezésbe beépültek a csillebérci ellipszometriai eredmények.

Az MTA SZFKI-ban dolgozó Horváth Zoltán György alapötletét továbbfejlesztve Fried

Miklós (aki korábban az én témavezetésemmel dolgozott egyetemi doktori ösztöndíjasként), Juhász György, Petrik Péter és Major Csaba Horváth Zoltán Györggyel együtt valósította meg az úgynevezett szélesszögű ellipszométer-családot [Hor08b, Juh08, Maj08, Maj10, Fri11], amelynek elkészült példányai a BMGE Atomfizika Tanszék Optikai Laboratóriumában, az MTA Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Kutatóintézetében (MFA) és a Toledói Egyetemen (Toledo, Ohio, USA) működnek. Egy szélesszögű ellipszométert az erlangeni Fraunhofer intézetbe (Fraunhofer Institut für Integrierte Schaltungen) szállítanak kollégáim a közeljövőben.

### 1.3. Mire használható az ellipszometria?

Érzékenységének köszönhetően követni lehetett ellipszometriával gázok adszorpcióját tiszta fémfelületekre ultranagy vákuumban [Hab80, Hab81, Han82, Han83a, Han83b].

Vékonyrétegek vastagságának és törésmutatójának meghatározása mellett tömbi anyagok komplex dielektromos függvényének megmérésére is alkalmazható a spektroszkópiai ellipszometria, Aspnes és Studna nyolc egykristályos félvezetőn (Si, Ge, GaP, GaAs, GaSb, InP, InAs és az InSb) végzett ilyen vizsgálatokat, az ezzel foglalkozó cikkükre eddig összesen több mint 1900 hivatkozás érkezett mostanáig [Asp83]. Folyadékok komplex dielektromos függvénye is meghatározható spektroszkópiai ellipszometriával, példaként Krishnan és Nordine munkáját említem, ők a folyékony alumíniumot vizsgálták, mintájukat elektromágneses levitációval lebegtették nagyvákuumban [Kri93].

Egymástól távol eső tudományterületeken is alkalmazásra lelt a spektroszkópiai ellipszometria, például a pezsgők habzását befolyásoló felületi réteg és a pezsgőborok vizsgálatában [Pér00, Abo09, Abd10], vagy a rozsdamentes acélból készült tömegetalonok felületére adszorbeálódó réteg vastagságának mérésében [Sch94a, Sch94b], vagy szilíciumból készült gömb alakú tömegetalon felületi oxidrétegének meghatározásában [Luo10], a gravitációs hullámok kimutatására szolgáló detektorrendszer tükreinek vizsgálatában [Pra11]. Napjainkban a szerveskémiai és biológiai témákban érzékelhető jelentős növekedés az ellipszometria alkalmazását illetően [Arw11, Bol11, Bur11, Gen11, Koz08, Koz11, Kur10, Ném10, Gyu11b, Pet11a, Rod11].

Fontos tartom megemlíteni, hogy időben lezajló folyamatok nyomonkövetésére is alkalmas a spektroszkópiai ellipszometria, többek között Collins és munkatársai vékonyrétegek épülésének vizsgálatára sok kísérletben használták [Col92, Col94, Lee98a, Lee98b, Col00, Zap02, Pod09].

A spektroszkópiai ellipszometria fontos optikai mérési eljárássá fejlődött az elmúlt

évtizedekben, nemcsak nagy teljesítőképességű kutatási módszerré vált, hanem konkrét gyakorlati hasznosulásról is beszélhetünk. Gyulai József akadémikus, egyetemi tanár megfogalmazása szerint "ipari méretekben bebizonyosodott, hogy az ellipszometria az egyetlen rétegminősítő eljárás, amelyet úgy lehetett az integrált áramkörök gyártásközi ellenőrzésébe beiktatni, hogy az az "éles" szeleteken is végezhető! Tehát nem okoz funkcionalitást rontó hibákat, sem nem szennyezi el a szeleteket, azaz valóban roncsolásmentes az eljárás." Megemlítendő, hogy az ipari hasznosítás lehetőségeivel már korábban is többen foglalkoztak [Spa82, Rie88, Hay89, Gri91].

Az ellipszometriát alkalmazó és fejlesztő szakemberek időről-időre szimpóziumokon, konferenciákon ismertetik eredményeiket: Symposium on Recents Developments in Ellipsometry, Lincoln (Nebraska, USA, 1968), International Conference on Ellipsometry and other Optical Methods for Surface and Thin Film Analysis, Párizs (1983), ezt követően változott az elnevezés: International Conference on Spectroscopic Ellipsometry, Párizs (1993), Charleston (USA, 1997), Bécs (2003), Stockholm (2007), Albany NY (USA, 2010). E sorozat mellett 1996-ban Polarimetry and Ellipsometry címmel tartottak konferenciát Kazimierz Dolnyban, Lengyelországban. A bécsi konferencia osztrák-magyar-cseh szervezésben valósult meg, Fried Miklós és Petrik Péter a Nemzetközi Szervezőbizottságban, jómagam a Nemzetközi Tanácsadó Bizottságban dolgoztam a rendezvény sikeréért.

Említésre érdemesnek tartom azt, hogy a Web of Knowledge keresőprogram az "ellipsomet\* OR spectroellipsomet\*" keresőkifejezésre az értekezés írásának idején körülbelül 17 000 találatot ad.

### 2. Célkitűzések, kutatási feladatok

Az előzőekben elmondottak alapján kézenfekvő sorra venni a mikroelektronika és a vékonyréteg-technológia különféle rétegépítő és rétegmódosító eljárásait, maradtak-e feltáratlan részterületek. Példaként az ionimplantációs anyagmódosítás egy aspektusát említem: Egykristályos szilíciumot elegendően sok ionnal implantálva nemcsak az ionok hatótávolsága közelében alakul át a szilícium amorffá, hanem a szilícium felületét borító természetes oxidréteg alatt is egy vékony, a beimplantált ionok számával arányosan növekvő vastagságú amorf réteg keletkezik. Felhasználva az egykristályos és az amorf szilícium törésmutatója közötti különbséget, pontosan meg tudjuk mérni ennek a felületközeli amorf rétegnek a vastagságát és megkísérelhetünk kapcsolatot teremteni az ionok fékeződését jellemző mennyiség és e rétegvastagság között. A biztonság kedvéért egy alkalmasan választott független

8

módszerrel, például a csatornahatással kombinált Rutherford-spektrometriával célszerű ellenőrző méréseket végezni.

Az MTA Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Kutatóintézetében (MFA) dolgozva a hagyományos ionimplantáció, a plazmaimmerziós ionimplantáció, a pórusos szilíciumrétegek elektrokémiai előállítása, a nióbiumpentoxid rétegnövesztés során módosult, illetve létrehozott vékonyrétegek vizsgálatát tűztem ki célul.

A Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Fizikai Intézete Atomfizikai Tanszékének laboratóriumaiban a szilíciumkarbid nanorészecskék Si/SiO<sub>2</sub> határfelületen történő magashőmérsékletű növesztése és a nanokristályos gyémántrétegek mikrohullámú plazmával segített kémiai gőzfázisú leválasztása ígérkezett olyan témának, amelyben a spektroszkópiai ellipszometria és az ionsugaras analitika együttes alkalmazása új tudományos eredményekre vezethet.

Az Oszakai Egyetem közepes energiájú ionszórási laboratóriumában nemzetközi együttműködés keretében felkértek arra, hogy nehézfém-ionokkal implantált és nagyenergiájú szilíciumionokkal hőkezelt szilíciumban a nehézfémek mélységeloszlását (a felülethez való vándorlását) a mintafelületnél 1 nm-es mélységfelbontást biztosító közepes energiájú ionvisszaszórással mérjem meg. Később kiegészítésképpen az amorfizált és epitaxiálisan visszanőtt szilíciumréteg vastagságát spektroszkópiai ellipszometriával határoztam meg.

### 2.1. Az értekezés felépítése

Először a vizsgálati módszereket, kísérleti berendezéseket ismertetem, a mért spektroellipszometriai adatok kiértékeléséhez szükséges meggondolásokat, részleteket is bemutatom.

A saját kísérletekről és eredményekről szóló nagy fejezeteket általában három alfejezetre bontottam: egy-másfél oldalon mondom el a bevezető gondolatokat, előzményeket, a motivációt. Ezt követi az új kísérletek részletes bemutatása egy hosszabb alfejezetben. Végül fél- vagy egy oldalon foglalom össze a lényeget és fogalmazom meg a tézispontot.

Célszerűnek tartottam a tézisfüzetet is beilleszteni az értekezésbe, különös tekintettel az ott megfogalmazott bevezetésre és az eredmények gyakorlati hasznosításával foglalkozó fejezetre. Röviden felsorolom azokat a pályázatokat amelyekben vezető kutatóként vagy résztvevőként dolgoztam. Témavezetői és oktatási tevékenységemet is ismertetem. Az irodalomjegyzékbe igyekeztem a cikkek címeit is beírni.

A köszönetnyilvánítással zárul az értekezés.

## dc\_262\_11 3. Vizsgálati módszerek, kísérleti berendezések

#### 3.1. Ellipszometria

#### 3.1.1. Az ellipszometria elmélete

Ha polarizált fényt bocsátunk két optikailag különböző közeg határára  $\Phi_0$  szög alatt, akkor a visszavert fény lineárisan vagy elliptikusan poláros lesz, a közegek fénytani tulajdonságaitól függően:



A polarizációs állapot leírása céljából az elektromos térerősség-vektort két, egymásra merőleges komponensre bontjuk úgy, hogy az egyik komponens párhuzamos a beesési síkkal  $(E_p)$ , a másik komponens pedig merőleges a beesési síkra  $(E_s)$ . Az "s" a német senkrecht (merőleges) szóból származik. A felülvonás a komplex mennyiségeket jelöli, tehát az elektromos térerősség felírható az alábbi alakban [Bor68]:

$$\overline{E} = \overline{E}_0 e^{i(\omega t + \delta)} e^{-i\omega \frac{n}{c}r}$$
(2.1)

ahol  $\omega$  a körfrekvencia,  $\delta$  a fázisszög, n = n – ik a komplex törésmutató (k az extinkciós állandó), c pedig a vákuumbeli fénysebesség.

A  $\chi$ -vel jelölt polarizációs állapot az elektromos térerősség-vektor két komponensének arányaként fejezhető ki:

$$\overline{\chi} = \frac{\overline{E_p}}{\overline{E_s}}$$
(2.2)

Az ellipszometriai mérés során meghatározzuk a visszaverődés utáni és a visszaverődés előtti polarizációs együtthatók arányát:

$$\overline{\rho} = \frac{\overline{\chi_r}}{\overline{\chi_i}}$$

Paul Karl Ludwig Drude (1867-1906) vezette be a XIX. században a következő terminológiát:

$$\overline{\rho} = \frac{\overline{\chi_r}}{\overline{\chi_i}} = \frac{\overline{|\chi_r|}}{\overline{|\chi_i|}} e^{i(\delta_r - \delta_i)} = \tan(\psi) e^{i\Delta}$$
(2.4)

A polarizációs együtthatók aránya a Fresnel-féle reflexiós együtthatók arányával egyenlő:

$$\frac{\overline{\chi_r}}{\overline{\chi_i}} = \frac{\overline{\overline{E}_{r,p}}}{\overline{\overline{E}_{i,p}}} = \frac{\overline{\overline{E}_{r,p}}}{\overline{\overline{E}_{i,p}}} = \overline{\overline{r_p}} = \overline{\rho}$$
(2.5)

ahol  $\rho$  a komplex reflexiós arány. A tan( $\Psi$ ) és a  $\Delta$  mennyiségek a következőképp fejezhetők ki:

$$\tan\left(\psi\right) = \frac{\left|\overline{\chi}_{r}\right|}{\left|\overline{\chi}_{i}\right|} = \frac{\left|\overline{r}_{p}\right|}{\left|\overline{r}_{s}\right|}$$

és

$$\Delta = \delta_r - \delta_i = (\delta_{r,p} - \delta_{r,s}) - (\delta_{i,p} - \delta_{i,s}) = (\delta_{r,p} - \delta_{i,p}) - (\delta_{r,s} - \delta_{i,s}) = \Delta_p - \Delta_s$$

A  $\delta$  a komponensek fázisát jelöli (i: beeső, r: visszavert, p: párhuzamos, s: merőleges). Tan( $\Psi$ ) a visszavert és a beeső polarizációs komponensek abszolút értékének az aránya. A  $\Psi$  és  $\Delta$  szögek az úgynevezett ellipszometriai szögek.

Több könyvben is részletesen tárgyalják az ellipszometria elméletét, az Azzam-Bashara szerzőpáros művét említem elsőnek [Azz77]. Ez a mű több kiadást is megért eddig [Azz87]. Viszonylag rövid elméleti fejezet található Harland Tompkins könyveiben [Tom93, Tom99]. A legrészletesebb tárgyalás a Handbook of Ellipsometry című műben található, ezt Tompkins és Irene szerkesztette [Tom05]. Fujiwara könyvét is javaslom [Fuj07].

### dc\_262\_11 3.1.2. Szilárd anyagok optikai tulajdonságai

A szilárd anyagoknak az optikai gerjesztésre adott válaszát, a dielektromos állandót a szerkezeti tulajdonságaik és az atomi összetételük határozza meg. A kristályos és az amorf szerkezetű anyagok dielektromos állandójának képzetes része azokon a fotonenergiákon különbözik zérustól, ahol a vezetési és a valenciasáv közös állapotsűrűsége nullától különböző értékkel rendelkezik, azaz az abszorpciós sávokban. Kristályok esetén az abszorpciós sáv a hosszútávú rend, a transzlációs szimmetria miatt nagymértékű strukturáltságot mutat [YuP96, Ada02, Sól03]. Az amorf szerkezetű anyagokat nem jellemzi hosszú távú rend, a transzlációs szimmetria, ezért nem találunk éles struktúrákat az abszorpciós sávjukban. A 3.1.2.1. ábra



3.1.2.1. ábra. Négy különböző módszerrel előállított amorf szilícium és az egykristályos szilícium dielektromos függvényének valós és képzetes része.

például négy különböző módszerrel előállított amorf szilícium és az egykristályos szilícium dielektromos függyvényének valós és képzetes részét mutatja ("i-a-Si (ion-implanted)" az ionimplantációval amorfizált Si-ra vonatkozik [Fri92a], "r-a-Si (annealed)" az ionimplantációval amorfizált majd hőkezeléssel relaxált Si-ra vonatkozik [Fri92a], "e-a-Si (evaporated)" az elektronsugaras párologtatással készített amorf Si-re vonatkozik [Pie72], a "c-Si" az egykristályos Si-ra vonatkozik [Asp83], az "LPCVD a-Si" az alacsony nyomású kémiai gőzfázisú leválasztással készített amorf Si-ra vonatkozik [Bag81].)

A rövid távú rend egy adott anyag kristályos és az amorf módosulatában megegyezik, ezért az abszorpciós sáv a kétféle módosulatban nagyjából ugyanott helyezkedik el az energiatengelyen.

Ha a dielektromos állandó képzetes részét ismerjük, akkor a valós része a Kramers-Kronig reláció segítségével meghatározható.

#### 3.1.3. Effektív közeg közelítés: heterogén közegek optikai paraméterei

Az ellipszometriai méréskiértékelésekhez konstruált optikai modellek homogén plánparalell rétegekből és síkkal határolt félvégtelen térrészekből állnak. Ezeket a rétegeket három adat jellemzi: a vastagságuk és komplex törésmutatójuk (n) valós (n) és képzetes része (k). A komplex törésmutató pedig egyértelmű kapcsolatban van a komplex dielektromos állandóval (ε):

$$\varepsilon = \varepsilon_1 + i\varepsilon_2; \quad \varepsilon_1 = n^2 - k^2, \quad \varepsilon_2 = 2nk \tag{1}$$

Abban az esetben ha egy réteg két vagy több különböző fázisból áll, bizonyos feltételek esetén az egyes fázisok dielektromos állandóiból kifejezhető a rétegnek egy effektív dielektromos állandója [Asp82] (és így egy effektív törésmutatója). Ezen feltételek egy része az egyes fázisok egymáshoz viszonyított térbeli elhelyezkedésére vonatkozik. Ezek a feltételek határozzák meg, hogy milyen kifejezést alkalmazhatunk. Adott esetben a Maxwell-Garnett kifejezés olyan kétfázisú (kétkomponensű) közegekre vonatkozik, ahol az egyik - kis gömbök formájában jelenlevő komponens - teljesen bele van ágyazva a másik komponensbe [Max04]. Ilyenek például az úgynevezett cermet struktúrák, a fém-fémoxid vékonyrétegek. Mi a Bruggeman kifejezést alkalmazzuk, amely az ilyen kifejezések közül a legelterjedtebben használatos heterogén közegek optikai paramétereinek meghatározására és amelyet ezért a szakirodalomban legtöbbször "effektív közeg közelítésnek" (Effective Medium Approximation

= EMA) neveznek [Bru35]. Ez a kifejezés könnyen általánosítható több komponensre, ezenfelül teljesen szimmetrikus az egyes komponensekre nézve.

A megfelelő kifejezések levezetésénél D.E. Aspnes gondolatmenetét követjük [Asp82]. Számításainknál, mivel optikai frekvenciákon kizárólag az elektronpolarizáció érvényesül, csak ezt vesszük figyelembe. Ezenkívül a sztatikus közelítés feltétele, hogy  $d/\lambda' < 0,3$  legyen, ahol d a mikroinhomogenitások maximális mérete,  $\lambda'$  pedig a rétegbeli fényhullámhossz. Vizsgálataink során ez általában teljesül.

Homogén, egykomponensű, köbös szimmetriájú vagy izotróp eloszlású rendszerre a dielektromos állandót a Clausius-Mosotti egyenlet határozza meg:

$$(\varepsilon - 1)/(\varepsilon + 2) = (4\pi/3)N\alpha \tag{2}$$

ahol  $\alpha = p/E_h$  a polarizáció képesség,  $E_h$  a helyi elektromos tér, p az indukált dipólmomentum, N pedig az egységnyi térfogatba eső dipólusok száma.

A Clausius-Mosotti egyenlet kiterjeszthető olyan kétkomponensű rendszerre, amelyben a komponensek egyenletesen vannak elkeverve vagy rácspontokban helyezkednek el avagy izotróp eloszlásúak:

$$(\varepsilon - 1)/(\varepsilon + 2) = (4\pi/3) \left( N_a \alpha_a + N_b \alpha_b \right)$$
(3)

ahol az "a" és a "b" indexek a két komponenst jelölik, ε pedig a rendszer effektív dielektromos állandóját jelöli.

Ezután a 3 egyenletet átalakítjuk úgy, hogy csak makroszkópikusan mérhető mennyiségeket tartalmazzon. Az "a" komponens az össztérfogat  $f_a = N_a/(N_a + N_b)$  arányát, a "b" komponens az  $f_b = N_b/(N_a + N_b)$  arányát foglalja el ( $f_a + f_b = 1$ ), így a két komponensre külön-külön:

$$f_a(\epsilon_a - 1)/(\epsilon_a + 2) = (4\pi/3)N_a\alpha_a$$

és hasonlóképpen

$$f_b(\varepsilon_b - 1)/(\varepsilon_b + 2) = (4\pi/3) N_b \alpha_b$$

Ezeket a makroszkópikus mennyiségekkel kifejezett tagokat behelyettesítjük a 3.

egyenletbe. Ekkor kapjuk az úgynevezett Lorentz-Lorenz egyenletet:

$$(\varepsilon - 1)/(\varepsilon + 2) = f_a(\varepsilon_a - 1)/(\varepsilon_a + 2) + f_b(\varepsilon_b - 1)/(\varepsilon_b + 2)$$
(4)

A Lorentz-Lorenz egyenlet a vákuumban atomi szinten összekevert komponensekre vonatkozik. Ha az egyes komponensek olyan méretű tartományokban vannak elkülönülve, hogy azokon belül már az egyes komponensek dielektromos állandói érvényesek, akkor nem a vákuum a háttér, hanem általánosan írva egy  $\varepsilon_h$  dielektromos állandójú közeg. Ekkor a (4)-ben szereplő dielektromos állandókat ehhez a háttér közeghez kell viszonyítani:

 $\epsilon \ \leftrightarrow \ \epsilon/\epsilon_h \ ; \qquad \epsilon_a \ \leftrightarrow \ \epsilon_a/\epsilon_h \ ; \qquad \epsilon_b \ \leftrightarrow \ \epsilon_b/\epsilon_h \ ;$ 

Ekkor (4) helyett a következő alakú egyenletet kapjuk:

$$(\varepsilon - \varepsilon_{\rm h})/(\varepsilon + 2\varepsilon_{\rm h}) = f_{\rm a}(\varepsilon_{\rm a} - \varepsilon_{\rm h})/(\varepsilon_{\rm a} + 2\varepsilon_{\rm h}) + f_{\rm b}(\varepsilon_{\rm b} - \varepsilon_{\rm h})/(\varepsilon_{\rm b} + 2\varepsilon_{\rm h})$$
(5)

ahol ε most is a rendszer effektív dielektromos állandója, vagyis a rendszernek a makroszkópikusan mérhető optikai tulajdonságait leíró mennyiség.

Az (5) egyenlet egyik speciális esete, amikor a két komponens közül az egyik teljesen be van ágyazva a másikba. Ekkor az egyik komponens maga a háttér-közeg, vagyis  $\varepsilon_h = \varepsilon_a$ . Ekkor kapjuk a már említett Maxwell-Garnett egyenletet:

$$(\varepsilon - \varepsilon_a)/(\varepsilon + 2\varepsilon_a) = f_b(\varepsilon_b - \varepsilon_a)/(\varepsilon_b + 2\varepsilon_a)$$
(6)

Az (5) egyenlet egy másik speciális esete, amikor egyik komponens sem tekinthető a másik hátterének. Ekkor "self-consistent" módon az effektív dielektromos állandót vesszük háttérnek ( $\varepsilon = \varepsilon_h$ ). Így kapjuk:

$$0 = f_a(\varepsilon_a - \varepsilon)/(\varepsilon_a + 2\varepsilon) + f_b(\varepsilon_b - \varepsilon)/(\varepsilon_b + 2\varepsilon)$$
(7)

Ez az egyenlet a fent említett EMA, vagy Bruggeman egyenlet [Bru35].

### dc\_262\_11 3.1.4. A Cauchy-féle és a Tauc-Lorentz-féle diszperziós relációk

### A Cauchy-féle diszperziós reláció

A Cauchy-féle diszperziós reláció és az Urbach-féle exponenciális kifejezés összekapcsolása alkalmas különféle vékonyrétegek (például szilíciumdioxid, amorf szenek, magnetronos porlasztással leválasztott TiO<sub>2</sub> réteg) törésmutatója és extinkciós együtthatója hullámhossz-függésének leírására [Xio93, Fra05, Bui06]:

$$n(\lambda) = A_C + \frac{B_C}{\lambda^2} + \frac{C_C}{\lambda^4}$$
$$k(\lambda) = A_U \cdot e^{B_U \cdot (1240 \cdot (\frac{1}{\lambda} - \frac{1}{C_U}))}$$

A képletekben  $A_c$ ,  $B_c$ ,  $C_c$ ,  $A_U$ ,  $B_U$  és  $C_U$  a modell paraméterei és  $\lambda$  a fényhullámhossz. Elsőként Urbach tapasztalt exponenciális függvénnyel leírható abszorpciót alkáli-halogenid kristályokban [Urb53], később számos kristályos és amorf anyag esetében is észlelték ezt [Pan08]. Fontos szem előtt tartani, hogy a modell nem Kramers-Kronig-konzisztens, ezért az illesztés során nyert adatokat fenntartással kell kezelni. Mindazonáltal a kiértékelések kezdeti szakaszában jól alkalmazható. Olyan esetekben is használható, amelyekben különféle anyagokból álló többréteges szerkezetet vizsgálunk, mint például katódporlasztással készített amorf szilíciumból és szilíciumnitridből álló hatréteges szerkezetben a körülbelül 8 nm vastag szilíciumnitrid rétegek törésmutatójának leírására [Ser07]. Úgy tudtam az illesztendő paraméterek számát 11-re csökkenteni, hogy a szilíciumnitrid törésmutatójának leírására szolgáló Cauchy-féle diszperziós relációban csak az  $A_c$  és  $B_c$  paramétereket tekintettem illesztendőknek [Ser07].

#### A Tauc-Lorentz modell

Jellison és munkatársai szigetelő anyagok és amorf félvezetők optikai tulajdonságainak leírására [Jel96a, Jel96b, Jel00] dolgoztak ki egy olyan modellt, melyben az amorf anyagok Tauc által vizsgált abszorpciós élhez közeli viselkedését [Tau66, Tau69] kapcsolták össze az abszorpció Lorentz-féle modelljével. A Lorentz-modell az elektromágneses térben levő anyag kötött elektronjainak mozgását harmonikus kényszerrezgésként tárgyalja. A Lorentz-modell

diszperziós egyenlete a következőképpen írható:

$$\varepsilon_{2}(E) = \frac{A_{L} \cdot E_{L} \cdot C_{L} \cdot E}{(E_{L}^{2} - E^{2})^{2} + C_{L}^{2} \cdot E^{2}}$$

Az  $A_L$  paraméter az oszcillátor erősségét írja le, az elektron töltésével, tömegével és az elektronok koncentrációjával van kapcsolatban,  $E_L$  az oszcillátor energiája (az elektronátmenethez tartozó energia),  $C_L$  a csillapítást leíró mennyiség, E pedig a fotonenergia elektronvoltban. A Tauc-Lorentz modell voltaképpen a Tauc-féle és a Lorentz-féle dielektromos függvények imaginárius részeinek szorzata:

$$\varepsilon_{2}(E) = \begin{cases} \frac{A_{TL} \cdot E_{TL} \cdot C_{TL} \cdot (E - E_{TLG})^{2}}{(E_{TL}^{2} - E^{2})^{2} + C_{TL}^{2} \cdot E^{2}} \cdot \frac{1}{E} & E > E_{TLG} \\ 0 & E \le E_{TLG} \end{cases},$$

ahol az  $A_{TL}$ ,  $E_{TL}$ ,  $C_{TL}$ ,  $E_{TLG}$  és E paraméterek az oszcillátor amplitúdóját, energiáját, a kiszélesedést, a tiltott sáv szélességét és a fotonenergiát jelölik. Az összefüggésből látható, hogy a tiltottsáv-szélességnél kisebb fotonenergiákon nincs abszorpció. Jellison és munkatársai a dielektromos állandó valós részének kiszámítására a Kramers-Kronig relációk alkalmazásával és az ott megjelenő integrál zárt alakban való megadásával tettek közzé egy összefüggést [Jel96a, Jel96b].

### dc\_262\_11 3.1.5. Az M2000-DI forgó kompenzátoros spektroszkópiai ellipszométer

A polarizáció megváltozásának detektálására a jelenleg használatos ellipszométerekben időben változó polarizációs állapotú fényt használnak. Ilyen változó polarizációjú fény állítható elő, ha valamely polarizáló elem forog, vagy ha elektromos jel hatására változtatja polarizáló tulajdonságait. Az előbbi csoportba tartozik a forgó kompenzátoros ellipszométer, amelynek vázlatát a 3.1.4.1. ábrán látjuk. Forgó kompenzátoros ellipszométerekben a fényforrás fényét egy léptetőmotorral beállítható azimutszögű lineáris polarizátoron vezetik keresztül. A már lineárisan poláros fény ezután egy állandó szögsebességgel forgó, kódtárcsával egybeszerelt kompenzátoron halad keresztül. Ennek hatására időben változó polarizáltságú fény esik a mintára. Mielőtt a reflektált fény a detektorba kerülne, egy újabb polarizátoron (ezt analizátornak nevezik) halad keresztül, amely a reflektált fény térerősségének csak az analizátor polarizációs irányába eső vetületét engedi át. Mivel ez időben változik, a detektor időben változó intenzitást detektál. Ebből Fourier-analízis segítségével határozzák meg az ellipszometriai szögeket [Hau75].

A Woollam gyártmányú, M2000-DI típusú forgó kompenzátoros spektroszkópiai ellipszométer léptetőmotorral beállítható polarizátorral és analizátorral rendelkezik, működéséhez két fényforrás (egy halogén- és egy deutériumlámpa) szolgáltatja a fényt [Woollam]. A 0,75 – 6,5 eV fotonenergia-tartományban (a 191 – 1690 nm hullámhossztartományban) lehet vele méréseket végezni.



3.1.4.1. ábra. Forgó kompenzátoros spektroszkópiai ellipszométer részegységei.

A mintáról visszaverődő fényt egy töltéscsatolt szilícium detektor és egy InGaAs diódasor detektálja 706 különböző hullámhosszértéknél, a mérés és az adatkiolvasás ideje 50 ms. Lehetőség van in situ mérés végzésére is.

A beesési szög is beállítható a mérésvezérlő program segítségével, ha több beesési szögnél végzünk mérést, többlet kísérleti adathoz jutunk.

A minta megfelelő pozicionálása kulcskérdés, igen fontos, hogy a minta síkja merőleges legyen a beesési síkra, ezt a mintáról visszaverődő fény pozícióérzékeny detektálásával és a léptetőmotorokkal dönthető-billenthető mintatartó asztallal oldják meg. Lehetőség van 200 mm átmérőjű kör alakú minta (szilíciumszelet) felületén laterális térképezést végezni egy precíziósan kialakított xy asztal segítségével. Laterálisan inhomogén minták vizsgálatára 0,3 illetve 0,15 mm átmérőjű fénynyalábot biztosító úgynevezett mikronyaláb-feltétek is használhatók.

Saját mintáink mérésének megkezdése előtt célszerű a Woollam Co. Inc. cég által szállított szilíciumdioxid etalonminták közül valamelyiket megmérni. Ha ez a mérés problémamentesen lezajlik, és a szilíciumdioxid réteg vastagságára hibahatáron belül azt az értéket kapjuk amely a gyártó által átadott bizonylaton szerepel, akkor biztosak lehetünk abban, hogy a berendezés megfelelően működik.

Az MTA MFA által vásárolt és 2008. november végén beérkezett Woollam gyártmányú, M2000-DI típusú spektroszkópiai ellipszométerének fényképét a 3.1.4.2. ábrán látjuk.



3.1.4.2. ábra. Az MTA MFA által vásárolt és 2008. november végén beérkezett Woollam gyártmányú, M2000-DI típusú új spektroszkópiai ellipszométere.

### dc\_262\_11 3.1.6. Méréskiértékelés a WVASE32 programmal

A WVASE kiértékelőprogram rövid neve a "Woollam Variable Angle Spectroscopic Ellipsometry" szavak kezdőbetűiből származik, a programot a J.A. Woollam Co. Inc. amerikai ellipszométergyártó cég munkatársai alkották meg és folyamatosan fejlesztik [Woollam].

Fő vonalakban ismertetem a program méréskiértékelést végrehajtó részének a működését, utána példákat mutatok.

A spektroellipszometriai mérési adatok kiértékelése általában nem közvetlen számításokkal történik. A hullámhossz függvényében mért  $\Psi$  és  $\Delta$  adatokat a keresett fizikai mennyiségekkel (n, k, rétegvastagságok, a komponensek térfogatarányai) általában bonyolult egyenletrendszerek kapcsolják össze, ezért a keresett paramétereket általában illesztési eljárásokkal határozzuk meg. Az illesztési eljárás első lépéseként elkészítjük a minta optikai modelljét, feltételezéseket teszünk a vizsgált minta szerkezetére, a rétegek számára, optikai jellemzőikre, valamint vastagságukra. A spektroszkópiai ellipszometriában a méréseket napjainkban többszáz hullámhosszértéknél végezzük, az illesztést vagy a teljes mért tartományban vagy annak egy részében hajtjuk végre. Az optikai modellben ezért az optikai mennyiségek diszperzióját is figyelembe vesszük (vagy az úgynevezett referencia dielektromos függvényekkel, vagy diszperziós relációkkal) azaz függvényekkel írjuk le n és k változását a fényhullámhossz függvényében. A következő lépésben a programmal kiszámoltatjuk hogy milyen  $\Psi$  és  $\Delta$  adatokat mértünk volna, ha egy ideálisan jó ellipszométerrel hajtottuk volna végre a mérést a megkonstruált modellünkkel teljesen egyező mintán. Majd a mért és a fenti módon számított  $\Psi$  és  $\Delta$  értékeket összevetjük. A kétféle adat eltérését leggyakrabban az átlagos négyzetes eltéréssel mérjük (Mean Squared Error, MSE):

$$MSE = \sqrt{\frac{1}{2N - L} \sum_{i=1}^{N} \left( \left(\frac{\Psi_i^{sz} - \Psi_i^m}{\sigma_i^{\Psi}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_i^{sz} - \Delta_i^m}{\sigma_i^{\Delta}}\right)^2 \right)}$$

ahol L az illesztési paraméterek száma, N a mérési pontok (hullámhosszértékek) száma,  $\Psi_i^m$  és  $\Psi_i^{sz}$  a mért és a számított i-edik  $\Psi$  szög, illetve  $\Delta^m_i$  a mért és  $\Delta^{sz}_i$  a számított i-edik  $\Delta$  szög. A  $\sigma_i^{\Psi}$  és  $\sigma_i^{\Delta}$  az i-edik  $\Psi$  és  $\Delta$  adathoz tartozó átlagos eltérés. Értékét a Fourier-komponensek zajából számítják ki [Guide]. A modellben úgy változtatjuk a meghatározandónak választott paraméterek számértékeit, hogy a mért és számított adatok a lehető legjobban megközelítsék egymást, azaz az MSE a lehető legkisebb legyen. A minimum keresése számítógépes algoritmusok segítségével történik, általában két lépésben. Az első lépés az úgynevezett

globális keresés, ekkor a meghatározandó paraméterekre definiált tartományokból választ a program értékeket (vagy sorban haladva, ez az úgynevezett rácsos keresés vagy véletlenszerűen válogatva, ez a random keresés). Az MSE értékére a program a keresés előrehaladása során mindig az aktuális legkisebb értéket írja be. A globális keresés után indítható az iterációs lépés, ennek végrehajtása után az illesztett értékek kerülnek megjelenítésre.

A fentiekben definiált MSE-vel analóg mennyiség a tg $\Psi$ , cos $\Delta$  mennyiségekre is felírható, ezt  $\sigma$ -nak szokták jelölni.

Példának egy szilícium egykristályra magashőmérsékletű oxidációval növesztett, névlegesen 60 nm vastag SiO<sub>2</sub> rétegen az M-2000DI berendezéssel 70° beesési szögnél mért spektrumok kiértékelését választom.

A mért spektrumok beolvasása után az optikai modellt kell definiálni, ehhez kiválasztjuk a "Model" ablakot. Esetünkben a szubsztrát egykristályos szilícium, a dielektromos függvényt a Woollam cég munkatársai által publikált közleményből választom [Her98], amely függvény természetesen a WVASE program "MAT" alkönyvtárában megtalálható (si\_jaw.mat). A szubsztrátra egy réteget kell "építeni", de előtte meg kell gondolni, hogy referencia dielektromos függvénnyel vagy valamilyen diszperziós relációval legyen-e modellezve a SiO<sub>2</sub> réteg dielektromos függvénye. A Cauchy-féle diszperziós relációt választom, így áll elő az az optikai modell, amelyet a 3.1.5.1. ábrán látunk (és amelyet a képernyőről másoltam).

1	cauchy	0.000 nm
0	si_jaw	1 mm

3.1.5.1. ábra. Optikai modell Si egykristályra növesztett SiO<sub>2</sub> réteg mért SE adatainak kiértékeléséhez.

Ezt követően a meghatározandó paraméterek definiálása és a keresési tartomány kijelölése következik, ehhez először a "Fit" ablak keretére kattintok majd az "Edit fit parameters" ablakot választom. A 3.1.5.1. táblázat mutatja a paraméterekre és a keresési tartományokra vonatkozó alapértelmezett értékeket:

Name	Value	Min-Max	Global Guess
Thick.1	0	0 - 1e + 008	
An.1	1.45	0,1 – 10	
Bn.1	0.01	-2-2	
Cn.1	0.0	-1 - 2	

3.1.5.1. táblázat. Az "Edit fit parameters" ablakban láthatók az alapértelmezett értékek.

Mindegyik meghatározandó paraméter esetében túlságosan nagy az alapértelmezett keresési tartomány, ezért a 3.1.5.2. táblázatban látható változtatásokat hajtottam végre és az egyes tartományokon belüli lépésközt (Global Guess, "keresési sűrűség") is definiáltam:

Name	Value	Min-Max	Global Guess
Thick.1	0	30 - 100	10
An.1	1.45	1,3 - 1,7	8
Bn.1	0.01	0,0-0,2	8
Cn.1	0.0	-0,1 - 0,1	5

3.1.5.2. táblázat. Az "Edit fit parameters" ablakban látható megváltoztatott értékek a keresési tartományra és a beírt lépésszám-értékek (Global Guess).

Ezután a "Fit" ablakra majd a "Normal Fits" menüre lépve és ott a "Random Global Fit" sorra kattintva elindul a véletlenszám-generátor által vezérelt random paraméter keresés. A "Fit" ablakban a keresés alatt egyrészt látjuk azt, hogy aktuálisan hány kiválasztott paramétersorozatra számította ki a gép az MSE-t. Ha a soronkövetkező lépésnél kisebb érték adódik az MSE-re, akkor ez a kisebb érték íródik be és a lépés paramétersorozata is megjelenik mint az aktuálisan legjobb paramétersorozat. Ezenkívül látunk két számot: az egyik jelen esetben a 3200, ez mutatja, hogy 10x8x8x5 különböző (vételenszerűen választott) esetet vizsgál meg a program. A másik szám folytonosan növekszik, ez mutatja, hogy hány paramétersorozatra végezte el eddig a számolást a gép. Közben a "Graph" ablakban látjuk a mért spektrumot és az aktuálisan legjobb illeszkedést biztosító paramétersorozattal számított spektrumot. A 3200 paramétersorozatra elvégzett számítás után indítjuk az iterációt, ha ez is lefutott, akkor az optikai modellbe beíródik a kiértékelés eredményeképpen adódott rétegvastagság, ahogy azt a 3.1.5.2. ábrán látjuk:

1	cauchy	57.376 nm
0	si_jaw	1 mm

3.1.5.2. ábra. Az optikai modellbe a kiértékelés végén beíródik a rétegvastagságra vonatkozó iterált eredmény.

A "Fit" ablakba pedig beíródnak a kiértékelés eredményeképpen adódott paraméterértékek a bizonytalanságok értékeivel, ezt a 3.1.5.3. táblázatban látjuk:

MSE=9.739	
Thick.1	57.376±0.0185
An.1	1.4714±0.000476
Bn.1	0.0011373±4.96e-005
Cn.1	0.00011203±1.63e-006

3.1.5.3. táblázat. A kiértékelés eredményeképpen adódott paraméterértékek és a bizonytalanságok, az MSE-re kapott érték az illesztés minőségét mutatja.

A 3.1.5.3. ábra a mért és a számított spektrumokat mutatja, az illeszkedés nagyon jó.



3.1.5.3. ábra. A szilícium egykristályra termikusan növesztett, névlegesen 60 nm vastag SiO<sub>2</sub> réteg mért és számított spektrumai, az illeszkedés kiváló.

Egy másik termikusan növeszett SiO<sub>2</sub> réteg névleges vastagsága nem volt ismeretes, a mért spektrum szerkezete és korábbi tapasztalataim alapján valószínűnek tartottam, hogy nem vastagabb 600 nm-nél. A vastagság keresési tartományát 0 - 700 nm-nek választottam, a lépésszámra a megengedett maximális értéket, a 99-et írtam, ahogy azt a 3.1.5.4. táblázatban látjuk. A mért és az illesztett spektrumokat a 3.1.5.4. ábra mutatja.

MSE=57.94		Min-max	lépés
Thick.1	495.230±0.307	0 - 700	99
An.1	$1.4468 \pm 0.000527$	1.35 – 1.55	6
Bn.1	0.0033168±2.12e-005	0.00 - 0.05	5
Cn.1	3.1271e-005±8.3e-007	-0.01 - 0.01	5

3.1.5.4. táblázat. Egy vastagabb SiO<sub>2</sub> réteg kiértékeléséhez választott keresési határok és lépésköz értékek továbbá a kiértékelés eredményei (a rétegvastagság és a Chaucy-együtthatók meghatározott értékei a bizonytalanságokkal együtt).



3.1.5.4. ábra. Egy vastagabb SiO<sub>2</sub> réteg mért és illesztett ellipszometriai spektrumai.

# dc\_262\_11 3.2. Ionimplantáció

Az anyagmódosító eljárások közé tartozó ionimplantációval adalékatomokat lövünk be az adalékolni kívánt céltárgyba. Először az ionforrásban ionizáljuk az adalékatomokat majd elektromos térrel gyorsítjuk, mágneses térrel választjuk ki a bejuttatni kívánt ionokat [Dea73]. Fontos megjegyezni, hogy az ionimplanter belsejében, azaz az ionforrásban, az úgynevezett gyorsítócsőben és a céltárgykamrában vákuumot kell létrehozni.

Az ionimplantációt elsődlegesen a félvezető integrált áramkörök gyártásakor alkalmazzák [May70]. A lokális adalékolás fotolitográfia segítségével kialakított maszkokkal oldható meg, a megfelelő vastagságú maszkanyagon nem hatol keresztül a felgyorsított ion. Az ionimplantáció és fotolitográfiai művelet többször ismétlődhet, akár 12 – 18 implantációs lépésre is szükség lehet egy szilícium alapú DRAM (dynamic random excess memory) integrált áramkör előállításakor.

Az ionimplantáció során egy adott energiára felgyorsított ionokat ütköztetünk egy céltárgyba. A céltárgyba behatoló ion lefékeződik, mozgási energiájának elvesztése után megáll. Egy adott anyagba egy kiválasztott ion behatolási mélységét alapvetően a gyorsítás határozza meg, ezért ionimplantációval szabályozható mélységi eloszlást érhetünk el. A céltárgyba belőtt ionok mennyiségét az ionáram integrálásával tudjuk mérni.

A fékeződés során rugalmas és rugalmatlan ütközések sorozata zajlik. Az egységnyi úthosszra eső energiaveszteséget rugalmas ütközések esetén nukleáris fékeződésnek nevezzük, a rugalmatlan ütközések esetén pedig elektronikus fékeződésnek hívjuk.

A felgyorsított ionok ütköznek a céltárgy atomjaival, a nukleáris fékeződések során a céltárgy atomjait kilökhetik a rácshelyükről [Kin55]. A rácshelyükről kilökött atomok – ha energiájuk elegendően nagy – maguk is kilökhetnek atomokat a kristályrácsból, ilyen módon jön létre az ütközési kaszkád.

Szobahőmérsékleten végzett ionimplantáció esetén az ionimplantáció során keletkezett rácshibák kölcsönhatnak egymással, például egy vakancia és egy intersticiális atom rekombinációjakor két rácshiba tűnik el, a ponthibák rácshibakomplexekké alakulhatnak, stb.

A fluencia (régebbi elnevezése: dózis) növekedésével bekövetkezik az amorfizáció, ekkor minden kristályatom kimozdulva marad. Az amorfizáló fluencia, kritikus fluencia egy az adott ion/céltárgy párra és ionenergiára jellemző érték, amely azonban az ionáramsűrűségtől és a céltárgy hűtési viszonyaitól is függ [Gib77].

Az ionimplantáció során keletkezett rácshibákat vagy amorfizált réteget hőkezeléssel tudjuk megszüntetni, illetve visszakristályosítani. A beimplantált adalékok is hőkezeléssel

juttathatók be rácshelyre, ilyen módon aktiválhatók.

Az ion-szilárdtest kölcsönhatás egyes jelenségeinek szimulációjára kiválóan alkalmas SRIM számítógépprogramot Ziegler és munkatársai időről-időre fejlesztik/aktualizálják [Zie08].

Egy érdekes téma: a kozmikus sugárzás nehéz ionokból álló komponensének a csillagközi porra gyakorolt rácskárosító hatásának vizsgálata céljából modellkísérleteket végeztek Szenes György és munkatársai [Sze10].

Az ionimplantációt alkalmazó mérnökök és a vele kapcsolatos problémákat vizsgáló kutatók két konferenciasorozat összejövetelein ismertetik új eredményeiket, az egyik konferenciasorozat neve: International Conference on Ion Implantation Technology. Ez a sorozat Salfordban kezdődött (1977), majd Trentoban (1978.), Kingstonban (1980), Berchtesgadenben (1982), Burlingtonban (1984), Berkeleyben (1986), Kyotoban (1988), Guildfordban (1990), Gainsvilleben (1992), Cataniaban (1994), Austinban (1996) [Ish96], Kyotoban (1998) [Mat98], Alpbachban (2000) [Rys00] folytatódott. Az 1996-ban Austinban lezajlott konferencián 520-an vettek részt, az 1998-ban Kyotoban megrendezett konferencia résztvevőinek száma meghaladta a négyszázötvenet.

A másik konferenciasorozat neve: International Conference on Ion Beam Modification of Materials. Ennek a konferenciasorozatnak az első konferenciájára Budapesten került sor 1978-ban, megszervezésében jelen sorok írója is közreműködött [Gyu78b].

### 3.2.1. Az MTA KFKI RMKI Nehézion-Kaszkádgenerátora

A Magyarországon végzett ionimplantációs kísérleteim az MTA KFKI RMKI Nehézion-Kaszkádgenerátorán (NIK) folytak. A berendezést a gyorsítólaboratórium mérnökei tervezték és a részegységeket túlnyomórészt a KFKI-ban készítették el. A gyorsítófeszültség a 100–450 kV határok között állítható be. A NIK Nielsen-típusú és porlasztós ionforrással működik. Nemesgázok, szilícium, bór, foszfor és fémionok implantálhatók vele 1–100  $\mu$ A áramerősséggel. Az áramerősség függ az ionok típusától és töltésállapotától is. Az implantált terület (25 mm × 50 mm) homogenitását a nyaláb elektrosztatikus pásztázása biztosítja. A minta 600 °C-ig fűthető az ionimplantáció alatt. Az implantációs kamrában 6 × 10<sup>-5</sup> Pa vákuum érhető el.

### dc\_262\_11 3.3. Ionsugaras analitikai módszerek

Számos esetben a Rutherford-féle ionvisszaszóráson alapuló analitikai módszer csatornahatással kombinált változatát használtuk az optikai modellalkotás során tett feltevéseim ellenőrzéséhez.

Az RBS (Rutherford Backscattering Spectrometry) lényege a következőkben foglalható össze: a vizsgálandó mintát jól kollimált monoenergetikus ionnyalábbal bombázva és a rugalmas atommagütközésekben szóródott illetve meglökött ionokat jól meghatározott irányban energiaeloszlás szerint analizálva információt nyerhetünk a minta atomi összetételéről és az összetétel mélység szerinti eloszlásáról is. Az ionvisszaszórási módszer alapjaival és részletes tárgyalásával számos könyv, könyvfejezet és összefoglaló munka foglalkozik [Mor73, Chu78, Fel82, Gyu85, Vee85, Wan10].

A témakörben több értekezés magyarul is hozzáférhető, így Gyulai József "A Rutherford visszaszórás és ionimplantáció alkalmazása félvezető rétegekben" című doktori értekezése [Gyu78a], a módszer lényeges továbbfejlesztéseivel Kótai Endre "MeV-es energiájú ionok szóródásán alapuló felületanalitikai módszerek továbbfejlesztése" című kandidátusi értekezése [Kót92], Szilágyi Edit "Az ionsugaras nukleáris analitika néhány problémája" című kandidátusi értekezése [Szi93] és "Az ionsugaras analitika néhány alkalmazása az anyagtudományban" című MTA doktori értekezése foglalkozik részletesen [Szi10].

A fentiek miatt nem törekszem a módszer alapos és részletes tárgyalására, csupán néhány lényeges tulajdonságát szeretném bemutatni.

Analitikai célokra legtöbbször monoenergetikus könnyű ionokat használunk, amelyek a mintába hatolva rugalmas szóródás és rugalmatlan ütközések következtében energiaveszteséget szenvednek.

Rugalmas szóródás esetén az energia és az impulzusmegmaradás alapján a kinematika a következőképpen adódik: ha egy  $M_1$  tömegű,  $E_0$  energiájú ion szóródik egy  $M_2$  tömegű atomon  $\Theta$  szögben,  $E_1$  energiával, akkor az ütközés utáni és az ütközés előtti energia hányadosára, az úgynevezett kinematikai faktorra (k) az alábbi kifejezést kapjuk:

$$k = \frac{E_{1}}{E_{0}} = \left( \sqrt{1 - \left(\frac{M_{1}}{M_{2}}\right)^{2} \sin^{2}\Theta} + \frac{\frac{M_{1}}{M_{2}} \cos\Theta}{1 + \frac{M_{1}}{M_{2}}} \right)^{2}$$

Ha például az észlelés szöge a beeső hélium ionnyaláb energiájához képest  $\Theta = 170^{\circ}$ , akkor a kinematikai faktor aranyra 0,92, vasra 0,75, szilíciumra 0,57, oxigénre 0,36, nitrogénre

0,31, szénre 0,25. Így a minta különböző tömegű atomjairól különböző energiákkal szóródnak vissza az analizáló nyaláb ionjai. Ebből következik, hogy a visszaszórt ionok energiaspektrumában különböző energiaértékeknél hoznak létre csúcsokat, így a céltárgy atomi összetételéről információ szerezhető.

A másik alapvetően fontos mennyiség a szórás hatáskeresztmetszete, amelyhez a szórás valószínűségét kiszámítva jutunk. Annak a valószínűsége, hogy az észlelés irányába d $\Omega$  térszögbe szóródjon a részecske, a differenciális hatáskeresztmetszettel kapcsolatos. Merőleges beesést feltételezve a differenciális hatáskeresztmetszet a laboratóriumhoz rögzített koordinátarendszerben:

$$d\sigma/d\Omega = \left(Z_1 Z_2 e^2/2E\sin\theta\right)^2 \left\{\cos\theta + \sqrt{1 - \left(M_1 / M_2 \sin\theta\right)^2}\right\}^2 / \sqrt{1 - \left(M_1 / M_2 \sin\theta\right)^2}$$

ahol  $\sigma$  a rugalmas szórás hatáskeresztmetszete,  $\Omega$  a térszög, amelyben a detektor érzékeli a visszaszóródott ionokat, Z<sub>1</sub>, Z<sub>2</sub>, M<sub>1</sub>, M<sub>2</sub> rendre a beeső ion és a minta atomjainak a rendszáma, illetve tömege, E az ion energiája az ütközés előtt,  $\Theta$  pedig a szóródás szöge. Az N koncentrációjú, t vastagságú mintáról visszaszóródott ionok száma:

 $A = \sigma \Omega Q Nt$ , ahol a Q a beeső ionok száma.

A mintába behatoló majd a szóródás után a visszafelé haladó és a mintából kilépő ionok ismert fékezőképességgel lassulnak, ezért a minta mélység szerinti analízise megvalósítható. A mintát alkotó minden elemhez egy-egy mélységskála készíthető az energiaértékek megfelelő transzformációjával.

A visszaszóródott ionok száma (a szóráshozam) bizonyos transzformációk után koncentrációskálává alakítható, ilyen módon meghatározható az egyes elemek koncentrációinak mélységfüggése.

Egykristályos minták esetében a beeső és/vagy a kilépő ionoknak a kristály könnyen átjárható irányai mentén fellépő csatornázódását felhasználva kristályszerkezeti információk is szerezhetők (a kristályhibák mélység szerinti eloszlása, az adalékatomok rácslokalizációja, stb). Ha egy ion csatornairányból éri a kristályt, abba mélyen behatol és nagyszögű szóródásának valószínűsége lecsökken. Az ilyen módon létrejött spektrumot csatornázott spektrumnak nevezzük. Ha olyan irányból éri a kristályt a nyaláb, amely egyik fő kristálytani iránnyal sem párhuzamos, akkor a visszaszórás intenzitása akkora lesz, amekkorát amorf anyagot vizsgálva találnánk. Ezt a spektrumot nevezik véletlen beesés spektrumának vagy random spektrumnak.

Ha a felület nem teljesen kristályos hanem a szerkezete roncsolt, akkor a felületről visszaszórt ionok száma megnő. Ezenfelül a roncsolt réteg kisszögű szórások útján növeli a nyaláb divergenciáját, így a rajta áthaladó ionok egy része elveszti képességét a csatornában maradáshoz. Ez a "dechanneling". Hatására megnő a mélyebb rétegekből visszaszórt részecskék száma, annak ellenére, hogy esetleg ott az anyag kristályos. A fent elmondottak alapján határozható meg például az ionimplantáció által okozott rácskárosodás mértéke. A 3.3.1. ábra vázlatosan mutatja a különféle rácshibáktól származó szóráshozam növekedést a csatornázott spektrumban.



3.3.1. ábra. A különféle rácshibáktól származó szóráshozam növekedés vázlatos ábrázolása a csatornázott spektrumban.

A módszer mélységfelbontásának javítására egy időben született megoldás Csillebércen [Mez78] és külföldön [Wil78].

A visszaszórási spektrumok kiértékelésére Kótai Endre alkotott meg egy jól használható, nagy teljesítőképességű programot, az RBX-et, amelyet számos külföldi laboratóriumban is

használnak [Kót94, Kót97]. Az ionsugaras módszerek mélységfelbontásának meghatározására a DEPTH kód szolgál [Szi94].

Az RBS alkalmazásakor, ha az alapanyag (szubsztrát) rendszámánál kisebb rendszámú adalékot vagy szennyezőt akarunk kimutatni, háttérproblémák jelentkeznek. Ez a helyzet akkor is, amikor különféle anyagok felületén spontán képződött vagy növesztett oxidrétegekben az oxigéntartalom meghatározása a feladat. Ilyen esetekben a mikroanalízis céljaira a könnyű ionok által keltett magreakciókat használhatjuk fel. Keszthelyi Lajos és munkatársai mutatták rá arra, hogy az <sup>16</sup>O( $\alpha,\alpha$ )<sup>16</sup>O compound magreakció alkalmas az oxigéndetektálás érzékenységének megnövelésére [Kes72], a módszert analitikai célokra Mezey és munkatársai dolgozták ki [Mez76]. A 3.3.2. ábra szemlélteti az oxigén csúcs területének változását az analizáló energia függvényében [Loh77].



3.3.2. ábra. Az oxigén csúcs területének változása a hélium ionok energiájának függvényében, a minta egy magas hőmérsékleten oxidált szilícium egykristály volt.

A rugalmas szóródáson alapul egy másik mérési eljárás is, amelynél nem a szóródott részecskét hanem a meglökött céltárgyatomot detektáljuk (ERDA, Elastic Recoil Detection Analysis). Ezt a módszert L'Ecuyer javasolta először [Lec76]. A céltárgyról nagyszámú analizáló ion szóródik előre, ezektől el kell választani a meglökött céltárgyatomokat. Ezt például a detektor elé tett abszorberfólia alkalmazásával lehet megoldani: az előre szóródó

analizáló ionok és a meglökött nehezebb ionok megállnak a fóliában, a meglökött könnyű atomok – kisebb rendszámúak mint az analizáló ionok – így fékeződésük is kisebb, át tudnak hatolni az abszorberfólián [Szi89]. A mérési elrendezés a 3.3.3. ábrán látható.



3.3.3.ábra. A rugalmas szóródáson alapuló mérési eljárás (ERDA), amelynél a meglökött céltárgyatomot detektáljuk, de ellenőrzési vagy kalibrációs célból a szóródott részecskéket is érdemes detektálni.

Az MTA Rutherford-emléknapján (2011. május 5.) az ionsugaras analitikai módszerekről két előadás is elhangzott, amelyek olvasható változatai a Fizikai Szemlében megtalálhatók [Gyu11a, Kót11].

### 3.3.1. A KFKI-RMKI Van de Graaff-generátora és a hozzá csatlakozó kéttengelyű szórókamra

Az ionsugaras módszereket igénylő kísérletek túlnyomó többségét a KFKI-RMKI EG-2R 5 MeV-es Van de Graaff-generátorán az ahhoz csatlakoztatott kéttengelyű goniométerben végeztük el. A gyorsító hazai tervezésű és építésű. Energiakalibrációját jól ismert ( $p,\gamma$ )rezonanciákkal végezték el. Rövididejű energiastabilitása 300 eV, a hosszúidejű 2 keV körüli. H<sup>+</sup>, He<sup>+</sup>, deutérium, N<sup>+</sup>, Ar<sup>+</sup> ionok állíthatók elő a rádiófrekvenciás ionforrásban. A gyorsító analizáló és kiosztó mágnese biztosítja a nyaláb izotóp- és elem tisztaságát.

A mérőágban a maximális ionáram 5 μA. Az ionnyaláb a goniométeres szórókamráig kb. 10<sup>-4</sup> Pa nyomású vákuumban halad. A vákuumban található szennyezők ellen egy,

közvetlenül a szórókamra elé helyezett, cseppfolyós nitrogénnel hűtött kifagyasztócső nyújt védelmet.

Állítható résrendszer biztosítja, hogy a nyaláb mérete, alakja a feladatnak megfelelően változtatható és iránya 0,05°-on belül meghatározott legyen. A kéttengelyű goniométer vákuumkamrájának belsejében cseppfolyós nitrogénnel hűtött, a kamrafelszín nagy részét beborító vörösrézlemez található. Ez biztosítja, hogy a kamra kb. 7×10<sup>-5</sup> Pa nyomású vákuumából a nyaláb által besugárzott felületre minél kisebb mennyiségben rakódjék le szénhidrogén.

A gyakori fellevegőzés elkerülése végett egyszerre több minta fogható fel a goniométer 5 cm × 5 cm-es mintatartójára, melynek bármelyik pontja két léptetőmotor segítségével 0,1 mm pontossággal a nyaláb útjába helyezhető. A goniométerben a minta egy, a nyalábtengelyhez képest a vízszintes síkban tetszőlegesen bedönthető azimuttengely körül tetszés szerint körbeforgatható. Mind a döntési, mind az azimutszög beállítási pontossága 0,05°. Ez lehetővé teszi, hogy a céltárgy a nyalábhoz képest tetszőleges irányba legyen beállítható. Erre főleg az egykristályos mintákon végzett, csatornahatással kombinált ionsugaras analitikai méréseknél van szükség. A minta orientálása, azaz a kristálytani síkok, illetve tengelyek feltérképezése a visszaszórás hozamának vizsgálatával történik kihasználva azt, hogy a síkoknál, tengelyeknél a visszaszórt hozam nagymértékben csökken.

A mintára eső ionok mennyisége – áramintegrátor segítségével – azok össztöltéséből határozható meg. Az ionnyaláb áramerősségét transzmissziós Faraday-kalitkával mérjük meg [Pás90], melynek előnye, hogy mintafüggetlen, azaz segítségével szigetelő tulajdonságú minták is mérhetők. Az árammérés pontossága  $\approx 1$  %, ezt szupresszor feszültség alkalmazásával – a kalitkában kiváltott másodlagos (szekunder) elektronok visszatartásával — érjük el.

A mérésekhez a goniométerbe helyezett, ORTEC gyártmányú, α-részecskékre névlegesen 12 keV energiafelbontású felületi záróréteges detektorokat használunk.

A kamrában egyszerre két detektorral lehet mérni. Az egyik detektort a nyaláb irányához képest 165°-ra, a céltárgytól 100 mm-re helyezték el. A második detektor egy forgatható állványra szerelhető a mérési igényeknek megfelelően. Ez lehet egy 97°-os úgynevezett alsó detektor, vagy egy változtatható helyzetű detektor. Ez utóbbi – abszorbens fóliával kiegészítve - felhasználható ERDA- vagy NRA- mérésekre is. Az abszorbens rendszerint egy Mylar-fólia. E fólia szerepe az, hogy a detektor felé szóródott ionokat elnyelve, a reakciótermékeket pedig átengedve a minta háttérmentes mérését lehetővé tegye. A detektorok jeleit előerősítő, főerősítő, jeltorlódás-gátló és sokcsatornás amplitúdóanalizátor segítségével dolgozzuk fel. A detektor és a jelfeldolgozó elektronika együttes felbontó képessége  $\alpha$ -részecskék esetén kb. 16 keV.

32

4. Saját kísérletek és eredmények

# 4.1. A finomszemcsés polikristályos szilícium Jellison és munkatársai által meghatározott dielektromos függvényének alkalmazása pórusos szilícium rétegek és ionimplantációval részlegesen rendezetlenné alakított szilícium rétegek ellipszometriai spektrumainak kiértékelésében

#### 4.1.1. Pórusos szilícium, előzmények

A pórusos szilícium (PS) rétegek iránt különleges fizikai tulajdonságaiknak köszönhetően nőtt meg igen jelentős mértékben az érdeklődés az elmúlt két évtizedben [Yon87, Can90, Bsi91, Can91, Pic93, Lar94, Ros95, Váz95a, Váz95b, Fro96, Pás98, Zan98, Fri99, Krz99, Mol99, Loh00, Vol03, Vol04a, Vol04b, Pet09, Azo11]. Az optoelektronikai (közvetlen fénykibocsátási képesség), a napelem passziválási (alacsony optikai reflexió), a technológiai (gyors kémiai lemarhatóság), a gázérzékelési (igen nagy fajlagos felület [Can96]) alkalmazások indokolják e rétegek részletes vizsgálatát. (Canham 1990-ben megjelent cikkét eddig több mint 5600 alkalommal idézték [Can90].)

A pórusos szilícium készítésének legelterjedtebb módja az elektrokémiai marás amelyet anodizálásnak is neveznek. Az elektrokémiai reakcióhoz anódra és katódra van szükség. Az anód maga a szilíciumszelet, a katód egy hengerpalást alakú platina elektróda. A művelet megkezdésekor a szilíciumszeletre hidrogén-fluoridos oldatot öntenek, majd áramot vezetnek át a rendszeren. Az elektrokémiai reakció eredményeképpen a kristályos szilícium felső részében az idő előrehaladtával egyre vastagabb, bonyolult morfológiájú pórusos szerkezet jön létre. Az így kialakult PS réteg tulajdonságai nagymértékben függenek a készítés körülményeitől, a rétegre jellemző fizikai mennyiségek (rétegvastagság, pórusosság, pórusméret-eloszlás) a technológiai paraméterek (szeletellenállás, elektrolit-összetétel, áramsűrűség, elektrolizálási idő stb.) alkalmas beállításával tág határok között változtathatók [Pic93, Vaz93]. Intézetünkben Vázsonyi Éva széleskörű tapasztalatira alapozva számos PS réteget állított elő különböző célokra [Vaz93, Bár94, Váz95a, Váz95b, Fri96, Bár97, Rob98, Mol99, Loh98a, Loh00].

Elektrokémiai marással készített pórusos szilícium esetén a létrejött szerkezet elsősorban az egykristályos szilícium elektromos vezetőképességétől függ. Kismértékben adalékolt szilíciumon szivacsos, míg erősen adalékolt kristályokon oszlopos szerkezet alakul ki.

Canham és munkatársai 1200 nm vastag, 55% porozitású PS réteget vizsgáltak spektroszkópiai ellipszometriával (SE) [Can91]. A porozitást gravimetriával határozták meg. A

33

pszeudo törésmutatót és a pszeudo extinkciós együtthatót számították ki a mért spektrumokból, azaz félvégtelen anyagdarabnak tekintették a mintát. Ezért nem tudtak rétegvastagságot számítani a mért spektrumokból. Végeztek effektív közeg közelítésen alapuló szimulációt, egykristályos szilícium és üreg keverékének tekintették a pórusos szilícium réteget. Rossow és munkatársai is a pszeudo dielektromos függvényt számították ki a mért spektrumokból [Ros95]. Larré és munkatársai 600 nm vastag és 58% porozitású pórusos szilíciumréteget ultranagy vákuumban hőkezeltek (a rétegvastagságot és porozitást gravimetriával határozták meg). Az in situ ellipszometriai mérés spektrumait a Cauchy diszperziós összefüggést alkalmazva értékelték ki. Megállapították, hogy törésmutató és az abszorpciós együttható a hőkezelés hatására nőtt az 1,8 – 2,8 eV fotonenergia-tartományban [Lar94]. Pickering és munkatársai a látható és az infravörös hullámhossztartományban végeztek SE méréseket amelyeket szimulációkból spektrumokkal hasonlítottak össze. infravörös származó Vastagságot csak az hullámhossztartományban végzett mérésekből tudtak meghatározni [Pic93].

### 4.1.2. Optikai modellek konstruálása pórusos szilícium rétegekre

Intézetünkben a pórusos szilíciummal kapcsolatos kutatások megindulása után igény merült föl a PS rétegek vastagságának és porozitásának gyors és lehetőleg roncsolás- és érintésmentes meghatározására. Az ellipszometria alkalmazása kézenfekvőnek látszott. A mért spektrumok kiértékelésére az effektív közeg közelítést alkalmaztuk [Asp82, Bru35]. Ez a robusztus módszer szinte önként adódott: a PS réteg szilícium és üreg keveréke és azt is tudni lehetett az elektronmikroszkópiai vizsgálatokból, hogy a pórusok, illetve az elektrokémiai marás után "megmaradt" szilíciumklaszterek méretei jóval a vizsgáló fényhullámhossz alatt maradnak.

Első SE méréseink kiértékelésénél PS réteget egykristályos szilícium és üreg (void) keverékeként modelleztük. Számos esetben lényeges eltérés adódott a mért és az illesztett spektrumok között. Ekkor gondoltam arra, hogy a Jellison és munkatársai által vizsgált és közzétett finomszemcsés polikristályos szilícium dielektromos függvényét kellene használni a kiértékelésekhez [Jel93]. Ez az ötlet bevált, sok esetben lényegesen jobb illeszkedés adódott a mért és a számított spektrumok között mint amikor egykristályos Si és üreg (void) keverékeként modelleztük a PS réteget. A kétféle kiértékelés eredményét egy néhány évvel ezelőtt végzett SE mérés spektrumainak kiértékelésével szeretném bemutatni. A PS minta 0,01 Ohmcm ellenállású p-típusú szilícium anodizálásával készült, az elektrolit 50%-os HF és etanol 1:1 arányú

keveréke volt. A mintát egy Woollam gyártmányú M-2000F típusú forgó kompenzátoros ellipszométerrel mértük meg Szegeden. A kiértékelést egyréteges optikai modellekkel végeztem, az egykristályos szilíciumon levő réteget az első esetben egykristályos Si és üreg keverékének tekintettem, a második esetben pedig a keverék alkotóinak leírására a Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilícium dielektromos függvényét és az üreg dielektromos függvényét használtam. A rétegvastagság és az üregtartalom (a porozitás) volt a két meghatározandó paraméter. A kiértékelés eredményét a 4.1.2.1. ábrán személtetem az első esetben. Látjuk, hogy mind Ψ, mind Δ ellipszometriai szögek а а esetén a kiértékelés eredményeiből számított spektrumok nagyjából követik a mért spektrumok szerkezetét, de lényeges eltérések észlelhetők közöttük.



4.1.2.1. ábra. Az egykristályos szilíciumon levő PS réteget egykristályos szilícium és üreg keverékének tekintettem. A rétegvastagságra 1006  $\pm$  6 nm-t, az üregtartalomra (porozitásra) 48,6  $\pm$  0,3 %-ot adott a kiértékelés, az illesztés minőségét jelző MSE-re 183,9 adódott.

A második esetben a kiértékelés eredményét a 4.1.2.2. ábrán személtetem. Látjuk, hogy mind a  $\Psi$ , mind a  $\Delta$  ellipszometriai szögek esetén a kiértékelés eredményeiből számított spektrumok jobban követik a mért spektrumok szerkezetét mint az előző esetben, de számottevő eltérések észlelhetők közöttük.



4.1.2.2. ábra. Az egykristályos szilíciumon levő keverékréteg alkotóinak leírására a Jellisonféle finomszemcsés polikristályos szilícium dielektromos függvényét és az üreg dielektromos függvényét használtam. A rétegvastagságra 1047  $\pm$  11 nm-t, az üregtartalomra (porozitásra) 52,5  $\pm$  0,5 %-ot adott a kiértékelés, az illesztés minőségét jelző MSE-re 119,6 adódott.

A mért és a számított spektrumok eltérésének másik oka az, hogy a porozitás a mélység függvényében nem állandó. Erről úgy bizonyosodhatunk meg, hogy kétréteges optikai modellel próbáljuk meg kiértékelni a mért spektrumokat. Most is először egykristályos Si és üreg keverékének tekintettem a PS réteget, mindkét réteg esetében meghatározandó paraméternek
```
dc_262_11
```

választottam a rétegvastagságot és a porozitást. Így a meghatározandó paraméterek száma összesen négy. A 4.1.2.3. ábra mutatja az illesztés eredményét. Az egyréteges kiértékelés esetén kapott 183,9 MSE-értékhez képest a 46,7 igen jelentős javulás. A második esetben az alrétegek komponenseinek leírására a Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilícium dielektromos függvényét és az üreg dielektromos függvényét használtam, a 4.1.2.4. ábrán látjuk a kiértékelés eredményét.



4.1.2.3. ábra. Az egykristályos szilíciumon levő rétegeket egykristályos Si és üreg keverékének tekintettem, a kiértékeléshez kétréteges optikai modellt konstruáltam. Az illesztés minőségét jelző MSE-re 46,7 adódott.

dc\_262\_11



4.1.2.4. ábra. Az egykristályos szilíciumon levő alrétegek komponenseinek leírására a Jellisonféle finomszemcsés polikristályos szilícium dielektromos függvényét és az üreg dielektromos függvényét használtam, a kiértékeléshez kétréteges optikai modellt konstruáltam. A kiértékelés során az illesztés minőségét jelző MSE-re 26,37 adódott.

A 4.1.2.1. táblázat mutatja az egy- és kétréteges optikai modellekkel végrehajtott kiértékelések eredményeit. Lényegesen jobb illeszkedés adódott abban az esetben, amelyben rétegek komponenseinek leírására a Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilícium dielektromos függvényét és az üreg dielektromos függvényét használtam. Az is látható hogy a szubsztráttal szomszédos alréteg porozitása alacsonyabb mint a levegővel érintkező alréteg porozitása.

dc\_262\_11

	Egykristályos Si és üreg keveréke			Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilícium és üreg keveréke		
	Vastagság [nm]	Porozitás [%]	MSE	Vastagság [nm]	Porozitás [%]	MSE
Egyréteges optikai modell	1006±6	48,6±0,3	183,9	1047±11	52,0±0,5	119,6
Kétréteges optikai modell felső rétege	25,9±0,4	52,7±0,3		25,3±0,4	54,4±0,3	
Ez a réteg van szubsztráton →	769±5	32,5±0,5	46,7	826±5	39,4±0,4	26,37

4.1.2.1. táblázat. Az egy- és kétréteges optikai modellekkel végrehajtott kiértékelések eredményei.

Miért alkalmasabb a PS rétegek SE adatainak kiértékelésére a Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilícium dielektromos függvénye [Jel93] a mint az egykristályos szilícium dielektromos függvénye?

Jellison és munkatársai oxidált szilíciumszeletekre kémiai gőzfázisú leválasztással készített amorf szilíciumréteg, finomszemcsés polikristályos szilíciumréteg és nagyobb szemcsés polikristályos szilíciumréteg dielektromos függvényét határozták meg SE mérésekből. A rétegvastagságok ellenőrzésére két független módszert: Rutherford-visszaszórást és keresztmetszeti transzmissziós elektronmikroszkópiát használtak [Jel93]. Három különböző méréskiértékelési módszert alkalmaztak, a leválasztott szilíciumrétegek felületén levő natív oxidréteget és érdesség-réteget is figyelembe vették. Az amorf szilícium optikai függvényének parametrizálására Forouhi és Bloomer által kidolgozott eljárást is alkalmazták [For86].

A 4.1.2.5. ábrán az egykristályos szilícium Aspnes és Studna által meghatározott dielektromos függvényének [Asp83], a Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilícium dielektromos függvényének [Jel93] és a Theiss és munkatársai által vizsgált pórusos szilícium [The96] dielektromos függvényének imaginárius részét látjuk.

A finomszemcsés polikristályos szilícium és a pórusos szilícium abban hasonlítanak egymásra, hogy kisméretű krisztallitokból áll mindkét anyag, a polikristályos Si esetében szemcsehatárok, a pórusos Si esetében pedig a megmaradt, bonyolult alakú szilícium felületén kialakuló natív oxid és a levegő választják el egymástól a kisméretű Si krisztallitokat.



4.1.2.5. ábra. Az egykristályos Si [Asp83], a finomszemcsés polikristályos szilícium [Jel93] és a Theiss-féle pórusos szilícium [The96] dielektromos függvényének imaginárius része a fotonenergia függvényében.

A fentiekben körvonalazott méréskiértékelési stratégiát igen sok esetben alkalmaztam – alkalmaztuk, a más célokra szánt PS réteg elkészítését követően végzett érintés- és roncsolásmentes SE mérésből a rétegvastagság (vagy alrétegvastagságok) és porozitás (porozitások) meghatározható(k) volt(ak) és a mintát máris a következő technológiai művelethez lehetett továbbítani.

Például a gyors termikus oxidációnak (Rapid Thermal Oxidation, RTO) mint passziváló műveletnek a hatásait vizsgáló kísérletben az összesen kb 4250 nm vastag PS réteget három alrétegre bontottam és az alrétegeket három komponensből állóknak tételeztem fel (egykristályos Si, Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilícium és üreg). Összesen kilenc szabad paraméter meghatározása volt a feladat [Bár94, Loh95].



4.1.3.1. ábra. A PS rétegen mért ellipszometriai spektrumot a (×) szimbólumok, a kiértékelés eredményeképpen adódott paraméterekkel számított ellipszometriai spektrumot a folytonos vonal mutatja. Az ábrabetét az optikai modell részleteit (az alrétegek vastagságait és összetételét) jeleníti meg [Rob98].

#### 4.1.3. Pórusos szilíciumréteg p+ szubsztráton

A kísérletek a Clermont-Ferrand-i Blase-Pascal Egyetemmel szervezett együttműködés keretében folytak, céljuk a PS rétegek SE és elektronspektroszkópiai vizsgálata volt. A PS mintát az MFA jogelődjében, az MTA Anyagtudományi Kutató Intézetében (ATKI) készítették, a minta előállításának első lépése a 40 keV energiájú bór ionok implantációja volt Si (100) szeletbe, ezt hőkezelés követte, majd az elektrokémiai anodizálás következett. A

spektroellipszometriai mérést a Clermond-Ferrand-i Blase-Pascal Egyetemen végezték, a kiértékelést én végeztem. Négy alréteget tartalmazó optikai modell konstruálása vált szükségessé, a mért és a számított spektrumokat a 4.1.3.1. ábra mutatja. Az ábrabetét az optikai modell részleteit jeleníti meg. A szubsztráttal határos alréteget finomszemcsés polikristályos Si és üreg keverékének tételeztem fel, a felette levő két alréteg egykristályos Si komponenst is tartalmaz, a levegővel érintkező (legfelső) réteget szilíciumdioxidnak tekintettem. Összesen kilenc szabad paraméter szerepelt a kiértékelésben. A körülbelül 2800 nm összvastagságú pórusos Si rétegben a legvastagabb alréteg (2500 nm) porozitása 63%-nak adódott [Rob98]. Figyelemreméltó, hogy ebben az alrétegben az egykristályos Si komponens térfogatszázaléka négyszer nagyobb mint a finomszemcsés polikristályos szilícium komponens térfogatszázaléka, ez a PS réteg oszlopos szerkezetével függ össze.



4.1.4.1. ábra. A legvékonyabb PS mintán mért SE spektrumot az x-szimbólumok mutatják, a folytonos vonal a kiértékelés után végzett szimulációt jeleníti meg. Az ábrabetét a kétréteges optikai modellt és a kiértékelés eredményét mutatja. A "p-Si" a Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilíciumot jelöli, a "c-Si" az egykristályos szilíciumot jelöli [Loh98a].

#### 4.1.4. A különböző időtartamú anodizálás hatása

Ebben a kísérletsorozatban az anodizálási időtartamot változtatták a minták készítői 1 s és 10 s között, a nominális porozitás ugyanaz volt mind a négy minta esetén. Az áramsűrűség állandó volt. Az elektrolithoz adagolt etilalkohol növeli a nedvesedést és elősegíti az elektrolizálás során keletkezett buborékok eltávozását. A SE méréseket D. J. Wentink végezte a Twente Egyetem Alkalmazott Fizikai Tanszékén egy saját építésű forgó polarizátoros spektroszkópiai ellipszométerrel. Kétréteges optikai modellt választottam a mért spektrumok kiértékelésére. Az alrétegeket finomszemcsés polikristályos szilícium [Jel93] és üreg keverékének tételeztem fel. Összesen négy szabad paramétert kellett meghatározni: az alrétegek vastagságait és az alrétegek üregkoncentrációit [Loh98a].



4.1.4.2. ábra. A második PS mintán mért SE spektrumot az x-szimbólumok mutatják, a folytonos vonal a kiértékelés végén végzett szimulációt jeleníti meg. Az ábrabetét a kétréteges optikai modellt és a kiértékelés eredményét mutatja. A "p-Si" a Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilíciumot jelöli, a "c-Si" az egykristályos szilíciumot jelöli.

A 4.1.4.1.-4. ábrák mutatják a mért és a számított spektrumokat, a kiértékelések eredményeit: a rétegvastagságokat valamint a finomszemcsés polikristályos szilícium és az üreg térfogatszázalékokat. A "p-Si" a Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilíciumot jelöli.



4.1.4.3. ábra. A harmadik pórusos Si mintán mért SE spektrumot az x-szimbólumok mutatják, a folytonos vonal a kiértékelés végén végzett szimulációt jeleníti meg. Az ábrabetét a kétréteges optikai modellt és a kiértékelés eredményét mutatja. A "p-Si" a Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilíciumot jelöli, a "c-Si" az egykristályos szilíciumot jelöli.

Láthatjuk, hogy az 54 - 114 nm összvastagságú rétegeket tartalmazó PS minták SE

spektrumai jól kiértékelhetők ugyanazzal az optikai modellel [Loh98a].



4.1.4.4. ábra. A negyedik (a legvastagabb) PS mintán mért SE spektrumot az x-szimbólumok mutatják, a folytonos vonal a kiértékelés végén végzett szimulációt jeleníti meg. Az ábrabetét a kétréteges optikai modellt és a kiértékelés eredményét mutatja. A "p-Si" a Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilíciumot jelöli, a "c-Si" az egykristályos szilíciumot jelöli [Loh98a].

#### 4.1.5. Oxidált pórusos szilícium szerkezetek ellipszometriai vizsgálata

Különböző paraméterbeállításokkal készített és oxidált PS rétegek SE méréseinek

kiértékelésében is sikerrel alkalmaztam a Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilícium dielektromos függvényét [Loh95, Loh00].

A PS rétegek elektrokémiai anodizálással készítették 5,1 – 6,9 Ohmcm p-típusú szilícium szeleteken az áramsűrűség 10 mA/cm<sup>2</sup> volt. A 4.1.5.1. táblázat tartalmazza a részleteket.

Az összes hőkezelést és oxidálást az erlangeni Fraunhofer Intézet (Fraunhofer Institut für Integrierte Schaltungen) vertikális kályhájában hajtottuk végre [Leh98]. Yon és munkatársainak vizsgálatai [Yon87] alapján ismeretes, hogy a 300 °C-on végzett hőkezelésnek stabilizáló hatása van, ezért az első hőkezelést 320 °C-on végeztük 15 perc hosszan 11 torr nyomású oxigéngázban. A második hőkezelést 900 °C-on végeztük 10 perc hosszan levegőn. Ez az oxidáció egykristályos szilíciumon csak 5 nm vastag szilíciumdioxid növekedéséhez vezet. Minden mintát egy ES4G típusú, SOPRA gyártmányú forgó polarizátoros spektroszkópiai ellipszométerrel vizsgáltunk meg az erlangeni Fraunhofer Intézetben.

Az ellipszometriai spektrumok kiértékelését különféle optikai modellek konstruálásával és az optikai modellek szabad paramétereinek (a PS réteg vastagsága és a szilícium különböző módosulatainak térfogatszázaléka valamint az üreg térfogatszázaléka) illesztésével hajtottam végre [Loh00]. A 4.1.5.1. ábrán a ps956 jelű mintán a hőkezelés előtt végzett SE mérés spektrumát és a kétfajta kiértékelésből származó paraméterekkel számított spektrumokat mutatom. Ismét látjuk, hogy a Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilícium és az üreg keveréke sokkal jobb illeszkedésre vezet a mért és a számított spektrumok között mint az egykristályos Si és üreg keveréke.

Mintaszám	Oldat HF : etilalkohol	Időtartam (s)	Névleges porozitás (%)
ps970	9,5 : 0,5	4	53
ps961	9,5 : 0,5	6	53
ps956	9,5 : 0,5	8	53
ps969	1,0 : 1,0	5	66
x969	1,0 : 1,0	9	66
x963	1,0:1,0	11	66

4.1.5.1. táblázat. Az elektrokémiai anodizálással készített PS minták preparálási részletei és a névleges porozitás értékei.

dc\_262\_11



4.1.5.1. ábra. A ps956 pórusos szilícium minta mért és számított ellipszometriai spektrumai [Loh00]. A mért spektrumot az "×" szimbólumok mutatják. A szaggatott vonal és a folytonos vonal két különböző egyréteges optikai modellel végzett illesztés eredményeképpen előálló spektrumot mutat. A szaggatott vonallal ábrázolt spektrum esetében a pórusos szilícium réteget egykristályos Si és üreg keverékének tekintettem. Látjuk, hogy a mért és a számított spektrumok lényeges mértékben eltérnek egymástól. A folytonos vonallal ábrázolt spektrum esetében a PS réteget finomszemcsés polikristályos szilícium [Jel93] és üreg keverékének tekintettem. Ebben az esetben a mért és a számított spektrumok nagymértékben hasonlítanak egymásra. Ezt az illeszkedés jóságának jellemzésére szolgáló  $\sigma$  mennyiség is jól mutatja, az első esetben  $\sigma = 0,295$ , az utóbbiban  $\sigma = 0,097$ .

A 4.1.5.2. táblázat az egyréteges optikai modell alapján végzett kiértékelés porozitás és rétegvastagság értékeit mutatja a mintakészítés után 7 nappal és a 320 °C-on végzett stabilizáló hőkezelés után. A PS réteget finomszemcsés polikristályos szilícium [Jel93] és üreg keverékének tekintettem. A stabilizáló hőkezelés kb 3 – 6%-kal növelte meg a porozitást.

Minta- szám	7 nappal a mintakészítés után			15 perces s (320 °C, 11	15 perces stabilizáló hőkezelés után (320 °C, 11 torr oxigén)		
	Porozitás (%)	Vastagság [nm]	σ	Porozitás (%)	Vastagság [nm]	σ	
ps970	58	52	0,06	62,2	50,8	0,06	
ps961	56,1	76	0,10	61,9	73,1	0,06	
ps956	56,7	103	0,10	61,6	99	0,08	
ps969	68,3	49,3	0,03	72,8	45,5	0,06	
x969	69,1	78,3	0,07	72,4	75,6	0,06	
x963	68,4	92	0,12	72,8	88,4	0,06	

4.1.5.2. táblázat. Az egyréteges optikai modell alapján végzett kiértékelés porozitás és rétegvastagság értékei a mintakészítés után 7 nappal és a 320 °C-on 15 percen át végzett stabilizáló hőkezelés után. A stabilizáló hőkezelés kb 3 – 6%-kal növelte meg a porozitást. A  $\sigma$  a kiértékelés jóságát mutatja, minél kisebb a  $\sigma$ , annál jobban illeszkedik a mért és a számított spektrum.

A 4.1.5.2. ábra a 320 °C-on 15 perces stabilizáló hőkezelésen és a 900 °C-on 10 perces oxidáláson átesett PS956a4 minta mért és számított SE spektrumait mutatja. A legegyszerűbb egyréteges optikai modellt választottam: egykristályos Si szubsztráton SiO<sub>2</sub> réteg. Egyetlen szabad paramétert kellett kiértékelni: a SiO<sub>2</sub> réteg vastagságát, amelyre  $111,0 \pm 0,9$  nm-t adott a és kiértékelés. Látjuk, hogy а mért számított  $\cos\Delta$ értékek az alacsony hullámhossztartományban (kb. 270 - 470 nm között) szignifikánsan eltérnek.

Optikai model	Vastagság [nm]	Összetétel	σ
a4o	$111.0 \pm 0,9$	SiO <sub>2</sub>	0.252
a4s	$110.0 \pm 0,1$	$(99,59 \pm 0,04\%)$ SiO <sub>2</sub> + $(0.41 \pm 0,04\%)$ c-Si	0.110
a4p	$110.0 \pm 0,1$	$(99,61 \pm 0,03\%)$ SiO <sub>2</sub> + $(0.39 \pm 0,03\%)$ pc-Si	0.110
a4w	$110,6 \pm 0,6$	$(86,9 \pm 0,7\%)$ SiO <sub>2</sub> + $(3,1 \pm 0,7\%)$ c-Si + $(10 \pm 3\%)$ void	0.070

4.1.5.3. táblázat. A ps956a4 minta (stabilizáló hőkezelés 320 °C-on 15 percen át, oxidálás 900 °C-on 10 percig) mért SE adatainak kiértékelése céljából konstruált egyréteges optikai modellek és a kiértékelések eredményei.

A 4.1.5.3. táblázat a ps956a4 minta (stabilizáló hőkezelés 320 °C-on 15 percen át, oxidálás 900 °C-on 10 percig) mért SE adatainak kiértékelése céljából konstruált egyréteges optikai modelleket és a kiértékelések eredményeit mutatja. A SiO<sub>2</sub> és szilícium (akár egykristályos ("c-Si"), akár a Jellison-féle finomszemcsés polikristályos ("pc-Si") szilícium) keverékének feltételezésével konstruált modell lényegesen jobb illeszkedésre vezet mint a tiszta SiO<sub>2</sub> réteg feltételezése. A legjobb illeszkedés a SiO<sub>2</sub>, egykristályos Si és üreg keverékének feltételezésével végzett kiértékelésnél adódott, ez azt jelzi, hogy az oxidáció nem volt teljes, azaz a PS réteg nem alakult át teljesen szilíciumdioxiddá.



4.1.5.2. ábra. A 320 °C-on 15 perces stabilizáló hőkezelésen és a 900 °C-on 10 perces oxidáláson átesett ps956a4 minta mért és számított SE spektruma. A SiO<sub>2</sub> réteg vastagságára 111,0 $\pm$ 0,9 nm-t adott az egyréteges optikai modellen alapuló kiértékelés [Loh00].

A PS oxidációjának a három komponens (c-Si, SiO<sub>2</sub>, üreg) között fennálló összefüggést figyelembe vevő modellje [Fri99] alapján előre jelezhető az oxidált PS réteg porozitása a PS réteg kezdeti porozitása ismeretében. Ez a modell az egykristályos Si és a SiO<sub>2</sub> atomsűrűsége közötti különbségen alapul (D<sub>Si</sub> = 4,98 atom/cm<sup>3</sup>, D<sub>siO2</sub> = 6,69 atom/cm<sup>3</sup>), ebből V<sub>siO2</sub>/V<sub>Si</sub>=2,23. (Azaz egy egységnyi szilíciumból 2,23 egységnyi SiO<sub>2</sub> jön létre az oxidáció alatt.) Ezt szem előtt tartva a térfogatszázalékokra a következőket írhatjuk:

Oxidálás előtt:  $V_{si} = 1 - p_0$ ;  $V_{siO2} = 0$ ;  $V_{void} = p_0$ ;  $(\sum V_i = 1)$ Oxidálás alatt:  $V_{si} = 1 - p_0 - X/2,23$ ;  $V_{siO2} = X$ ;  $V_{void} = p_0 - X + X/2,23$ ;  $(\sum V_i = 1)$ 

A fenti modell alapján belátható, hogy az 55%-os porozitás a maximális porozitás, amelynél teljes oxidáció esetén üregmentes réteget kapunk. Ugyanerre a következtetésre jutott Astrova és munkatársa is [Ast00].

A ps956, ps961 és ps970 jelű mintáink porozitása az 55% közelében van (lásd 4.1.5.2. táblázat). A fentiekben bemutatott (a három komponens közötti összefüggésen alapuló) modell alkalmazása a kiértékelésben 86,9% térfogatarányt ad a SiO<sub>2</sub> komponensre és 57,7%-ot a porozitás kezdeti értékére, a p<sub>0</sub>-ra, (az 57,7% jó egyezésben van a nem oxidált ps956 minta esetében mért 56,7% értékkel.) A fentiekben bemutatott modell egyenleteinek alkalmazása az egykristályos Si és az üreg térfogatarányára 3,1%-ot és 10%-ot ad. A 4.1.5.3. ábra mutatja a 320 °C-on 15 perces stabilizáló hőkezelésen és a 900 °C-on 10 perces oxidáláson átesett PS956a4 minta mért és számított SE spektrumait a három komponens közötti összefüggésen alapuló kiértékelés alkalmazása esetén.

A nagyobb kezdeti porozitásértékekkel jellemzett mintákból az x963a4 minta kiértékelését mutatom be. A 4.1.5.4. táblázat a mért SE adatok kiértékelése céljából konstruált egyréteges optikai modellek és a kiértékelések eredményeit mutatja. A SiO<sub>2</sub> réteg feltételezésével végzett kiértékelést magas  $\sigma$  érték (0,302) jellemzi, ez jelzi, hogy a kiértékelés nem megfelelő. A SiO<sub>2</sub> és üreg keverék feltételezésével végzett kiértékelés lényeges csökkenésre vezetett a  $\sigma$  értékét illetően (0,052). E kiértékelés spektrumait a 4.1.5.4. ábrán mutatom be. Fogalmazhatunk úgy is, hogy kb 23%-os porozitású pórusos SiO<sub>2</sub> réteget tudtunk előállítani.



4.1.5.3. ábra. A 320 °C-on 15 perces stabilizáló hőkezelésen és a 900 °C-on 10 perces oxidáláson átesett ps956a4 minta mért és számított SE spektruma a három komponens közötti összefüggésen alapuló kiértékelés alkalmazása esetén [Loh00].

Optikai modell	Vastagság	Összetétel	σ
a4o	$77,3 \pm 0,5$	SiO <sub>2</sub>	0.302
a4v	$89,5 \pm 0,5$	$(77,5 \pm 0,7\%)$ SiO <sub>2</sub> + (22,5 ± 0,7%) void	0.052

4.1.5.4. táblázat. A x963a4 minta (stabilizáló hőkezelés 320 °C-on, oxidálás 900 °C-on 10 percig) mért SE adatainak kiértékelése céljából konstruált egyréteges optikai modellek és a kiértékelések eredményei.

dc\_262\_11



4.1.5.4. ábra. A 320 °C-on 15 perces stabilizáló hőkezelésen és a 900 °C-on 10 perces oxidáláson átesett x963a4 minta mért és számított SE spektruma a SiO<sub>2</sub> és üreg keverék feltételezése esetén [Loh00].

Olyan módon is teszteltem a keverékek feltételezésével végzett méréskiértékelési módszert, hogy magas hőmérsékleten oxidált Si egykristályon végeztem SE mérést, a SiO<sub>2</sub> réteg feltételezésével végrehajtott kiértékelés 140 nm rétegvastagságot adott. Ezután feltételeztem, hogy a réteg SiO<sub>2</sub> és üreg keveréke, ekkor az üreg térfogszázalékára  $0.00 \pm 0.08\%$  adódott, a  $\sigma$  értékében nem volt változás. SiO<sub>2</sub> és egykristályos Si keveréket is feltételeztem, ebben az esetben  $0.00 \pm 0.02\%$  adódott az egykristályos Si térfogatszázalékára, a  $\sigma$  értéke

megint változatlan maradt.

#### 4.1.6. Megvilágítás mellett anodizált PS réteg vizsgálata

Világító diódák készítése céljából az anodizálás alatt megvilágították az 5,1 – 6,9 Ohmcm ellenállású szilíciumot. Az SE vizsgálatra szánt minta esetében 1 percig tartó anodizálást alkalmaztak [Mol99]. Sok próbálkozás után öt alrétegből álló optikai modellt konstruáltam, az alrétegeket Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilícium (p-Si, [Jel93]) és üreg keverékének tekintettem, a meghatározandó paraméterek száma tíz volt. A porozitás a mélység függvényében nagymértékben változik, ahogy az a 4.1.6.1. ábrán látható.



4.1.6.1. ábra. Megvilágítás mellett anodizált PS réteg mért és számított ellipszometriai spektruma. Az ábrabetét az alrétegek vastagságát és porozitását mutatja.

#### 4.1.7. Ionimplantációval részlegesen rendezetlenné alakított szilíciumrétegek

A plazmaimmerziós ionimplantációval módosított szilíciumrétegek SE vizsgálata során konstruált és a Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilícium dielektromos függvényét is tartalmazó optikai modelleket [Loh98c] egy másik fejezetben ismertetem (4.2.2.2.).

A hagyományos ionimplantációval módosított szilíciumrétegek esetében a viszonylag könnyű ionokkal (például nitrogénmolekula-ion) végzett viszonylag nagyenergiájú besugárzások (például 400 keV) során keletkeztek olyan rácshiba-profilok, amelyek spektroellipszometriai vizsgálatakor a Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilícium dielektromos függvényét [Jel93] is tartalmazó optikai modellek konstruálása vezetett sikerre [Loh97a, Loh98b, Pet98].

A fluencia (régebben dózis) mértékegysége az ion/cm<sup>2</sup> mennyiség. A 10<sup>14</sup> ion/cm<sup>2</sup> fluencia közepes értéknek tekinthető, így ha veszünk egy 1 cm<sup>2</sup> felületet, amely 10<sup>14</sup> (nm)<sup>2</sup>, akkor 10<sup>14</sup> ion/cm<sup>2</sup> fluencia implantálása azt jelenti, hogy átlagban minden 1 (nm)<sup>2</sup> területű felületbe egy ion csapódik be és pályája során sok céltárgyatommal ütközik, sok rácshibát hoz létre. Tehát már közepes fluencia implantálása is jelentősen módosítja a céltárgyként szereplő egykristály szerkezetét ha a primér rácshibákat tekintjük (itt most a szobahőmérsékleten zajló rácshiba-kölcsönhatásokat, kihőkezelődéseket nem vesszük számításba). Felfoghatjuk az ionok behatolása következtében az egykristályos céltárgyban lezajlott változásokat úgy is, hogy a rácshibákban gazdag tartományok elválasztják egymástól a kisméretű, egykristályos szerkezetű tartományokat. Egykristályos Si céltárgy esetén az ionimplantációval részlegesen rendezetlenné alakított Si bizonyos mértékben hasonlít a finomszemcsés polikristályos szilíciumra.

Kérésemre az MTA RMKI nehézion-kaszkád ionimplanterével 400 keV energiájú nitrogénmolekula-ionokat implantáltak szobahőmérsékleten Si egykristályokba, a fluencia 2,5x10<sup>14</sup> és 4x10<sup>16</sup> ion/cm<sup>2</sup> határok között változott. A mintákat egyrészt csatornahatással kombinált Rutherford-visszaszórással vizsgáltuk 1,5 MeV energiájú hélium ionokat alkalmazva, a szórási szög 165° és 97° volt (ez utóbbi esetben a mélységfelbontás körülbelül 5 nm volt), másrészt SE méréseket végeztük Erlangenben (Fraunhofer Institut für Integrierte Schaltungen) egy SOPRA gyártmányú, ES4G típusú spektroellipszométerrel a 270 – 850 nm hullámhossztartományban [Loh97a].

A 4.1.7.1. ábra a csatornahatással kombinált Rutherford-visszaszórási mérés eredményeit mutatja 97° szórási szög esetén, az ábrabetét pedig a 165° szórási szögnél mért csatornázott spektrumokból kiértékelt rácshibakoncentráció mélységeloszlását. Négy különböző fluenciával implantált minta spektrumait látjuk.

54



4.1.7.1. ábra. A csatornahatással kombinált Rutherford-visszaszórási mérés eredményei 97° szórási szög esetén, az ábrabetétben pedig a 165° szórási szögnél mért csatornázott spektrumokból kiértékelt rácshibakoncentráció mélységeloszlásait látjuk, a hisztogrammok pedig az ellipszometriai kiértékelés eredményét mutatják. Négy különböző fluenciával implantált mintát vizsgáltunk, a 97° szórási szög esetén pedig egy implantálatlan tiszta Si egykristályon mért csatornázott spektrumot is mutatok összehasonlítási céllal (Virgin – folytonos vonal) [Loh97a].

A 97° szórási szögnél mért csatornázott spektrumokban a 260 és 280 csatornaszámok között látható csúcsok az úgynevezett anomális felületi amorfizációt mutatják az implantált minták esetében: a natív oxidréteg alatt a fluencia növekedtével monoton módon növekvő vastagságú amorf Si réteggé alakul az egykristályos Si, a fluencia növekedésével monoton növekvő területű csúcsot látunk. (Ennek a jelenségnek a részletes vizsgálatát egy másik fejezetben mutatom be (4.2.1.)). Az implantálatlan tiszta Si egykristályon mért csatornázott spektrumon két csúcsot figyelhetünk meg: a körülbelül 270 csatornaszámnál látható csúcs az úgynevezett Si felületi csúcs, a körülbelül a 208 csatornaszámnál jelentkező kisebb csúcs a natív felületi oxid oxigénatomjairól visszaszóródott hélium ionok által generált csúcs, ezt "O"-val jelöltük.

Az ábrabetétben a 165° szórási szögnél mért csatornázott spektrumokból kiértékelt rácshibakoncentráció mélységeloszlását látjuk a  $2x10^{16}$  és  $4x10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> fluenciával implantált minták esetén. A csúcsok középpontja körülbelül a 480 nm mélységnél van. A  $2x10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> fluenciával végzett ionimplantáció esetén a 480 nm-nél a rácshibakoncentráció még nem érte el a 100%-ot, tehát csak részlegesen rendezetlen réteg jött létre. A  $4x10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> fluenciával végzett ionimplantáció esetén a 480 nm-nél a rácshibakoncentráció elérte a 100%-ot, a csúcs félértékszélessége nagyjából a kétszeresére növekedett az előző esethez képest. Ennél a  $4x10^{16}$ ion/cm<sup>2</sup> fluenciaértéknél a beimplantált nitrogénionok lefékeződése olyan sok rácshibát hozott létre hogy egy úgynevezett eltemetett amorf réteg jött létre.

A SRIM-2008.4 programmal elvégzett szimuláció 200 keV energiájú nitrogénionokra (hiszen a nitrogénmolekula-ion a céltárgyba csapódáskor két nitrogénionra vagy atomra szakad és átlagosan 400 keV / 2 = 200 keV energiával folytatja útját mindegyik részecske), teljes kaszkád ("Full Cascades") számítási mód választása esetén a vetített hatótávolságra (Projected Range) 455 nm-t ad, a stragglingre 90 nm-t és egy nitrogénion átlagosan 1150 vakanciát kelt. Tehát a csatornázott ionsugaras mérés spektrumában a 480 nm mélységnél látható csúcsok helye jó közelítéssel a 200 keV energiájú nitrogénionok hatótávolságának felel meg.

Az ellipszometriai spektrumok kiértékelését először a 270 – 420 nm hullámhossztartományban végeztem el, ebben a tartományban az úgynevezett optikai behatolási mélység még egykristályos Si esetén sem haladja meg a 200 nm-t. Ez azt jelenti, hogy a 200 nm-nél mélyebben levő rétegekről, így az eltemetett amorf rétegről nem érkezik vissza parciális fényhullám. Ezért tehát az eltemett amorf réteget nem kell beépíteni az optikai modellbe. Így egy egyszerű, kétréteges optikai modellel tudtam a kiértékelést végrehajtani: a félvégtelen szubsztrátot most egykristályos Si és a Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilícium keverékének tekintettem. A szubsztráttal szomszédos réteg az anomális felületi amorfizációból származó amorf szilíciumréteg, ennek a leírására a Fried Miklóssal és munkatársaival együtt az ionimplantációval amorfizált Si esetére meghatározott dielektromos függvényt választottam [Fri92]. Három meghatározandó paraméter szerepelt ebben a modellben: a szubsztrátban szereplő Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilícium [Jel93] térfogatszázaléka, az anomális amorfizáció miatt létrejött amorfizált szilíciumréteg vastagsága és a felületi natív oxidréteg vastagsága, amelynek törésmutatójául a sztöchiometrikus SiO<sub>2</sub> törésmutatóját választottam. A mért és a számított spektrumok az optikai modellt ábrázoló ábrabetéttel együtt a 4.1.7.2. ábrán láthatóak.



4.1.7.2. ábra. A 400 keV energiájú nitrogénmolekula-ionokkal 1x10<sup>16</sup>, 2x10<sup>16</sup> és 4x10<sup>16</sup> ion/cm<sup>2</sup> fluenciával ionimplantált szilíciumminták mért és számított ellipszometriai spektrumai. A mért spektrumot a "×" szimbólumok mutatják. A pontozott és a szaggatott vonalak a kétréteges optikai modellel történt illesztés eredményeképpen előálló spektrumokat mutatják. Az optikai modellt ábrázoló ábrabetétben az "a-Si" az ionimplantációval amorfizált Si réteget jelenti [Fri92a], a "p-Si" a Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilícium dielektromos függvényével leírt komponenst [Jel93], a c-Si pedig az egykristályos szilícium dielektromos függvényével leírt komponenst jelöli. A folytonos vonallal ábrázolt spektrum az összehasonlítási céllal mért és kiértékelt implantálatlan tiszta Si esetében a méréskiértékelés után számított spektrumot mutatja. Ebben az esetben a kiértékelést természetesen egy egyrétegű optikai modell alapján végeztem. A mért és a számított spektrumok igen jól hasonlítanak egymásra [Loh97a].

A 270 – 825 nm közötti hullámhossztartományban végzett kiértékelést a 4.1.7.3. ábrán

mutatom be, itt csak a  $4x10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> fluenciával ionimplantált szilíciumminta mért és számított spektrumait mutatom az ötréteges optikai modellel együtt.



4.1.7.3. ábra. A 400 keV energiájú nitrogénmolekula-ionokkal 4x10<sup>16</sup> ion/cm<sup>2</sup> fluenciával ionimplantált szilíciumminta mért és számított ellipszometriai spektrumai. A mért spektrumot a "×" szimbólumok mutatják. A folytonos vonalak az ötréteges optikai modellel történt illesztés eredményeképpen előálló spektrumokat mutatják. Az optikai modellt ábrázoló ábrabetétben az "a-Si" az ionimplantációval amorfizált szilícium réteget jelenti[Fri92a], a "p-Si" a Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilícium dielektromos függvényével [Jel93] leírt komponenst jelöli. A mért és a számított spektrumok igen jól hasonlítanak egymásra [Loh97a].

Összesen hét meghatározandó paraméter szerepelt az optikai modellben: az öt rétegvastagság és a térfogatszázalékok a keverékrétegek esetén. A legvastagabb alréteg az anomális felületi amorfizációból származó vékony (3,6 nm) amorf réteg és az eltemetett amorf réteg leírására szolgáló egyik réteg (a 28 nm vastag) között levő kb 357 nm vastagságú keverékréteg, amelynek összetételére 33 térfogatszázalék Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilícium [Jel93] és 67 térfogatszázalék egykristályos Si adódott a kiértékelés eredményeképpen [Loh97a].

Visszatérve a 4.1.7.1. ábrára, az ábrabetétben a hisztogrammok az ellipszometriai kiértékelés eredményét mutatják. A folytonos vonallal rajzolt hisztogramm a legnagyobb fluenciával (4x10<sup>16</sup> ion/cm<sup>2</sup>) implantált minta esetén az eltemett amorf réteg leírására szolgáló két réteget szimbolizálja, a hisztogrammnak az origó felé eső "válla" a vékonyabb (28 nm), 37 térfogatszázalék ionimplantált amorf szilíciumot és 63 térfogaszázalék egykristályos szilíciumot tartalmazó réteget szimbolizálja, a 100%-ig felérő részlet pedig a 133 nm vastag teljesen amorf réteget jeleníti meg. A szaggatott vonallal ábrázolt hisztogram a 2x10<sup>16</sup> ion/cm<sup>2</sup> fluenciával implantált minta SE kiértékelésének eredményét szimbolizálja, ebben az esetben egy négyréteges optikai modell konstruálására volt szükség (natív oxid, az anomális felületi amorfizációból származó vékony amorf réteg, Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilíciumból és egykristályos szilíciumból álló keverékréteg, az eltemetett, részben amorfizált tartomány leírására szolgáló réteg és az egykristályos szilícium szubsztrát) [Loh97a].

#### 4.1.8. Összefoglalás és tézispont

Idézek Fried Miklós "Az ionimplantáció és hőkezelés hatása a félvezetők szerkezetére és optikai tulajdonságaira" című MTA doktori értekezésének (MTA MFA, 2001.) a pórusos szilíciumrétegek ellipszometriai vizsgálatával foglalkozó fejezetéből: "Lohner Tivadar javaslatára az egykristályos szilícium mellett az ún. finomszemcsés polikristályos szilícium dielektromos függvényét is (JEL93) is figyelembe vesszük, összekeverve üregekkel." A fenti mondat explicite megnevezi a javaslattevőt. Az előző alfejezetekben számos kísérletet ismertettem, amelyekben a Jellison-féle finomszemcsés polikristályos szilícium dielektromos függvénye lényeges szerepet játszott a PS rétegek és az ionimplantációval részlegesen rendezetlenné alakított szilícium rétegek mért ellipszometriai spektrumainak kiértékelésében.

Tézispont: Elsőként javasoltam, hogy elektrokémiai anodizálással készített pórusos szilícium rétegek és ionimplantációval részlegesen rendezetlenné alakított szilícium rétegek ellipszometriai spektrumainak kiértékelésekor az egykristályos szilícium, az amorf vagy az ionimplantációval amorfizált szilícium és a levegő mellett az úgynevezett finomszemcsés polikristályos szilícium Jellison és munkatársai által meghatározott dielektromos függvényét is figyelembe véve, többkomponensű keveréket építsünk az optikai modellekbe [Bár94, Loh95, Váz95a, Váz95b, Fri96, Bár97, Loh97a, Fri98, Loh98a, Loh98b, Loh98c, Pet98, Rob98, Loh00, Pol00, Pol01, Fri01]. A finomszemcsés polikristályos szilícium dielektromos függvényét is tartalmazó optikai modellel végrehajtott kiértékelések az esetek túlnyomó többségében szignifikánsan jobb illeszkedésre vezettek a mért és illesztett spektrumok között mint a nélküle végrehajtott kiértékelések nemcsak a frissen készített pórusos szilícium rétegek, hanem a stabilizáló, oxidáló hőkezelésen átesett rétegek esetében is [Fri96, Loh00].

# dc\_262\_11 4.2. Az ionimplantáció hatásainak vizsgálata 4.2.1. A felületi amorfizáció és a nukleáris fékeződési energia

#### ------

#### 4.2.1.1. Bevezetés, előzmények, motiváció

A nagy sebességű ionok hatására a szilárdtestekben kialakuló rácskárosodás és amorfizáció a nagyszámú atomi ütközés során létrejövő rácshibák (intersticiális atomok, vakanciák, divakanciák, stb) diffúziója és kölcsönhatása eredményeképpen alakul ki. A rácskárosodás és az amorfizáció finomabb részleteinek vizsgálata napjainkban is intenzív kutatási terület [Hsu10, Mat10, Gar11, Imp11].

Amíg a hatótávolság környezetében kialakuló amorfizáció értelmezhető elméleti modellek alapján, addig a kísérletileg kimutatott felületi amorfizációra [Tho80, Loh83, Loh84, Loh93, Loh94a, Tit96] nem született általánosan elfogadott értelmezés, ezért indokolt a jelenség szisztematikus vizsgálata. A rácskárosodás a kristályszerkezet megváltozásán keresztül az optikai tulajdonságokat is módosítja, így érzékeny optikai módszerek mint például az ellipszometria alkalmassá tehető a roncsoltság mélységfüggésének kvantitatív meghatározására is.

Az anomális felületi amorfizáció jelenségére már 1982-ben felfigyeltem, több kísérletet is végeztem, a kandidátusi értekezésem [Loh94k] egyik tézispontja így hangzott:

Könnyű ionokkal implantált szilícium esetében a dózis növekedtével a felületen levő natív oxidréteg alatt egy növekvő vastagságú, de igen vékony (néhány nm) amorf szilíciumréteg keletkezik. Bizonyítottam, hogy az ellipszometria különösen alkalmas e jelenség vizsgálatára [Loh83, Loh84, Loh93, Loh94a].

A jelenséget a 4.2.1.1.1. ábrán mutatom be, amelyen 40 keV energiájú bór ionokkal szobahőmérsékleten 1x10<sup>16</sup> ion/cm<sup>2</sup> fluenciával implantált és plazmamart szilícium minta nagy mélységfelbontású csatornázott (telt körök) és véletlenirányú ionvisszaszórási spektrumokat (telt négyzetek) látunk [Loh84, Loh94k]. Összehasonlítási céllal mutatok egy implantálatlan szilíciummintán mért csatornázott spektrumot is (üres körök). A baloldali ábrabetét a nagy mélységfelbontást biztosító szórási geometriát mutatja. Az implantált és plazmamart minta csatornázott spektrumában látjuk, hogy a bórionok lefékeződése következtében kialakult rácshibák sűrűsége körülbelül a 140 nm mélységben ér el maximumot. A SRIM program a bór ionok vetített hatótávolságára 135 nm-t, a stragglingre 40 nm-t ad, tehát a beimplantált bór

ionok lefékeződési és nyugalomba jutási tartományát jelzi a 140 nm mélységnél észlelt csúcs a csatornázott spektrumban. A felületnél viszont egy jóval nagyobb amplitúdójú és területű csúcsot látunk, mint az implantálatlan szilícium esetében mért felületi csúcs. Ez a nagyobb amplitúdójú és területű csúcs jelzi, hogy egy vékony, de jelentős mértékben rendezetlen réteg alakult ki. A korábban végzett egyhullámhosszas ellipszometriai mérés és szimuláció azt mutatta, hogy kb 4 nm vastag réteg amorfizálódott [Loh84, Loh94k].



4.2.1.1.1. ábra. Nagy mélységfelbontású csatornázott (telt körök) és véletlenirányú ionvisszaszórási spektrumok (telt négyzetek) 40 keV energiájú bórionokkal implantált és plazmamart szilícium mintán. Összehasonlítási céllal mutatok egy implantálatlan Si mintán mért csatornázott spektrumot is (üres körök). A baloldali ábrabetét a nagy mélységfelbontást biztosító szórási geometriát mutatja.

Akkor nem tudtam választ adni arra a kérdésre, hogy a felgyorsított könnyű ionoknak (bór, nitrogén) az egykristályos szilíciumban lezajló lefékeződése során mi okozza az anomális felületi amorfizációt, a lefékeződést jellemző fizikai mennyiségek milyen kapcsolatban vannak az amorfizálódott felületi réteg vastagságával, így a kutatómunkát tovább folytattam.

Jároli és munkatársai kobalt ionokkal implantált zafír egykristály felületén is észleltek

vékony, nagymértékben rácskárosodott réteget [Jár96].

### 4.2.1.2. Új kísérletek

Az anomális felületi amorfizációt okozó folyamatok részletes megismerése céljából Ne<sup>+</sup>, Si<sup>+</sup>, Ar<sup>+</sup>, Kr<sup>+</sup> és Xe<sup>+</sup> ionokat implantáltattam széles energiatartományban (150 – 1400 keV) és tág fluenciahatárok között szobahőmérsékleten egykristályos szilíciumba az MTA RMKI Nehéz Ion Kaszkád ionimplanterrel. Csatornahatással kombinált nagy mélységfelbontású ionvisszaszórással határoztuk meg a felületi roncsolt réteg vastagságát a dózis függvényében [El-96, Loh96, Loh99].



4.2.1.2.1. ábra. Random és <100> orientált RBS spektrumok a 800 keV energiájú  $Ar^{2+}$ -ionokkal, különböző fluenciával implantált szilícium mintákról.

A SRIM programmal végzett szimulációs számítás 800 nm-t ad a 800 keV energiájú argon ionok hatótávolságára szilíciumban. Nagyjából ebben a mélységben látjuk a 4.2.1.2.1. ábrán a dózis növekedésével felnövő rendezetlenség-csúcsot, amely valahol a 3,2x10<sup>14</sup>/cm<sup>2</sup> és a 12,5x10<sup>14</sup>/cm<sup>2</sup> fluencia között éri el a random szintet.

A nagy mélységfelbontást lehetővé tevő szórási geometriával végzett kísérlet mutatja (4.2.1.2.2. ábra), hogy a szilícium felületén is látunk a dózis növekedésével felnövő rendezetlenség-csúcsot. A minta felületén található oxigén atomok száma is növekedést mutat a

fluencia növekedésével, az ábrán az "O" betű és a belőle kiinduló nyíl a minta felületén levő oxigénatomoktól származó csúcsra mutat. Ennek oka az lehet, hogy az ionbombázás hatására keletkező kráterek [Wil88] fala megnöveli a szilícium minta felületét és ezen a megnövekedett felületen is végbemegy a szobahőmérsékleten megfigyelt oxidáció, amely átlagosan 2-3nm vastag oxidréteget hoz létre a mikroelektronikai célokra gyártott és gondosan polírozott egykristályos szilícium szeleteken. Az oxigénatomok megnövekedett számának egy másik oka a belökéses (knock-on) implantáció lehet: a közepes és nagy fluenciájú implantációnál a minta felületén levő natív oxid rétegből az oxigén atomokat is mélyebbre lökik a nagy sebességű ionok, a minta felületén viszont újraképződik az egyensúlyi natív oxidréteg. A ionvisszaszórásos módszer a mélyebbre lökött oxigén atomokat is érzékeli.



4.2.1.2.2. ábra. Random és <100> orientált nagy mélységfelbontású RBS spektrumok a 800 keV energiájú  $Ar^{2+}$ -ionokkal, különböző fluenciával implantált szilícium mintákról. Az "O" betű és a belőle kiinduló nyíl a minta felületén levő oxigénatomoktól származó csúcsra mutat.

Az argon ionokkal implantált mintákon a Twente Egyetemen Herbert Woormester végzett spektroellipszometriai méréseket a 275 – 650 nm hullámhossz-tartományban egy forgó polarizátoros saját építésű berendezéssel. A méréskiértékelést a Pennsylvania Egyetemen kifejlesztett FORTRAN programmal (M2) végeztem. Az optikai modell a natív oxidrétegből, az ionimplantációval teljesen amorfizált vékony szilíciumrétegből és egy kissé rendezetlen félvégtelen szilícium tartományból állt. A vékony amorfizált szilíciumréteg dielektromos függvényeként az általunk korábban meghatározott, ionimplantációval teljesen amorfizált

szilícium dielektromos függvényét használtam [Fri92a]. Három meghatározandó paraméter szerepel az optikai modellben: a natív oxidréteg vastagsága, a teljesen amorfizált vékony felületközeli szilíciumréteg vastagsága és a kissé rendezetlen félvégtelen szilíciumban a rendezetlen fázis térfogatszázaléka. A mért és a kiértékelés eredményei alapján számított ellipszometriai spektrumok a 4.2.1.2.3. ábrán láthatók, összehasonlításként egy implantálatlan (tiszta) szilíciumminta mért és számított spektrumát is bemutatom. Ebben a munkában az ionimplantáció hatására létrejövő felületi amorfizációt terveztem vizsgálni, ezért a SE spektrumok kiértékelését csak a 275 – 420 nm hullámhossz-tartományban végeztem el, mert a 650 nm-ig terjedő tartományban már az eltemetett rendezetlen vagy amorfizált rétegből származó hatások is megjelentek volna, megnehezítve a kiértékelést.



*4.2.1.2.3.* ábra. Mért és illesztett ellipszometriai spektrumok a 800 keV energiájú argon ionokkal implantált szilícium mintákon.

A 4.2.1.2.1. táblázatban szerepeltettem az argon ionokkal implantált szilícium minták

SE és ionsugaras analitikai mérési eredményeiből meghatározott rétegvastagságokat (a felületi amorf szilíciumrétegre és a felületi oxidrétegre vonatkozóan). A legnagyobb fluenciájú Ar<sup>2+</sup> besugárzás esetén esik csak egybe a nagy mélységfelbontású csatornázott mérésnél a felületi rendezetlen szilíciumrétegtől származó csúcs a véletlenirányú beesésnél mért hozammal, tehát csak ebben az esetben állíthatjuk a csatornázott ionvisszaszórási mérésre alapozva, hogy a felületi rendezetlen szilíciumréteg amorf. A kisebb fluenciájú besugárzásoknál feltételezzük, hogy ez a rendezetlen szilíciumréteg amorf. Ezt a SE kiértékelés is megerősíti.

Ion	Fluencia	D <sub>a-Si</sub> [nm]		D <sub>oxid</sub> [nm]		σ (10-2)
(Energia)	$[10^{14}/cm^2]$	SE	RBS	SE	RBS	
	Implan- tálatlan	-	-	2,4 ± 0,1	2,0 ± 0,3	0.60
Si <sup>+</sup>	1,25	-	$0,36 \pm 0,37$	-	$1,7 \pm 0,4$	-
(200  keV)	3,1	-	$0,\!46 \pm 0,\!38$	-	2,1 ± 0,4	-
	6,2	-	1,1 ± 0,6	-	2,5 ± 0,8	-
	12	4,5 ± 2	$2,9 \pm 0,8$	$2,5 \pm 0,2$	$1,8 \pm 1,1$	0,72
	1,6	$0,44 \pm 0,17$	$0,46 \pm 0,27$	$2,4 \pm 0,3$	$1,52 \pm 0,32$	1,08
	3,2	$0,76 \pm 0,2$	$0,80 \pm 0,25$	$1,5 \pm 0,2$	$1,\!28 \pm 0,\!27$	0,84
	6,3	$0,95 \pm 0,2$	$0,70 \pm 0,25$	$2,3 \pm 0,3$	$1,9 \pm 0,3$	1,15
$Ar^{2+}$	12,5	2,0±0,3	2,0 ± 0,3	$2,6 \pm 0,4$	2,0 ± 0,3	1,37
(800 KeV)	25	4,6 ± 0,3	$4,4 \pm 0,3$	$2,3 \pm 0,3$	1,6 ± 0,3	1,07
	37,5	$5,8 \pm 0,3$	$5,0 \pm 0,3$	$2,8 \pm 0,2$	$2,7 \pm 0,3$	0,95
	50	$14,7 \pm 1,0$	$11,4 \pm 0,5$	$8,5 \pm 0,2$	$4,9 \pm 0,7$	1,54
Kr <sup>2+</sup> (900 keV)	0,5	-	$0,78 \pm 0,21$	-	0,95 ± 0,21	-
	1	-	$0,88 \pm 0,26$	-	$1,5 \pm 0,3$	-
	2	-	$3,2 \pm 0,3$	-	$1,23 \pm 0,37$	-
	2,5	-	$3,3 \pm 0,3$	-	0,81 ± 0,27	-
	4	-	$8,2 \pm 0,4$	_	$1,5 \pm 0,5$	-

4.2.1.2.1. táblázat. Az ionimplantációs energia, a fluencia	a, a spektroellipszometriai (SE) és az
ionsugaras mérésekből (RBS) meghatározott mennyiségek	k: D <sub>a-Si</sub> , a vékony felületközeli teljesen
amorf szilíciumréteg vastagsága, Doxide, a natív oxidréte	eg vastagsága és az illesztés jóságát
jellemző σ mennyiség.	

A vékony felületközeli teljesen amorfizált szilíciumréteg kétféle módszerrel (ionsugaras és spektroellipszometriai módszerrel) meghatározott vastagságai (D<sub>a-Si</sub>) jó egyezést mutatnak. A natív oxidréteg vastagságokat tekintve az argon ionokkal implantált minták legnagyobb

fluenciájú esetében látunk jelentősebb eltérést. Itt feltehetően már jelentős mennyiségű kráter képződött a felületen és az ellipszometriai mérés kiértékelése során a felületi réteg vastagsága a kráterek aljától a kráterek tetejéig veendő, e felületi réteg pedig három komponensből áll: natív szilíciumoxid, Si és levegő (üreg). Ezért várható, hogy ebben az esetben az ellipszometriai módszer nagyobb vastagságot ad a felületi rétegre mint az ionsugaras analitikai módszer. A 900 keV energiájú Xe<sup>2+</sup> ionokkal implantált minták szokásos és nagy mélységfelbontású csatornázott és véletlenirányú visszaszórási spektrumait a 4.2.1.2.4. ábrán látjuk.



4.2.1.2.4. ábra. (a) Random és <100> orientált nagy mélységfelbontású RBS spektrumok a 900 keV energiájú  $Xe^{2+}$ -ionokkal, különböző dózissal implantált szilícium mintákról. Az "O" betű és a belőle kiinduló nyíl a minta felületén levő oxigénatomoktól származó csúcsra mutat. (b) Random és <100> orientált szokásos szórási geometriájú RBS spektrumok a 900 keV energiájú  $Xe^{2+}$ -ionokkal, különböző dózissal implantált szilícium mintákról.

A 900 keV energiájú Xe<sup>2+</sup> ionokkal implantált minták SE méréseiből és a kiértékelésekből származó spektrumokat a 4.2.1.2.5. ábrán mutatom be.



4.2.1.2.5. ábra. 900 keV energiájú xenonionokkal implantált szilíciumminták mért és számított ellipszometriai spektrumai. A 0,54x10<sup>14</sup> fluenciával implantált minta mért spektrumát keresztekkel, a 0,93x10<sup>14</sup> ion/cm<sup>2</sup> fluenciával implantált minta mért spektrumát pedig nyitott háromszögekkel ábrázoltam. Összehasonlítás céljából egy implantálatlan sziliciummintán is végeztem mérést, ezt a spektrumot nyitott körök jelenítik meg, a számított spektrumot folytonos vonal jeleníti meg. A pontozott és a szaggatott vonalak a kétréteges optikai modellel történt illesztés eredményeképpen előálló spektrumokat mutatják.

A 4.2.1.2.2. táblázatban szerepeltetem a xenon ionokkal implantált szilícium minták SE és ionsugaras analitikai mérési eredményeiből meghatározott rétegvastagságokat (a felületi amorf szilíciumrétegre és a felületi oxidrétegre vonatkozóan).

Ion (Energia)	Fluencia	D <sub>a-Si</sub> [nm]		D <sub>oxid</sub> [nm]		σ (10-3)
	$[10^{13}/\text{cm}^2]$	SE	RBS	SE	RBS	
	Implan- tálatlan	-	-	$2,2 \pm 0,05$	1,4 ± 0,2	4,2
Xe <sup>2+</sup> (900 keV)	5,4	$0,60 \pm 0,05$	$1.09 \pm 0,25$	$2.3 \pm 0,05$	$1.0 \pm 0.3$	2,6
	9,3	$1,10 \pm 0,05$	$1.46 \pm 0.36$	$2.0 \pm 0,05$	$1.7 \pm 0.5$	2,3
	4,2	-	$0.4 \pm 0,1$	-	$1,3 \pm 0,2$	-
Xe3 <sup>+</sup> (1400 keV)	5.0	-	$0.7 \pm 0,1$	-	$1,5 \pm 0,2$	-
	6,7	-	$1.1 \pm 0,1$	-	$1,5 \pm 0,2$	-
	7,5	-	$1.0 \pm 0,1$	-	$1,4 \pm 0,2$	-

4.2.1.2.2. táblázat. A 900 keV és 1400 keV energiájú xenon ionokkal végzett kísérletek ionimplantálási adatai (energia és fluencia), az ionsugaras analitikai mérésekből (RBS) és a SE mérésekből kiértékelt amorf szilícium rétegvastagság ( $D_{a-Si}$ ) valamint szilíciumdioxid rétegvastagság ( $D_{oxid}$ ), a  $\sigma$  az ellipszometriai kiértékelés jóságát jellemzi.

A 150 keV energiájú Ne<sup>+</sup> ionokkal implantált minta szokásos és nagy mélységfelbontású csatornázott és véletlenirányú ionvisszaszórási spektrumait a 4.2.1.2.6. ábrán látjuk.

A 150 keV energiájú Ne<sup>+</sup> ionokkal implantált minta SE méréséből és a kiértékelésből származó spektrumokat a 4.2.1.2.7. ábrán mutatom be.

A 4.2.1.2.3. táblázatban szerepeltetem a neon ionokkal implantált szilícium minta SE és ionsugaras analitikai mérési eredményeiből meghatározott rétegvastagságokat (a felületi amorfizált szilíciumrétegre és a felületi oxidrétegre vonatkozóan).



4.2.1.2.6. ábra. Felső részábra: random és <100> irányba csatornázott szokásos szórási geometriájú RBS spektrumok a 150 keV energiájú Ne<sup>+</sup>-ionokkal implantált szilícium mintákról. Az "O" betű és a belőle kiinduló nyíl a minta felületén levő oxigénatomoktól származó csúcs helyére mutat. Alsó részábra: random és <100> irányba csatornázott nagy mélységfelbontású RBS spektrumok a 150 keV energiájú Ne<sup>+</sup>-ionokkal implantált szilícium mintákról. A "csat. szűz" karaktersorozattal jelölt szaggatott vonal egy tiszta Si mintán végzett csatornázott mérés spektrumát mutatja.

dc\_262\_11



4.2.1.2.7. ábra. Az  $1x10^{15}$  ion/cm<sup>2</sup> fluenciával, Ne<sup>+</sup> ionokkal implantált szilíciumminta mért és számított ellipszometriai spektrumai. A mért spektrumot a "×" szimbólumok mutatják. A pontozott-szaggatott vonalak a kétréteges optikai modellel történt illesztés eredményeképpen előálló spektrumokat mutatják. Az optikai modellt ábrázoló ábrabetétben az "a-Si" az ionimplantációval amorfizált szilícium réteget jelenti [Fri92a], a "c-Si" az egykristályos szilícium dielektromos függvényével leírt komponenst jelöli. A folytonos vonallal ábrázolt spektrum az összehasonlítási céllal mért és kiértékelt implantálatlan tiszta szilícium esetében a méréskiértékelés után számított spektrumot mutatja. Ebben az esetben a kiértékelést természetesen egy egyrétegű optikai modell alapján végeztem. A mért és a számított spektrumok igen jól hasonlítanak egymásra.

Ion (Energia)	Fluencia	D <sub>a-Si</sub> [nm]		D <sub>oxid</sub> [nm]		σ (10-2)		
	$[10^{15}/cm^2]$	SE	RBS	SE	RBS			
Ne <sup>+</sup>	Implan- tálatlan	-	-	1,2 ± 0,1	0,6 ± 0,4	1,3		
(150 keV)	1.0	$1,3 \pm 0,3$	$1.5 \pm 0,3$	$3.2 \pm 0,4$	$0.5 \pm 0.4$	1,4		

dc 262 11

4.2.1.2.3. táblázat. Ionimplantálási adatok (energia és fluencia), az ionsugaras analitikai mérésekből (RBS) és a SE mérésekből kiértékelt amorf szilícium rétegvastagság ( $D_{a-Si}$ ) valamint szilíciumdioxid rétegvastagság ( $D_{oxid}$ ), a  $\sigma$  az ellipszometriai kiértékelés jóságát jellemzi.

A 4.2.1.2.8. ábra a teljesen amorfizált felületi szilíciumréteg vastagságát mutatja a különböző ionokkal végzett ionimplantációk esetén a fluencia (dózis) függvényében. A 200 keV energiájú nitrogén ionokkal végzett kísérletek eredményeit a [Loh94] cikkből vettem. A pontokhoz illesztett egyenesek meredekségei az egyes kísérleti feltételekre vonatkozóan jellemzik a felületi amorfizáció "hatékonyságát".



4.2.1.2.8. ábra. A teljesen amorfizált vékony szilíciumréteg vastagsága a különböző ionokkal végzett ionimplantációk esetén a fluencia függvényében. A 200 keV energiájú nitrogén ionokkal végzett kísérletek eredményeit a [Loh94] cikkből vettem.

Korábbi méréseinket is figyelembe véve elegendő adat állt rendelkezésre ahhoz, hogy kapcsolatot keressünk a fluenciával normált felületi amorfizált rétegvastagság értékek és a különböző ion-energia kombinációk esetén a TRIM programmal számítható fajlagos nukleáris fékeződési energia között. A csatornahatással és az ellipszometriával meghatározott
roncsoltságprofilok szisztematikus összehasonlítását elvégeztük.

A 4.2.1.2.4. táblázat a kísérletekben használt ion-energia párokra mutatja a SRIM programmal számított nukleáris fékezőerőt (nuclear stopping power) és a felületi amorfizációs arányt.

Ion	Energia	Nukleáris fékezőerő [eV/Å]	Felületi amorfizációs arány [nm/10 <sup>14</sup> ion/cm <sup>2</sup> ]
$N^+$	200	4,1	$0,035 \pm 0,0028$
$Ar^{2+}$	800	18,1	$0,19 \pm 0,0086$
Si <sup>+</sup>	200	20,5	$0,22 \pm 0,018$
Xe <sup>3+</sup>	1400	145	$1,39 \pm 0,12$
Xe <sup>2+</sup>	900	169	$1,68 \pm 0,19$

4.2.1.2.4. táblázat. A felületi amorfizációs arány függése a nukleáris fékezőerőtől. A  $N^+$ ,  $Ar^{2+}$  és  $Si^+$  ionokra vonatkozó értékek a [Loh96] közleményből származnak.

Először a nitrogén- szilícium- és argon implantációs kísérletekben meghatározott felületi amorfizációs arányokat hoztam kapcsolatba a SRIM programmal számított nukleáris fékezőerővel (nuclear stopping power), ezt a 4.2.1.2.9. ábrán szemléltetem. Látjuk, hogy lineáris a függés.



4.2.1.2.9. ábra. A normalizált teljesen amorfizált szilícium rétegvastagság függése a nukleáris energia-depozíciótól a 200 keV energiájú nitrogén, a 800 keV energiájú argon és a 200 keV energiájú szilícium ionokkal végzett ionimplantáció esetén.

Második lépésként a kripton és xenon ionokkal végzett implantációs kísérletekben meghatározott felületi amorfizációs arányokat hoztam kapcsolatba a SRIM programmal számított nukleáris fékezőerővel (nuclear stopping power), ezt a 4.2.1.2.10. ábrán szemléltetem. Látjuk, hogy továbbra is lineáris a függés.



4.2.1.2.10. ábra. A felületi amorfizáziós arány függése a felületnél számított nukleáris energiadepozíciótól. A 200 keV-os nitrogén ionokra vonatkozó adatok egy korábbi munkánkból származnak [Loh94a].

A 4.2.1.2.11. ábrán Fukarek és munkatársai által közölt eredményeket (10 keV energiájú

bór ionokkal végzett ionimplantáció, [Fuk97]) és saját korábbi bór ionimplantációs adatainkat is szerepeltettem [Loh84]. Látjuk, hogy a függés továbbra is lineáris.



4.2.1.2.11. ábra. A felületi amorfizáziós arány függése a felületnél számított nukleáris energiadepozíciótól. A 10 keV-os bórra vonatkozó adatok Fukarek és munkatársai közleményéből származik [Fuk97], a 40 keV-os bórra vonatkozó adatokat egy korábbi munkánkból vettem [Loh84]. A 200 keV-os nitrogén ionokra vonatkozó adatok egy másik korábbi munkánkból származik [Loh94a].

A 4.2.1.2.12. ábrán a SE mérések kiértékeléséből meghatározott felületi amorfizált szilíciumréteg vastagságot ábrázoltam a csatornázott ionvisszaszórási mérésből meghatározott

amorf rétegvastagság függvényében 800 keV energiájú Ar<sup>2+</sup> ionokkal implantált szilíciummintákra, hat különböző fluencia esetén. A lineáris kapcsolat megerősíti, hogy a nagy mélységfelbontású csatornázott ionvisszaszórásos mérés éppúgy alkalmas a felületi amorfizált réteg vastagságának a meghatározására mint az SE mérés és az adekvát optikai modellen alapuló kiértékelés.



4.2.1.2.12. ábra. A SE mérések kiértékeléséből meghatározott felületi amorfizált szilíciumréteg vastagsága a csatornázott ionvisszaszórási mérésből meghatározott amorf rétegvastagság függvényében 800 keV energiájú argonionokkal implantált szilíciumminták esetén.

#### 4.2.1.3. Összefoglalás, tézispont

Az anomális felületi amorfizációt neon, szilícium, argon, kripton és xenon ionok széles

energiatartományban (150 – 1400 keV) és tág fluenciahatárok között szobahőmérsékleten egykristályos szilíciumba végzett ionimplantációjával, ionsugaras analitikai és spektroellipszometriai méréseket kiértékelve vizsgáltam. Fukarek eredményei és a mi korábbi és mostani kísérleteink eredményei (összesen kilenc ion-energia pár esetén) alapján arra a következtetésre jutottam, hogy a fluenciával normált felületi amorfizált rétegvastagság és a nukleáris fékeződési energia között lineáris a kapcsolat.

Az alacsony energiájú ionok ionimplantációjakor keletkező anomális felületi amorfizálódásra Titov és munkatársai a saját kísérleti eredményeikből és a mi korábbi kísérleti eredményeinkből kiindulva elméletet alkottak és újabb eredményeinkre is hivatkoznak [Tit03].

Ha egy pillanatra visszakanyarodunk a bevezetéshez és felidézzük, hogy Thompson és munkatársai egykristályos szilíciumot 1 MeV-es hélium ionokkal bombázva észlelték az anomális felületi amorfizációt, tudatosítanunk kell, hogy ebben a kísérletben maga az analizáló nyaláb hozta létre ezt az anomális felületi amorfizációt [Tho80]. A 4.2.1.3.1. ábrán látható felületi csúcs területe növekszik az anomális felületi amorfizáció hatására, tehát minden olyan kísérletnél amelyben a felületi csúcs területének változásából szeretnénk következtetéseket levonni, figyelembe kell venni az anomális felületi amorfizáció hatását. Úgy is csökkenthetjük az anomális amorfizáció zavaró hatását, ha egy bizonyos fluenciájú hélium ion besugárzás



4.2.1.3.1. ábra. Egy roncsolatlan és egy roncsolt kristályos szilícium csatornázott és véletlenirányú RBS-spektruma, sematikusan. Forrás: [Gyu11a].

(azaz ionsugaras analízis) után egy úgynevezett friss folton (még nem vizsgált, nem besugárzott mintafelületen) folytatjuk a mérést, ügyelve arra, hogy a minta orientációja ne változzon.

Ahol viszont jó hírt jelenthet az anomális felületi amorfizáció, az a nagyon alacsony energiájú ionimplantáció [Ber01]. Ha sikerül az anomális felületi amorfizációt kvantitatív módon figyelembe venni, akkor az előamorfizáláshoz [Gib77] kisebb fluenciájú ionimplantáció elegendő.

Tézispont: Az ionimplantáció hatásainak spektroellipszometriai és ionsugaras vizsgálata során megmutattam, hogy a fluenciával normált felületi amorfizált rétegvastagság és a nukleáris fékeződési energia között lineáris a kapcsolat. Ehhez meghatároztam szilícium ionokkal és különféle nemesgáz ionokkal végzett besugárzás hatására az egykristályos szilíciumban a natív oxidréteg alatt létrejött amorf szilíciumréteg vastagságát nagy mélységfelbontóképességű ionsugaras és spektroszkópiai ellipszometriai mérésekkel [El-96, Loh96, Loh99].

#### dc\_262\_11 4.2.2. Plazmaimmerziós ionimplantáció felületközeli hatásai

#### 4.2.2.1. Előzmények, motiváció

Az 1980-as évek közepén a plazmaimmerziós ionimplantáció (PIII) ígéretes jövő előtt állt mint a szilíciumban sekély átmenetek létrehozására szolgáló egyik technológiai lépés. Sekély átmeneteket kell például létrehozni szilícium alapú beltéri napelemek gyártása során. A beltéri napelemek alkalmazására alacsony fogyasztású vezetékmentes eszközök energiaellátása céljából van szükség. A PIII során a szilícium szelet felszínét az adalékot tartalmazó plazmából származó ionok bombázzák. Az ionokat gyorsító feszültség az úgynevezett bias feszültség, amelynek nagysága néhány száz volttól 1-2 kV-ig terjed. A félvezetők ionimplantációjával kapcsolatosan lényeges kérdés a generálódó kristálytani hibák mennyisége, fajtái, mélységeloszlása. Kevés ismeret állt rendelkezésre az alacsony energiájú PIII által okozott rácshibákról. Chapek és munkatársai nagy felbontású röntgendiffrakcióval vizsgáltak bórral plazmaimplantált szilíciumot [Cha94] és megállapították, hogy a PIII során elhanyagolható mennyiségű rácshiba keletkezett.

Egy másik fontos szempont a PIII során kialakuló felületi érdesség. A nagymértékű felületi érdesség az elektromos kontaktusok kialakításánál okozhat problémát. Jones és munkatársai atomerő-mikroszkóppal vizsgálták és hasonlították össze a felületi érdességet PIII előtt és után SiO<sub>2</sub>, CoSi<sub>2</sub> és szilícium felületek esetén [Jon94]. Jones és munkatársai bórt juttattak a céltárgyakba, szilícium felület esetén a PIII hatására négyszeresére-ötszörösére nőtt a felületi érdesség az eredeti értékhez képest [Jon94].

Az MTA MFA-ban Pintér István és munkatársai valósították meg a PIII-t, a cél a multikristályos szilícium napelemeken sekély átmenet kialakítása volt [Pin95].

A hagyományos ionimplantáció jelenségeinek vizsgálata során összegyűjtött tapasztalatok birtokában gondoltam arra, hogy az intézetben rendelkezésre álló anyagvizsgálati módszerekkel – a spektroszkópiai ellipszometriát is beleértve – célszerű lenne szisztematikusan megvizsgálni a PIII során megfigyelhető jelenségeket. Nagyjából ugyanekkor Nguyen Quoc Khánh, Pintér István és munkatársaik ionsugaras analitikával kezdték el vizsgálni a PIII-val a szilíciumba juttatott foszfor és hidrogén mennyiségét, a kialakult rácskárosodást, valamint az ionbombázás hatására bekövetkező porlódást [Khá96].

A PIII alatt legalább négy jelenség zajlik egyidejűleg: ionimplantáció, az ionbombázás okozta rácskárosodás kialakulása, porlódás és rétegépülés, amely valószínűleg a natív oxidréteg növekedéseként és a leporlasztott atomok lerakódásaként zajlik.

#### 4.2.2.2. Kísérleteink

Három kísérlet során vizsgáltuk a PIII felületközeli hatásait [El-96, Loh98c, Sha03a]. Mindhárom kísérletben egy reaktív ionmaró kamrában végezte Pintér István az egykristályos Si szeletek PIII-s kezelését.

Az első kísérletben a megfelelő vákuum elérése után foszfint (0,5%) és argont tartalmazó gázkeveréket bocsátott Pintér István a kamrába. Ezután 13,56 MHz frekvenciájú, 400 W teljesítményű rádiófrekvenciás rezgéssel plazmát hozott létre, majd a 900 V gyorsítófeszültséggel felgyorsított ionok a mintatartóra helyezett egykristályos Si céltárgyba csapódtak. Csatornahatással kombinált Rutherford-visszaszórással határoztuk meg a mintába érkezett foszforatomok mennyiségét és a rácskárosodás mértékét [EI-96].



4.2.2.2.1. ábra. (a) Random és <100> irányú csatornázott nagy mélységfelbontású spektrumok a nagy mélységfelbontást lehetővé tevő szórási geometria esetén. (b) Random és <100> irányú csatornázott spektrumok a nagy tömegfelbontást lehetővé tevő szórási geometria esetén.

2950 keV energiájú He<sup>+</sup> ionokkal végeztük az ionvisszaszórás-kísérleteket, a foszfor meghatározásához a nagy tömegszám-felbontást lehetővé tevő szórási geometriát (szórási szög = 165°), a rácskárosodás tanulmányozásához a megnövelt mélységfelbontást biztosító geometriát (szórási szög = 97°) használtuk (4.2.2.2.1. ábra). A kiértékelés a minta felületén levő szilíciumoxid réteg vastagságára 19 nm-t, a rendezetlen szilíciumréteg vastagságára 15 nm-t eredményezett. A rendezetlen réteg vastagságára kapott érték sokkal nagyobb mint a 900 eV energiájú foszforionok hatótávolsága szilíciumban (3,5 nm). A 900 eV energiájú protonok hatótávolságára a SRIM program 14 nm-t ad, ez jól egyezik a rácskárosodott szilíciumréteg vastagságával [Zie08]. Az ionok energiája 0 és 900 eV között változhat a semleges atomokkal, molekulákkal lezajló ütközések következtében.

A második kísérletben csatornahatással kombinált nagy mélységfelbontású Rutherfordvisszaszórással, atomerő-mikroszkópiával és SE-val vizsgáltuk a foszfor plazmaimmerziós ionimplantációja során kialakult rácskárosodást és felületi érdességet [Loh98c].

5,1-6,9 Ohmcm fajlagos ellenállású, bórral adalékolt Si (100) szilícium szeleteket kezelt Pintér István plazmaimmerziós ionimplantációval. A háttérnyomás 5x10<sup>-5</sup> mbar volt. A gázkeverék 1% PH<sub>3</sub>-t és 99% hidrogént tartalmazott, a gyorsítófeszültség 1000 V volt. A plazma keltésére 13,56 MHz frekvencián 400 W rádiófrekvenciás teljesítményt használt. A PIII kezelés időtartama 7,5 és 300 s között változott.

Az 1 keV energiájú foszfor ionok hatótávolsága a SRIM program szerint szilíciumban 3,2 nm (a straggling pedig 1,8 nm), ez az érték összemérhető a szilícium felületén kialakuló natív oxidréteg vastagságával. Ha nem távolítanánk el a natív oxidot, akkor a foszfor ionok túlnyomó többsége a natív oxidban fékeződne le és állna meg. Ezért a Si szeleteket hidrogénfluorid tartalmú oldatban kezelték a natív oxid lemarása érdekében majd ezt követően azonnal a PIII berendezés vákuumkamrájába helyezték a szeleteket.

Előzetes spektroellipszometriai méréseket végeztünk a Twente Egyetemen egy forgó polarizátoros ellipszométerrel, a szisztematikus méréseket egy SOPRA ES4G berendezéssel végeztük. Az atomerő-mikroszkópiai méréseket egy Nanoscope III Stand Alone berendezéssel végezték, a szilícium tű görbületi sugara 30 nm volt a nagy felbontású pásztázó elektronmikroszkópiai vizsgálat szerint.

Az ionsugaras analitikai vizsgálatok egy részét a 3,05 MeV energiánál észlelhető, az oxigén detektálás érzékenységét 16-szorosra növelő magreakció alkalmazásával végeztük. Az optimalizált mélységfelbontást lehetővé tevő szórási geometriát (szórási szög = 97°) is használtuk a rácskárosodás mélységbeli eloszlásának meghatározására [Mez78]. A

81

méréskiértékelést a Kótai Endre által kifejlesztett RBX programmal végeztük [Kót94].

A SE spektrumok kiértékelését optikai modellek konstruálásával kezdtem. Célszerűnek látszott követni Collins és munkatársainak módszerét az optika modellek fölépítését illetően. Collins és munkatársai spektroszkópiai ellipszometriával és keresztmetszeti transzmisszós elektronmikroszkópiával vizsgálták alacsony energiájú hidrogén ionok által okozott szerkezeti változásokat szilíciumban [Col86]. Különböző mértékű rácskárosodást és fáziskeveredést találtak. Módszerüket szem előtt tartva az effektív közeg közelítést alkalmaztam a felületi érdesség réteg és az alatta levő réteg modellezésére. Az egykristályos, a vákuumpárologtatott amorf, az ionimplantációval amorfizált szilícium és a finomszemcsés polikristályos szilícium (poly-Si) dielektromos függvényeit az irodalomból vettem [Asp83, Bag80, Fri92a, Jel93].

Optikai	Felső réteg		Alsó réteg		σ	
modell azonosítója	Vastagság [nm]	Összetétel	Vastagság [nm]	Összetétel		
7.5A	6,7±0,3	Oxid	-	-	0.078	
7.5B	6,8±0,1	Oxid	1.2±0.1	ia-Si	0.024	
7.5C	6,8±0,08	Oxid	5.0±0.4	poly-Si	0.019	
7.5D	7,2±0,08	Oxid	1.5±0.1	a-Si	0.017	
7.5E	7,0±2,2	0,19±0,07 c-Si 0,81±0,07 üreg	-	-	0.059	
7.5F	6,3±0,4	0,56±0,02 c-Si 0,44±0,02 üreg	-	-	0.037	
7.5G	5,4±0,2	0,53±0,02 c-Si 0,47±0,02 üreg	-	-	0.037	

4.2.2.2.1. táblázat. Rétegvastagságok és a rétegek összetétele az ellipszometriai spektrumok hét különböző optikai modell alapján végzett kiértékelése után. Az alsó réteg szomszédos a szubsztráttal. A 7,5A, 7,5E, 7,5F és 7,5G modellek csak egy réteget tartalmaznak az egykristályos szilícium szubsztráton. A  $\sigma$  az illeszkedés jóságát mutató mennyiség, minél kisebb, annál jobban illeszkedik a számított spektrum a mérthez.

A 7,5 másodpercig kezelt minta mért SE adatainak kiértékelésére konstruált hét optikai modell a kiértékelés eredményével együtt a 4.2.2.2.1. táblázatban látható az illeszkedés jóságát jellemző σ paraméterrel együtt. Jól illeszkedik a számított spektrum a mérthez a 7.5C és a 7.5D optikai modellek esetén. Mindkét modell esetében két réteget tételeztem fel, az alsó, a szubsztráttal szomszédos réteg a rácskárosodás figyelembevételére szolgál. A 4.2.2.2.2. táblázat a 300 s időtartamig végzett PIII kezelés utáni SE mérések kiértékelési eredményeit mutatja.

A 4.2.2.2.2. ábrán a 7,5 s és a 300 s időtartamú plazmaimmerziós kezelést kapott minták mért és legjobban illeszkedő számított ellipszometriai spektrumait látjuk, összehasonlítási céllal egy implantálatlan szilícium minta spektrumait is bemutatom.

Optikai	F	első réteg	Alsó réteg		σ	
modell azonosítója	Vastagság [nm]	Összetétel	Vastagság [nm]	Összetétel		
300A	2,4±0,6	Oxid	-	-	0.110	
300B	12,4±0,5	Oxid	1,3±0,5	ia-Si	0.086	
300C	12,2±0,4	Oxid	9,4±2,0	poly-Si	0.063	
300D	9,1±0,5	Oxid	45±2,6	a-Si	0.070	
300E	9,6±1,1	0,28±0,05 c-Si 0,72±0,05 üreg	-	-	0.061	
300F	11,1±0,7	0,56±0,02 c-Si 0,44±0,02 üreg	-	-	0.042	
300G	9,9±3	0,51±0,01 c-Si 0,49±0,01 üreg	-	-	0.027	
300H	9,9±1,7	0,27±0,06 polySi 0,73±0,06 üreg	-	-	0.070	
300I	9,8±0,5	0,49±0,03 a-Si 0,51±0,03 üreg	1,2±0,2	a-Si	0.025	
300J	8,7±0,3	0,33±0,03 poly-Si 0,67±0,03 üreg	6,1±0,06	poly-Si	0.025	
300K	8,5±0,4	0,25±0,05 c-Si 0,75±0,05 oxid	-	-	0.070	
300L	10,6±0,7	0,52±0,03 a-Si 0,48±0,03 oxid	-	-	0.051	
300M	9,8±0,3	0,47±0,02 ia-Si 0,53±0,02 oxid	-	-	0.034	
300N	8,5±0,4	0,25±0,07 poly-Si 0,75±0,07 oxid	-	-	0.074	

4.2.2.2.2. táblázat. 14 különböző optikai modell alapján végzett kiértékelésből meghatározott rétegvastagságok és rétegösszetételek. Az alsó réteg szomszédos a szubsztráttal. A 300A, 300E, 300F, 300G, 300H, 300K, 300L, 300M és 300N modellek csak egy réteget tartalmaznak az egykristályos szilícium szubsztráton. A  $\sigma$  az illeszkedés jóságát mutató mennyiség, minél kisebb, annál jobban illeszkedik a számított spektrum a mérthez.

A felületi érdességet leíró felső réteget tartalmazó kétréteges optikai modellek esetében figyelhetjük meg a jó illeszkedést jelentő alacsony  $\sigma$  értékeket (300I és 300J azonosítójú optikai

modellek).



4.2.2.2.2. ábra. A 7,5 s és a 300 s időtartamú plazmaimmerziós kezelést kapott minták mért és számított ellipszometriai spektrumai, összehasonlítási céllal egy implantálatlan szilícium minta spektrumait is bemutatom. A 7,5 s időtartamú plazmaimmerziós kezelést kapott minták mért spektrumait "+" szimbólumokkal, a 300 s időtartamú plazmaimmerziós kezelést kapott minták mért spektrumait "×" szimbólumokkal, az implantálatlan szilícium minta mért spektrumait üres háromszögekkel ábrázoltam.

dc\_262\_11



4.2.2.2.3. ábra. A 3045 keV analizáló energiánál jelentkező oxigénrezonancia alkalmazása csatornahatással kombinálva a 15 s (nyitott kör szimbólum) és 300 s (csillag szimbólum) plazmaimmerziós kezelést kapott minták esetén. Összehasonlítási célból egy implantálatlan szilíciummintán mért spektrumot is bemutatok (folytonos vonal).

Technológiai lépés	I ablak	II ablak	III ablak
Kezeletlen minta	0.089	0.087	0.083
HF-marás után	0.125	0.140	0.115
PIII 7,5 s	0.116	0.111	0.119
PIII 15 s	0.109	0.104	0.107
PIII 300 s	1.420	1.666	1.429

4.2.2.2.3. táblázat. Az atomerő-mikroszkópiai mérések eredményei (RMS nm egységekben) a kiindulási, a HF oldattal kezelt és a különböző időtartamokig PIII-nak alávetett minták esetén a minták felületén kiválasztott három különböző mérési ablak esetén.

A 4.2.2.2.3. ábrán a 3045 keV analizáló energiánál jelentkező oxigénrezonancia és csatornahatás alkalmazásával mért spektrumokat látunk. Meglepő, hogy az 5 perces PIII után sokkal kevesebb foszfor található a felületi rétegben mint a 15 másodperces PIII után. Hasonló állítás igaz a felületegységen található oxigénatomok számára is. Ezek az észlelések

összefüggésben lehetnek a rövid kezdeti időtartam eltelte után nagyjából állandósuló porlódásnak (körülbelül 5,7 nm percenként) amelyet Nguyen Quoc Khánh és munkatársai 700 V gyorsítófeszültség, 300 W rádiófrekvenciás teljesítmény esetén mértek beimplantált Xe markeratomok mennyiségét analizálva [Khá96].



4.2.2.2.4. ábra. Az optimalizált mélységfelbontással végzett 1 MeV-es RBS mérésből meghatározott ponthibaeloszlás a mélység függvényében.

A 4.2.2.2.3. táblázat az atomerő-mikroszkópiai mérések eredményeit mutatja a kiindulási, a HF oldattal kezelt és a különböző időtartamokig PIII-nak alávetett minták esetén a minták felületén kiválasztott három különböző mérési ablak esetén. A kezeletlen minta felületén a szilíciumszelet gyári csiszolásának-polírozásának befejezése óta növekvő natív oxidréteg van, ez átlagosan 2-3 nm vastagságú és az atomerő-mikroszkópiai mérés szerint átlagosan 0,086 nm a felületi érdesség. A hidrogénfluoridos (nedveskémiai) marás eltávolítja ezt a natív oxidréteget, de mihelyt a levegővel érintkezik a tiszta szilícium felület, újra elkezdődik a natív oxidréteg növekedése, először szigetesen. Az atomerő-mikroszkópiai mérés szerint átlagosan 0,127 nm a felületi érdesség, a kezeletlen felületen mért értékhez képest a növekedést valószínűleg a nem egyenletes hanem szigetes oxidnövekedés okozza. A 7,5 és a 15 másodpercig tartó PIII kezelés után 0,116 nm illetve 0,106 nm érdességet mértek. Az 5 perc időtartamú PIII után mért 1,50 nm

nagyon lényeges növekedést mutat mind a kezeletlen, mind a nedveskémiai kezelés után vizsgált felülethez képest.



4.2.2.2.5. ábra. Nagy mélységfelbontású szórási geometriával végzett RBS mérések spektrumai implantálatlan illetve 7,5, 15, 120 és 300 s időtartamokig PIII kezelésnek alávetett mintákon. A folytonos vonal egy HF-os oldattal lemart tiszta Si-n mért csatornázott spektrumot mutat. Az üres körökkel ábrázolt spektrum a véletlenirányú mérés spektruma.

A 4.2.2.2.5. ábra a nagy mélységfelbontású szórási geometriával végzett RBS mérések spektrumait mutatja, amelyeket az implantálatlan illetve 7,5, 15, 120 és 300 s időtartamokig PIII kezelésnek alávetett mintákon mértünk.

A 4.2.2.2.4. táblázat mutatja a PIII időtartama függvényében az ionsugaras analitikai mérésekből kiértékelt felületi atomsűrűséget a foszforra és oxigénre. A mintába juttatott foszfor mennyisége telítést mutat a 60 – 120 s tartományban, ennél hosszabb idejű PIII-t nem érdemes választani mert a 300 s esetén szignifikáns csökkenést látunk, amely a valószínűleg a megnövekedett mintahőmérséklettel és az állandósult porlódással kapcsolatos.

dc\_262\_11

PIII idő- tartama	3,045 MeV He <sup>+</sup> nukleáris	3,045 MeV He <sup>+</sup> RBS	1 MeV He⁺ RBS	1 MeV He <sup>+</sup> RBS	1 MeV He <sup>+</sup> RBS
[s]	rezonancia				
	0	P	0	Р	Si/O/P
	$[10^{16} \text{ atom/cm}^2]$	$[10^{15} \text{ atom/cm}^2]$	$[10^{16} \text{ atom/cm}^2]$	$[10^{15} \text{ atom/cm}^2]$	
0	0,4±0,05	0	0,52	0	-
7,5	2,4±0,08	<0,4	2,4	<0,4	-
15	2,4±0,08	8,3±0,4	2,4	11	0,9/1,6/0,8
30	2,3±0,08	9,2±0,5	-	-	-
60	2.2±0,08	9,9±0,5	-	-	-
120	1,6±0,08	10,0±0,5	1,6	12	1,2/1,7/0,8
300	1,0±0,07	4,0±0,3	0,79	5,2	1,4/1,6/0,8

4.2.2.2.4. táblázat. A 3,045 MeV és az 1 MeV analizáló energiával végzett ionsugaras mérések kiértékeléséből az oxigén és a foszfor atomok mennyisége a plazmaimmerziós kezelés időtartamának függvényében.

A harmadik kísérletben foszfin-hidrogén gázkeveréket használtunk, a nyomás 0,15 mbar volt. Egy esetben csak hidrogént engedett a kamrába Pintér István, a PIII paramétereit a 4.2.2.2.5. táblázat mutatja [Sha03a].

Minta- azonosító	Gázkeverék	Gyorsítófeszültség [V]	Implantálási idő [s]
PI01	$H_2 + PH_3$	450	45
PI03	$H_2 + PH_3$	450	90
PI04	$H_2 + PH_3$	600	40
PI02	H <sub>2</sub>	1300	10

4.2.2.2.5. táblázat. A harmadik plazmaimmerziós ionimplantációs kísérlet paraméterei [Sha03a].

A 450 V gyorsítófeszültséggel 90 másodpercig implantált mintáról (PI03) a Horváth Zsolt Endre által készített keresztmetszeti transzmissziós elektronmikroszkóp-felvételt a 4.2.2.2.6. ábrán mutatom be. Azért, hogy az elektronsugaras átvilágításnál megfelelő kontraszt legyen a legfelső réteg és a szilíciumoxid réteg között, a minta felületére 50 nm vastag

alumínium réteget választottak le (legfelső rétegnek) magnetronos porlasztással. A keresztmetszeti felvételhez 10 keV-es argonionokkal vékonyították a mintát. A vizsgálatot egy Philips CM20 típusú elektronmikroszkóppal végezte Horváth Zsolt Endre. A felvételek legfelső részén látható szabálytalan sötét foltok a minta felületére párologtatott alumíniumréteg maradványai [Sha03a].

A szilíciumoxid rétegre az elektronmikroszkóp-felvétel szerint a PI01 minta esetén 9,7 nm, a PI03 minta esetén 12,1 nm vastagság adódott. Ezek a rétegvastagságok több mint háromszor olyan nagyok mint a tiszta polírozott szilíciumkristály felületén található natív oxidvastagság. Egyrészt arra gondoltunk, hogy a kamra kvarcüveg ablakából az ionbombázás hatására távoznak azok az oxigénatomok, amelyek azután beépülnek az oxidrétegbe, másrészt korábbi kísérleteinkben azt találtuk, hogy a foszforral implantált szilícium magashőmérsékletű oxidációja esetén körülbelül másfélszer vastagabb oxidréteg nőtt a kontrollmintához képest [Mez77].

A PIII alatt legalább négy jelenség zajlik egyidejűleg: ionimplantáció, az ionbombázás okozta rácskárosodás, porlódás és rétegépülés, amely valószínűleg oxidréteg növekedéseként és a leporlasztott atomok lerakódásaként zajlik.



4.2.2.2.6. ábra. Keresztmetszeti transzmissziós elektronmikroszkóp-felvétel a 450 V gyorsítófeszültséggel 45 másodpercig implantált PI01 mintáról (baloldali kép) és a 90 másodpercig implantált PI03 mintáról (jobboldali kép). A felvétel legfelső részén látható szabálytalan sötét foltok a minta felületére párologtatott alumíniumréteg maradványai. Az alattuk levő világos csík a szilíciumoxid réteg, alatta a nagymértékű rácskárosodást mutató szilíciumréteg látható. Ez alatt diszlokációs hurkok vannak.

dc\_262\_11



4.2.2.2.7. ábra. Csatornázott és random ionvisszaszórási spektrumok a 45 s és 90 s időtartamú PIII lépéssel kezelt minták esetében. Összehasonlítási céllal egy hidrogénfluoridos oldattal lemart Si egykristályon mért spektrumot is mutatok (folytonos vonallal ábrázolva).

Minta- azonosító	Gáz- keverék	Gyorsító- feszültség [V]	Implantálási idő [s]	$ \begin{array}{c} O \\ [ x 10^{16}/cm^2] \end{array} $	d <sub>oxid</sub> [nm]	$ \begin{array}{c} P \\ [ x 10^{15}/cm^2] \end{array} $
PI01	$H_2 + PH_3$	450	45	3,5±0,2	11,6±0,6	2,7±0,2
PI03	$H_2 + PH_3$	450	90	3,8±0,2	12,6±0,6	5,7±0,3
PI04	$H_2 + PH_3$	600	40	2,8±0,2	9,3±0,7	9,6±0,4
PI02	H <sub>2</sub>	1300	10	1,0±0,2	3,0±0,5	1,0±0,1

4.2.2.2.6. táblázat. A PIII kezelés paraméterei mellett az ionvisszaszórási mérések kiértékeléséből származó oxigén- és foszforatomok felületi sűrűsége és SiO<sub>2</sub> réteget feltételezve az oxigénatomok felületi sűrűségéből számított oxidvastagság is feltüntetésre került.

A nagymértékű rácskárosodást mutató réteg vastagsága a PI01 minta esetén kb 30 nm, a PI03 minta esetén kb 40 nm. A rácskárosodott réteg és az egykristályos szubsztrát között nincs éles határ. A PI01 minta esetében a 70 – 400 nm mélységben kb 25 nm átmérőjű diszlokációhurkok találhatók. A PI03 mintában kb 35 nm átmérőjű diszlokációhurkok találhatók

a 70 – 160 nm-es mélységben.

A 4.2.2.2.7. ábra mutatja a nagy mélységfelbontású szórási geometriával végzett csatornázott és random ionvisszaszórási spektrumokat a 45 s és 90 s időtartamú PIII-val kezelt minták esetében. A 90 s időtartamú PIII-val kezelt minta esetén a rácsrendezetlenséget mutató Si-csúcs területe csak egészen kicsivel nagyobb mint a 45 s időtartamú PIII-val kezelt minta esetében.



4.2.2.2.8. ábra. A nagy mélységfelbontást biztosító geometriával mért csatornázott és random ionvisszaszórási mérésekből meghatározott rácsrendezetlenség-profil.

A hidrogéngázban végrehajott PIII kísérletben a PI02 minta felületén foszfort mutatott ki az ionsugaras mérés, ebből arra következtetek, hogy az előzőleg végzett foszfinos PIII művelet során a kamra belső felületére került annyi foszfor, amely a hidrogéngázban végrehajtott PIII kísérletben a minta felületi tartományába jutva körülbelül tízszeresen haladta meg a kimutathatósági határt.

#### 4.2.2.3. Összefoglalás, tézispont

Az a tény, hogy a PIII alatt egyidejűleg legalább négy jelenség zajlik - ionimplantáció, az ionbombázás okozta rácskárosodás kialakulása, porlódás és rétegépülés – megnehezíti a mérési eredmények értelmezését.

Igen fontos, hogy a PIII előtt a Si szeleteket hidrogénfluorid tartalmú oldatban kezeljék a natív oxid lemarása érdekében majd ezt követően azonnal a PIII berendezés vákuumkamrájába kell helyezni a szeleteket. Ha nem távolítják el a natív oxidot, akkor a foszfor ionok túlnyomó többsége a natív oxidban fékeződik le és áll meg, nem jut be a szilíciumba.

A 300 s-ig tartó PIII esetén az atomerő-mikroszkópiai mérések 1,42 – 1,67 nm tartományba eső RMS értékeket mutattak, a SE mérés kiértékelése körülbelül 9 - 10 nm vastagságú felületi érdesség-réteget mutatott. Elképzelhetőnek tartom, hogy az atomerő-mikroszkópiai méréseknél használt szilícium tű 30 nm görbületi sugara is okozhatja a nagymértékű eltérést, ha olyan felületi morfológia alakul ki az alacsonyenergiájú ionbombázás hatására, amelyet csak részben tud a 30 nm sugarú tű leképezni.

A mintába juttatott foszfor mennyisége telítést mutat a 60 – 120 s tartományban, ennél hosszabb idejű PIII-t nem érdemes választani.

Tézispont: A plazmaimmerziós ionimplantációval (PIII) módosított szilícium felületén 1000 V gyorsítófeszültség és foszfin-hidrogén gázkeverék esetén 7,5 másodpercig tartó PIII esetén az ellipszometriai spektrumok értelmezéséhez olyan kétrétegű optikai modellt dolgoztam ki, amelyben a felső réteg törésmutatóját a szilíciumdioxid, az alsó réteg törésmutatóját vagy ionimplantálással amorfizált szilícium vagy finomszemcsés polikristályos szilícium törésmutatójával írjuk le. Az oxidvastagságra vonatkozó ellipszometriai és ionsugaras eredmények ésszerű egyezést mutattak. Öt percig tartó PIII után az ellipszometriai spektrumok egy olyan kétrétegű optikai modellel voltak értelmezhetők, amelyben a felső réteg amorf szilícium és levegő keverékét tartalmazó réteg (azaz egy érdesség-réteg), az alsó réteg törésmutatóját pedig vagy amorf szilícium vagy finomszemcsés polikristályos szilícium törésmutatója írja le [Loh98c]. Az öt percig tartó PIII hatására a felületi érdesség-réteg vastagságának jelentős növekedését mutattam ki az ellipszometriai kiértékelés alapján, ezt atomerő-mikroszkópiai méréssel sikerült alátámasztani [Loh98c].

#### 4.2.3. Ionimplantációval amorfizált szilíciumkarbid dielektromos függvénye

#### 4.2.3.1. Bevezetés, motiváció, előzmények

A vegyületfélvezetők közé tartozó szilíciumkarbid (SiC) iránti fokozott érdeklődés avval magyarázható, hogy elektronmozgékonysága, letörési feszültsége, hővezető képessége nagyobb mint a szilíciumé [Ruf94, Cas96, Bry97, Sch97, Park98, Wil06, Wri08, God11, Nog11]. A SiC a széles tiltott sávú félvezetők közé tartozik, a tiltott sáv politípustól függően 2,4 és 3,8 eV között van.

A SiC-nak 250-nél több különböző kristályszerkezetű politípusa van. Leggyakrabban a hexagonális szerkezetű politípusokat választják a kísérletekhez.

Fém-oxid-félvezető struktúra kialakításához szigetelő tulajdonságú, jó minőségű oxidréteget kell létrehozni a félvezető felületén. SiC felületén éppúgy termikus oxidációval hozható létre jó minőségű SiO<sub>2</sub> réteg mint ahogyan a szilícium felületén.

A SiC-ot tekintve az ionimplantáció szinte az egyedüli adalékolási módszer mert az adalékok diffúziós együtthatója a magas hőmérséklet-tartományban is alacsony. A bejuttatott atomok mennyisége a fluenciával, mélysége az ionok energiájával szabályozható. Az ionimplantáció során azonban rácshibák keletkeznek az adalékoló ionok lefékeződésekor, ezeket a rácshibákat el kell távolítani, ami hőkezeléssel oldható meg.

A szilícium ionimplantációval amorfizált módosulatának spektroszkópiai ellipszometriával (SE) Fried Miklós és munkatársai által meghatározott komplex dielektromos függvénye [Fri92a] lehetővé tette, hogy egy amorfizált Si réteg vastagságát vagy részlegesen amorfizált réteg roncsoltsági fokát és vastagságát SE mérés alapján határozzuk meg [Fri92b]. A motiváció az ionimplantációval amorfizált szilíciumkarbid dielektromos függvényének meghatározására a fönt elmondottakból adódott.

A munka megkezdése előtt csak két közleményben találtam adatot az ionimplantált SiC optikai adataira [Der89, Mus96]. Derst és munkatársai 100 keV energiájú argon ionokkal szobahőmérsékleten implantált SiC optikai transzmisszóját mérték a 300 – 800 nm hullámhossztartományban. Csak az abszorpciós együtthatót határozták meg a mérésből [Der89]. Musumeci és munkatársai in situ optikai transzmisszió és reflexió mérésével vizsgálták a He<sup>+</sup>, N<sup>+</sup>, Ar<sup>+</sup>, Kr<sup>+</sup> és Xe<sup>+</sup> ionokkal besugárzott egykristályos SiC-ot a He-Ne lézer hullámhosszán (632,8 nm) [Mus96]. Musumeci és munkatársai a 632,8 nm-es hullámhosszon teljes amorfizáció esetén a törésmutatóra és az extinkciós együtthatóra n=3,4; és k=0,38 értekeket kaptak.

#### 4.2.3.2. Kísérleteink

Egykristályos 4H-SiC mintát (CREE Res. Inc.) implantáltattam 200 keV energiájú Al<sup>+</sup> ionokkal szobahőmérsékleten az MTA RMKI Nehéz Ion Kaszkád ionimplanterén, a fluencia 8x10<sup>13</sup> ion/cm<sup>2</sup> volt. A felületközeli réteg teljes amorfizálása céljából az alumínium ionok implantálása után 200 keV energiájú Xe<sup>+</sup> ionokkal implantáltattam a mintát, a fluencia 3x10<sup>13</sup> ion/cm<sup>2</sup> volt.

Az ionvisszaszórás-méréseket 3500 keV energiájú He<sup>+</sup> ionnyalábbal hajtotta végre Nguyen Quoc Khánh kollégám. Az energia kiválasztásánál (3500 keV) szerepet játszott a szórási hatáskeresztmetszetben és így a szénkimutatás érzékenységében mutatkozó hatszoros tényező. Ezt a [Gur00] cikkből kölcsönzött 4.2.3.2.1. ábra szemlélteti, amelyen a <sup>12</sup>C(<sup>4</sup>He, <sup>4</sup>He)<sup>12</sup>C rugalmas szórás hatáskeresztmetszete látható az energia függvényében három különböző szórási szögnél.



4.2.3.2.1. ábra.  $A^{12}C(^{4}He, ^{4}He)^{12}C$  rugalmas szórás hatáskeresztmetszete az energia függvényében három különböző szórási szögnél, a folytonos vonal az elmélet alapján számított szórási hatáskeresztmetszetet mutatja [Gur00].

Az ionvisszaszórás-méréseket alacsony áramsűrűséggel hajtotta végre Nguyen Quoc Khánh kollégám, hogy magából az ionsugaras mérésből (amely egyben nagyenergiájú hélium ionimplantáció!) származó rácskárosodás minimális legyen [Fuk98, Khá00].

A 4.2.3.2.2. ábra az ionsugaras mérés spektrumait mutatja, a csatornázott spektrumban a körülbelül a 300-as csatornaszámnál található Si él és a körülbelül a 125-ös csatornaszámnál látható C él mögötti széles csúcsok a szilícium és a szén alrácsban létrejött nagymértékű rácskárosodást mutatják, sőt, a véletlenirányú mérés spektrumáig "fölér" a szilícium-csúcs, így teljes amorfizálódásról beszélhetünk. A mélységskálákat a Chu és munkatársai által leírt módszer szerint számította ki Nguyen Quoc Khánh [Chu78].



4.2.3.2.2. ábra. Az alumínium és xenon ionokkal implantált SiC mintán 3500 keV energiájú hélium-ionnyalábbal végzett csatornázott és véletlenirányú ionvisszaszórási mérések spektrumai (beütésszámok a csatornaszám függvényében). A mért véletlenirányú spektrumot "×" szimbólummal, míg a csatornairányú mért spektrumot üres körökkel ábrázoltuk.

Az optimalizált mélységfölbontást lehetővé tevő szórási geometriával végzett mérés spektrumai a 4.2.3.2.3. ábrán láthatók. A csatornázott spektrum teljes mértékű rácsrendezetlenséget mutat a szilícium alrácsban. Az amorfizált SiC réteg vastagságára az RBX programmal számolva  $270 \pm 6$  nm adódik [Kót94].



4.2.3.2.3. ábra. Az alumínium és xenon ionokkal implantált SiC mintán 3500 keV energiájú hélium-nyalábbal végzett csatornázott és véletlenirányú ionvisszaszórási mérések spektrumai az optimális mélységfelbontást biztosító szórási geometria esetén. A mért véletlenirányú spektrumot "×" szimbólummal, míg a csatornairányú mért spektrumot üres körökkel ábrázoltuk.

Az ionimplantációval amorfizált réteg komplex törésmutatóját több beesési szögű ( $45^{\circ}$  –  $80^{\circ}$ ) egyhullámhosszú ( $\lambda = 632,8$  nm) ellipszometriával és spektroszkópiai ellipszometriával három beesési szög mellett vizsgáltam ( $65,32^{\circ}$ ,  $70,29^{\circ}$ ,  $75,20^{\circ}$ ). A spektroszkópiai ellipszometriai mérést ES4G SOPRA ellipszométerrel végeztem a 270 - 700 nm hullámhossztartományban. A beesési szögeket termikusan növesztett szilíciumdioxid rétegeken végzett mérések kiértékeléséből határoztam meg.

Húsz különböző beesési szögnél végeztem a mérést a 632,8 nm hullámhosszon egy manuális ellipszométerrel. A méréskiértékeléshez konstruált kétréteges optikai modell, a beesési szög függvényében ábrázolt  $\Psi$  és  $\Delta$  szögek mért és számított értékei, valamint a kiértékelés eredményeképpen adódott rétegvastagságok, a törésmutató (n) és az extinkciós együttható (k) a 4.2.3.2.4. ábrán láthatóak. A méréskiértékelésre szolgáló programot Polgár Olivér kollégám írta. A SiO<sub>2</sub> réteg törésmutatóját és az egykristályos SiC törésmutatóját és extinkciós együtthatóját a szakirodalomból vettem. A kiértékelés során négy szabad paraméter számértékét kerestem: a natív szilíciumdioxid réteg vastagságát, az ionimplantációval amorfizált szilíciumkarbid réteg vastagságát, törésmutatóját és extinkciós együtthatóját. Az eredményeket a 4.2.3.2.1. táblázat mutatja.



4.2.3.2.4. ábra. Az alumínium és xenon ionokkal implantált SiC minta mért és számított  $\Psi$  és  $\Delta$  értékei a beesési szög függvényében, a méréskiértékeléshez konstruált kétréteges optikai modell valamint a kiértékelés eredményeképpen adódott rétegvastagságok, a törésmutató, az extinkciós együttható és az illesztés jóságát jellemző  $\sigma$ .

A spektroszkópiai ellipszometriai mérések kiértékeléséhez is a kétrétegű optikai modellt használtam. A minta felületén levő natív oxidréteg vastagságára vonatkozó adatot az egyhullámhosszas ellipszometriai mérés kiértékeléséből vettem. Az amorfizált szilíciumkarbid réteg vastagságát a csatornázott ionsugaras kísérletből adódott 270 nm és az egyhullámhosszas mérésből adódott 254 nm átlagaként (262 nm) fogadtam el. Ezért az SE mérések kiértékelésénél egy adott hullámhossznál két meghatározandó paraméter volt: az amorfizált SiC törésmutatója és extinkciós együtthatója.

λ [nm]	n	k	ε <sub>1</sub>	ε <sub>2</sub>
270	2,93	1,16	7,22	6,79
300	2,97	1,04	7,71	6,18
325	3.00	0,95	8,07	5,69
350	3,02	0,87	8,38	5,26
375	3,04	0.80	8,6	4,83
400	3,03	0,73	8,67	4,42
425	3,04	0,67	8,82	4,07
450	3,03	0,63	8.80	3,83
475	3,03	0,61	8.80	3,71
500	3,04	0,59	8,86	3,61
525	3,04	0,58	8,92	3,52
550	3,05	0,56	9,01	3,41
575	3,06	0,53	9,1	3,27
600	3,06	0,51	9,08	3,11
625	3,05	0.50	9,04	3,07
650	3,05	0,52	9,01	3,14
675	3,06	0,54	9,08	3,28
700	3,1	0,55	9,29	3,39

4.2.3.2.1. táblázat. A több beesési szögű SE mérések kiértékeléséből kapott törésmutató és extinkciós együttható értékek, a dielektromos függvény valós és imaginárius része.

Ahogy a bevezetésben említettem, Musumeci és munkatársai in situ reflexióképesség és transzmisszióképesség mérésével vizsgálták a 6-H SiC ionimplantációja során a törésmutatóban és extinkciós együtthatóban bekövetkező változást [Mus96]. A kísérleteket He<sup>+</sup>, N<sup>+</sup>, Ar<sup>+</sup>, Kr<sup>+</sup> és

Xe<sup>+</sup> ionokkal végezték. A 632,8 nm hullámhossznál a törésmutatóra 3,4, az extinkciós együtthatóra 0,38 adódott [Mus96]. A változás tendenciája az egykristályos SiC adataihoz képest (n=2,64, k=0) hasonlóságot mutat a mi eredményeinkkel (n =3,05, k=0,51) [Sha03b].

Néhány év múlva folytattuk a kísérleteket. Két mintát készítettünk, egyrészt egy 860 keV energiájú Ni<sup>+</sup> ionokkal implantált 4H-SiC mintát (fluencia = 1x10<sup>16</sup> ion/cm<sup>2</sup>), másrészt különböző energiájú (40, 100 és 135 keV) Ar<sup>+</sup> ionokkal implantált SiC mintát vizsgáltunk [Loh08a]. Az ionimplantáció után plazmamarást alkalmaztunk oxigén gázban a felületre polimerizálódott széntartalmú réteg eltávolítása céljából 200 W teljesítménnyel 20 percig [Loh81].

Az ionimplantált SiC minták duzzadását (swellingjét) a TENCOR Instruments által gyártott Alfa-step 100 típusú lépcsőmagasság-mérő berendezéssel mértük. A felületi érdességet (RMS) atomerő-mikroszkóppal vizsgáltuk, egy Nanoscope IIIa berendezést használtunk, a szilícium tű sugara 10 nm volt.

A nikkel ionokkal implantált minta ionvisszaszórásos vizsgálatát 3,5 MeV energiájú hélium ionokkal végeztük, az argon ionokkal implantált mintát pedig 2 MeV energiájú hélium ionokkal vizsgáltuk. Mint már korábban említettem, a 3,5 MeV energiánál a szórási hatáskeresztmetszet körülbelül hatszor nagyobb a <sup>12</sup>C atommagra mint a Rutherford-féle szórási hatáskeresztmetszet. A Cornell geometriát használtuk, a szórási szög 165<sup>o</sup> volt (4.2.3.2.5. ábra).

Egy ES4G SOPRA spektroszkópiai ellipszométerrel végeztem a SE mérést az 1,5 – 4,5 eV fotonenergia-tartományban 75,7° illetve 75,5° beesési szögnél (4.2.3.2.6. és 4.2.3.2.7. ábra). A spektrumok kiértékelését a J.A. Woollam Co., Inc. cég munkatársai által írt WVASE32 programmal hajtottam végre [Woollam].

A nikkel ionokkal implantált mintán a csatornahatással kombináltan végzett ionsugaras mérés teljes amorfizációt mutatott. A kristályos SiC sűrűségét alkalmazva az amorfizált réteg vastagságára 790 nm adódott. A mechnikus lépcsőmagasság-mérésből 105 nm különbség adódott az implantált és a nem implantált felületek magassága között, ez jelentős térfogatváltozásra, duzzadásra (swellingre) és sűrűségcsökkenésre utal. A felületi érdességre 1,5 nm adódott az atomerő-mikroszkópos mérésből. A nikkel ionokkal implantált mintán mért SE spektrumok kiértékelését egyréteges optikai modell feltételezésével végeztem. 2 nm vastag SiO2 réteget feltételeztem a szubsztrátként tekintett amorfizált szilíciumkarbidon. A félvégtelen szubsztrátként tekintett amorfizált SiC dielektromos függvényének leírására a Tauc-Lorentz összefüggést választottam [Jell96]. A 4.2.3.2.3. táblázat a Tauc-Lorentz összefüggéssel végzett illesztés eredményét mutatja.



*4.2.3.2.5.* ábra. A 860 keV energiájú nikkel ionokkal implantált SiC mintán 3500 keV energiájú hélium-ionnyalábbal végzett csatornázott és véletlenirányú ionvisszaszórási mérések spektrumai. A mért véletlenirányú spektrumot telt körökkel, míg a csatornairányú mért spektrumot üres körökkel ábrázoltuk.



4.2.3.2.6. ábra. A 860 keV energiájú nikkel ionokkal implantált SiC minta mért és számított ellipszometriai spektrumai. A mért  $\Psi$  értékeket üres négyzetek, a mért  $\Delta$  értékeket üres háromszögek jelzik. A számított spektrumokat folytonos vonallal rajzoltam.

dc\_262\_11



4.2.3.2.7. ábra. A több különböző energiájú argon ionnal implantált SiC mért és számított ellipszometriai spektrumai. A mért  $\Psi$  értékeket négyszögek, a mért  $\Delta$  értékeket háromszögek jelzik, a számított spektrumokat folytonos görbe jeleníti meg. Az ábrabetét a méréskiértékelés alapjául szolgáló optikai modellt mutatja, a "0 sic 1 mm" karaktersorozat az egykristályos SiC szubsztrátot jelzi. A "genosc2" karaktersorozat a Tauc-Lorentz összefüggéssel leírt dielektromos függvényre utal.

Implantált ion	Amorfizált réteg vastagsága [nm]		Felületi érdesség [nm]	Duzzadás [nm] (swelling)
	SE	Ionsugaras		
Ni <sup>+</sup>	-	790	1,5	105
$\operatorname{Ar}^{+}$	180	160	0,7	38

4.2.3.2.2. táblázat. Az amorfizált réteg vastagsága, a felületi érdesség, a duzzadás (swelling) a spektroellipszometriai (SE), az ionsugaras, az atomerő mikroszkópiai mérés és a lépcsőmagasság-mérés eredményei alapján.

A 4.2.3.2.8. ábrán (amelyet a [Loh08a] publikációban közöltünk) a fentiekben ismertetett három kísérletben, valamint Petrik Péterrel és munkatársaival együtt [Pet04] az ionimplantációval amorfizált SiC-ra meghatározott törésmutató és extinkciós együttható hullámhosszfüggését ábrázoltuk az egykristályos SiC-re vonatkozó adatokkal együtt. Musumeci és munkatársai eredményét is feltüntettük [Mus96]. Szembetűnő a nagymértékű eltérés az egyes kísérletekben meghatározott adatok között.



4.2.3.2.8. ábra. A különböző kísérletekben ionimplantációval amorfizált SiC törésmutatója (n) és extinkciós együtthatója (k) a fényhullámhossz függvényében. "Zollner et al": [Zol99], "Musumeci et al": [Mus96], "Shaaban et al [Sha03]": [Sha03b], [Pet04], "[Loh08]": [Loh08a].

dc\_262\_11

Paraméter	Nikkel ionokkal implantált SiC	Argon ionokkal implantált SiC
E <sub>TLG</sub> (a tiltott sáv szélessége) [eV]	$0,71 \pm 0,02$	$0,55 \pm 0,06$
$E_{TL}$ (az oszcillátor energiája) [eV]	$3,94 \pm 0,2$	$5,7 \pm 0,1$
C <sub>TL</sub> (kiszélesedés) [eV]	$6,4 \pm 0,1$	$7,3 \pm 0,5$
A <sub>TL</sub> (az oszcillátor amplitúdója)	66 ± 2	$72 \pm 6$
Illesztési paraméter	$2,28 \pm 0,05$	$1,4 \pm 0,3$

4.2.3.2.3. táblázat. A Tauc-Lorentz összefüggéssel végzett illesztés eredménye.

A különböző ionimplantációs körülmények mellett amorfizált SiC minták dielektromos függvényeinél tapasztalt jelentős mértékű eltérés nézetem szerint az ionimplantáció által okozott duzzadás (swelling) és jelentős sűrűségcsökkenés miatt következett be. Tíz és harminc százalék közötti sűrűségcsökkenést észlelt több kutatócsoport az eltérő ionimplantációs körülmények között besugárzott mintáik esetén [Wil83, Hio86, McH93, Hee95, Bol95, Con96]. Heera és munkatársai 2 MeV energiájú Si ionokkal végzett 2x10<sup>16</sup> ion/cm<sup>2</sup> fluenciájú ionimplantáció után 12 százalékos sűrűségcsökkenést észleltek [Hee97]. Jiang és munkatársai duzzadást (swellinget) figyeltek meg ionimplantált SiC felületén [Jia04].

#### 3. Összefoglalás, tézispont

Az ionimplantáció hatására a SiC-ban bekövetkező, az ionoktól függő mértékű sűrűségváltozás miatt egymástól jelentős mértékben eltérő dielektromos függvény adódik az amorfizált SiC-ra. Ez nehezebbé teszi az ellipszometriai módszer alkalmazását az amorfizált SiC réteg vastagságának mérésére az ionimplantált szilícium esetéhez képest: egyszerre kell meghatározni az ionimplantált SiC dielektromos függvényét (Tauc-Lorentz parametrizálással) és az implantált (rácskárosodott) réteg vastagságát.

Tézispont: A különböző ionimplantációs kísérletekben amorfizált SiC minták esetén szignifikánsan különböző dielektromos függvények adódtak, ezt a mások által megfigyelt, az ionimplantáció során bekövetkező 10-30% közötti sűrűségcsökkenéssel magyaráztam. Ehhez 200 keV energiájú alumínium ionokkal, 860 keV energiájú nikkel ionokkal és multienergiájú (40, 100, 135 keV) argon ionokkal amorfizált SiC komplex dielektromos függvényét határoztam meg spektroellipszometriai mérések kiértékeléséből [Sha03b, Loh08a].

### dc\_262\_11 4.3. SiC nanokristályok szilíciumdioxid-szilícium határfelületén

#### 4.3.1. Bevezetés, előzmények

A széles tiltott sávú kristályos szilíciumkarbid sok előnyös fizikai és kémiai tulajdonsággal rendelkezik, ezért széleskörű felhasználása várható a jövőben. Előrejelzések szerint a magas hőmérsékleten működő nagyfrekvenciás teljesítményelektronikai eszközök készülhetnek majd belőle nagy hővezetőképességének és nagy elektron telítési sebességének köszönhetően [Ruf94, Cas96, Bry97, Sch97, Park98, Wil06, Wri08, God11, Nog11].

Köbös szerkezetű SiC (3C-SiC) réteg kémiai gőzfázisú leválasztással növeszthető egykristályos szilícium szubsztrátra [Nor96]. Az első lépés a Si felület karbonizációja, ennek során az epitaxiális növekedéshez szükséges magok keletkeznek. Homokiné Krafcsik Olga és szerzőtársai írták le azt a módszert amellyel SiC krisztallitokat lehet növeszteni a SiO<sub>2</sub>/Si határfelületen [Kra02], a kísérleteket a BME Fizikai Intézetében, az Atomfizika Tanszéken végezték. Mivel a szén csak oxigén jelenlétében hatol be a szilíciumdioxidba, szénmonoxid atmoszférában végrehajtott hőkezelést alkalmaztak arra, hogy szenet juttassanak a szilíciumdioxid-szilícium rendszerbe [Kra00]. A hőkezelés után SiC krisztallitokat tudtak kimutatni a szilíciumdioxid-szilícium köztes felületen [Kra02], ezt a 4.3.1.1. ábrán látjuk.



4.3.1.1. ábra. Sötét terű keresztmetszeti transzmissziós elektronmikoszkóp-felvétel a 1190 °C-on 3 óra hosszat CO-ot tartalmazó gázkeverékben hőkezelt SiO<sub>2</sub>/Si szerkezetről, a határfelület szilícium felőli oldalán láthatók a kb 15-20 nm vastag, 20 – 70 nm hosszú világos tartományok, ezek a SiC krisztallitok [Kra02].

A nanométeres mérettartományba eső SiC szemcsék optoelektronikai alkalmazásokban kaphatnak szerepet. Fontosnak tartom említeni, hogy a fenti eredmények alapján egy szabadalmi bejelentésre is sor került [Deá01]. A két intézmény (BME és MTA MFA) kutatói gyümölcsöző közös kutatásokat végeztek az említett témában [Mak05, Pon06, Péc07, Pon07, Loh08b, Pon09].

Az egykristályos szilícium [Pal85a] és az egykristályos SiC [Pal85b] valamint az egykristályos szilícium magashőmérsékletű oxidációjakor keletkező SiO<sub>2</sub> [Pal85c] dielektromos függvénye nagymértékben különbözik egymástól. Ez adta az ötletet, hogy spektroellipszometriai (SE) méréssel is meg kellene próbálnom a kialakult rétegrendszerről minél több információt szerezni, reménykedtem abban, hogy a köztes felületen kialakuló réteg optikailag kezelhető lesz az úgynevezett effektív közeg közelítéssel [Asp82, Bru35]. Egy másik motiváció: az MTA RMKI van de Graaff gyorsítóberendezése alkalmas arra, hogy 3,5-4,0 MeV energiájú hélium ionokat is gyorsítsanak vele, így a szén ionsugaras analitikai módszerrel tervezett kimutatása az említett energiatartományban jelentkező igen jelentős szórási hatáskeresztmetszet-növekedés következtében jó eséllyel megvalósítható.

#### 4.3.2. Kísérletek, méréskiértékelések összehasonlítása

1100 °C-on száraz oxigénben n-típusú, 0,64-0,96 Ohmcm fajlagos vezetőképességű Wacker-gyártmányú szilícium egykristályra oxidréteget növesztettek. Ezt a szerkezetet 5,4 % szénmonoxidot és argont tartalmazó gázkeverékben hőkezelték 1190 °C-on 20 óra, illetve 102 óra időtartamig. A 20 óra hosszat hőkezelt mintát a továbbiakban a #20, a 102 óra hosszat hőkezelt mintát pedig #102 mintaszámmal jelölöm.

A SE méréseket a SOPRA cég által gyártott ES4G típusú forgó polarizátoros spektroszkópiai ellipszométerrel végeztem a 250-820 nm hullámhossztartományban.

Az első ionvisszaszórás-méréseket 3550 keV energiájú He<sup>+</sup> ionnyalábbal hajtotta végre Nguyen Quoc Khánh kollégám. Az energia kiválasztásánál (3550 keV) szerepet játszott a szórási hatáskeresztmetszetben és így a szénkimutatás érzékenységében mutatkozó hatszoros tényező. Ezt a [Gur00] cikkből kölcsönzött ábrával az előző fejezetben (4.2.3.) szemléltettem.

A 102 óra hosszat hőkezelt (#102 számú) mintán 3550 keV energiájú hélium-nyalábbal végzett csatornázott és véletlenirányú ionvisszaszórási mérés spektrumai a 4.3.2.2. ábrán láthatók [Loh08b]. A csatornahatás alkalmazásával sikerült növelni a szénkimutatás érzékenységét a háttér csökkentésével. A számított spektrumok a Kótai Endre által megalkotott

105

RBX program segítségével készültek [Kót94]. A csatornázott spektrumban a köztes felületnél levő szénatomoktól származó csúcs kisebb mint a véletlenirányú spektrumban látható csúcs, ez arra utal, hogy az ott levő SiC-klaszterek egykristályos szerkezetűek és ezért csökkent a szórási hozam a csatornázott spektrumban. Keresztmetszeti transzmissziós elektronmikroszkópiai felvételek mutatják, hogy ezek a SiC krisztallitok köbös szerkezetűek [Kra02].

A mintákon mért SE spektrumok kiértékelése céljából négy különböző optikai modellt konstruáltam. Először tekintsük a #20 jelű, azaz a 20 óra hosszat hőkezelt mintát. A legegyszerűbb modell: SiO<sub>2</sub> réteg egykristályos szilícium szubsztráton. Egyetlen szabad paraméter van, a SiO<sub>2</sub> réteg vastagsága. Az illesztést elvégezve igen nagy érték adódott az illesztés jóságát leíró  $\sigma$  paraméterre: 0,9. (Ez azt jelenti, hogy az illeszkedés rossz.)

A második optikai modellben két réteg volt az egykristályos szilícium szubsztráton: a levegő felől haladva: SiO<sub>2</sub> réteg majd egykristályos SiC réteg. Mindkét réteg esetében a rétegvastagság volt a szabad paraméter. Az illesztés jóságára adódó érték jelentős javulást mutatott a 0,9-hez képest:  $\sigma = 0,3$ .



4.3.2.2. ábra. A 102 óra hosszat hőkezelt (#102 számú) mintán 3550 keV energiájú héliumnyalábbal végzett csatornázott és véletlenirányú ionvisszaszórási mérések spektrumai. A mért véletlenirányú spektrumot "+" szimbólummal, míg a csatornairányú mért spektrumot "×" szimbólummal ábrázoltuk. A minta felületén levő szilícium-, oxigén- és szénatomokról visszaszóródó hélium ionok által okozott csúcsokat "Si", "O" és "C at surface" karakterek jelölik lefelé mutató nyilakkal együtt. A SiO<sub>2</sub> réteg és az egykristályos szilícium határfelületén nőtt SiC krisztallitok szénatomjairól is szóródnak vissza hélium-ionok, az általuk okozott csúcsot "C at interface" karaktersorozattal jelöltük. A szaggatott és a folytonos vonal a Kótaiféle RBX programmal végzett számítás eredménye [Kót94].

A következő optikai modell egyréteges modell volt: az egykristályos szilícium szubsztráton olyan keverékréteget tételeztem föl, amely SiO<sub>2</sub> és egykristályos SiC keveréke. A kiértékelést elvégezve ismét jelentős javulást jelzett a jóságot leíró paraméter,  $\sigma = 0,1$ .

A negyedik modell kétréteges volt: a levegő felől haladva a szubsztrát felé: SiO<sub>2</sub> réteg majd keverék réteg (egykristályos SiC és szilícium keveréke) szilíciumon. A szabad paraméterek száma három volt: a két rétegvastagság és a keverékrétegben az egykristályos SiC térfogatszázaléka. A mért és illesztett spektrumok az optikai modellel és az eredményekkel együtt a 4.3.2.3. ábrán láthatók. A  $\sigma$  paraméter ismét jelentősen csökkent: 0,052. Megállapítható a jó egyezés a mért és a generált görbék között. A 4.3.2.4. ábra szemlélteti a fent elmondottakat.



4.3.2.3. ábra. A 20 óra hosszat hőkezelt mintán (#20) mért ellipszometriai spektrumokat "×" szimbólumok jelölik, az ábrabetét a kétréteges optikai modell részleteit mutatja a kiértékelés során meghatározott rétegvastagságokkal és térfogatszázalékokkal. A folytonos vonal a kiértékelés eredményei alapján számított spektrumokat mutatja. Jó az egyezés a mért és a számított spektrumok között.

A 4.3.2.5. ábra a 102 óra hosszat hőkezelt mintán (#102) mért ellipszometriai spektrumokat és a kiértékelés után elvégzett számítás eredményeképpen előállt spektrumokat jeleníti meg. Az ábrabetét a kétréteges optikai modellt és a kiértékelés eredményeit mutatja.



4.3.2.4. ábra. A 20 óra hosszat hőkezelt mintán (#20) mért ellipszometriai spektrumok kiértékelése céljából konstruált négy optikai modell vázlata és a kiértékelés jóságát jellemző  $\sigma$  értékek (minél kisebb a  $\sigma$ , annál jobb az illeszkedés).

A 4.3.2.1. táblázatban összehasonlítom a SiC nanokristályokat tartalmazó réteg
vastagságára és összetételére az ionsugaras analitikai módszerrel és a spektroszkópiai ellipszometriával kapott értékeket a 102 óra hosszat hőkezelt minta esetén. Mind a rétegvastagság mind a réteg összetételére nézve az egyezés figyelemreméltóan jó.



4.3.2.5. ábra. A 102 óra hosszat hőkezelt mintán (#102) mért ellipszometriai spektrumokat "×" szimbólumok jelölik, az ábrabetét a kétréteges optikai modell részleteit mutatja a kiértékelés során meghatározott rétegvastagságokkal és térfogatszázalékokkal. A folytonos vonal a kiértékelés eredményei alapján számított spektrumokat mutatja. Kielégítő az egyezés a mért és a számított spektrumok között.

	Ionsugaras mérésből	Spektroellipszometriából	
Rétegvastagság [nm]	$27 \pm 3$	$25,7 \pm 0,3$	
Összetétel	85% SiC + 15% Si	89% SiC + 11% Si	

4.3.2.1. táblázat. A SiC nanokristályokat tartalmazó réteg vastagságára és összetételére az ionsugaras analitikai módszerrel és a spektroszkópiai ellipszometriával kapott értékek a 102 óra hosszat hőkezelt minta esetén.

#### 3. Összefoglalás, tézispont

Nagy hatáskeresztmetszetű rugalmas nukleáris szórást alkalmazva sikerült a szénmonoxidot tartalmazó gázkeverékben hőkezelt szilíciumdioxid-szilícium rendszer köztes felületén nőtt szilíciumkarbid nanokristályok széntartalmát megmérni és ezzel a rétegstruktúra érintés- és roncsolásmentes kvantitatív metrológiájára konstruált spektroellipszometriai módszert ellenőrizni.

Tézispont: Optikai modellt dolgoztam ki a korábbi publikációkból ismert, szénmonoxidot tartalmazó gázkeverékben hőkezelt szilíciumdioxid-szilícium rendszer köztes felületén nőtt szilíciumkarbid nanokristályok vizsgálatához. Az ellipszometriai spektrumokat kétréteges optikai modellel illesztve, a szilíciumkarbid nanokristályokat és szilíciumot tartalmazó rétegre az effektív közeg közelítést alkalmazva határoztam meg a rétegek vastagságait és a szilíciumkarbid krisztallitok térfogatszázalékát amit sem az ionsugaras analitikai módszer, sem a keresztmetszeti transzmissziós elektronmikroszkópia egymaga nem tudott szolgáltatni. A szilíciumkarbid-térfogatszázalékból meghatározott szénmennyiség jól egyezik a csatornahatással kombinált visszaszórási mérések eredményével [Loh08b].

### dc\_262\_11 4.4. Nióbiumpentoxid rétegek dielektromos függvényei

#### 4.4.1. Bevezetés, előzmények

Nióbiumpentoxid vékonyrétegek növekvő mértékben kerülnek alkalmazása a modern technológiai lépésekben a nagy tiltott sáv, a magas törésmutató, a nagyfokú kémiai és termikus stabilitás miatt [Ric01, Lir05, Szy05, Mas06]. Nióbiumoxid vékonyrétegek különböző kémiai és fizikai leválasztási módszerrel készíthetők [Joh11, Lir05, Lai06, Mas06, Ven02, O'N03, Mar93]. A különféle fölhasználásokban, például az optikai vékonyréteg-rendszerek tervezéséhez fontos tudni ezeknek a nióbiumpentoxid rétegeknek a pontos optikai adatait, a rétegvastagságot és a rétegnövekedési sebességet, a 4.4.1.1. ábra egy példát mutat erre.



4.4.1.1. ábra. Richter és munkatársai hat nióbiumpentoxid-szilíciumdioxid rétegpárból álló szerkezetet terveztek és készítettek azért, hogy a 446 nm-es, az 532 nm-es és a 629 nm-es fényhullámhossznál nagy reflexiós együtthatót érjenek el [Ric01]. A legalsó réteg króm.

A fönti meggondolások motiválták vizsgálatainkat, amelyeket spektroszkópiai ellipszometriával (SE), ionsugaras analitikai módszerrel és röntgen-diffrakcióval végeztünk.

#### 4.4.2. Saját kísérleteink

Polírozott szilícium szeletekre nióbiumoxid portargetből rádiófrekvenciás katódporlasztással választotta le Serényi Miklós a vékonyrétegeket argon – oxigén atmoszférában. A leválasztás alatt a nyomás 0,3 - 1,2 Pa volt, az oxigénáramlás sebessége 2-40 ml/min volt, a DC porlasztási feszültség 1,2 - 2,0 kV között volt, a leválasztási idő egy vagy két óra volt. A leválasztás alatt a mintatartó vízhűtése be volt kapcsolva. Az 1. táblázat tartalmazza a mintakészítéshez választott paramétereket.

Az ellipszometriai méréseket egy M-2000F típusú, Woollam gyártmányú forgó kompenzátoros spektroszkópiai ellipszométeren végeztük a 250 – 900 nm hullámhossztartományban öt különböző beesési szög mellett (60°, 65°, 70°, 75° és 80°). Egy mintát egy M-88 típusú, Woollam gyártmányú spektroszkópiai ellipszométerrel mértem meg.

Az ionsugaras analitikai méréseket N.Q. Khánh és Zolnai Zsolt végezték az MTA RMKI Van de Graaff gyorsítóberendezésénél.

A röntgendiffrakciós méréseket Horváth Zsolt Endre végezte egy Bruker gyártmányú AXS D8 Discover típusú berendezésen, amely Göbel-tükörrel és szcintillációs számlálóval van fölszerelve.

A fenti módszerek alkalmazásával elért eredményeinket folyóiratcikkben közöltük [Ser08]. A mért SE adatok kiértékeléséhez háromrétegű optikai modellt konstruáltam (4.4.2.1. ábra).



4.4.2.1. ábra. A SE spektrumok kiértékeléséhez konstruált háromrétegű optikai modell.

Az egykristályos szilícium szubsztráton levő natív szilíciumoxidréteg az első réteg (a sztöchiometrikus SiO<sub>2</sub> dielektromos függvényét választottam e réteg leírására [Her98]), a következő réteg a leválasztott nióbiumpentoxid réteg, dielektromos függvénye leírására a Tauc-Lorentz oszcillátort választottam [Tau66, Tau69, Jel96a, Jel96b], a harmadik réteggel a felületi érdességet vettem figyelembe. Az effektív közeg közelítés [Bru35, Asp82] alapján került meghatározásra e réteg dielektromos függvénye, a réteget 50% üregből és 50% alul levő anyagból (nióbiumpentoxid) állónak feltételeztem. A kiértékelés során nyolc szabad (avagy meghatározandó) paraméter szerepelt az egyenletekben: a rétegek vastagságai és a Tauc-Lorentz összefüggésben szereplő öt mennyiség [Tau66, Tau69, Jel96a, Jel96b].

A méréskiértékelésre példaként az A250 minta mért és a kiértékelés eredményei alapján számított spektrumokat mutatom be a 4.4.2.2. ábrán. A mért és a számított spektrumok közötti egyezés igen jó.



4.4.2.2. ábra. Mért és a kiértékelés után számított spektrumok az A250 minta esetén.

A 4.4.2.1. táblázat tartalmazza a mintakészítéshez választott paraméterek mellett a SE adatok kiértékeléséből meghatározott felületi érdességet, rétegvastagságot, a szilícium felületén lévő oxidréteg vastagságát, a törésmutatót az 550 nm-es fényhullámhosszon és az optikai sávszélesség, valamint a rétegnövekedési sebesség értékeit.

A nióbiumpentoxid rétegek törésmutatói az 550 nm-es fényhullámhossznál 2,27-től 2,30-ig változnak, a tiltott sáv szélesség-értékei ( $E_{TLG}$ ) a 3,29 – 3,46 eV tartományban helyezkednek el. A 4.4.2.4. ábra az A245 és A249 minták törésmutatóját és extinkciós együtthatóját mutatja a fényhullámhossz függvényében.

Mintaszám	A246	A249	A247	A245	A243	A244	A250
Nyomás [Pa]	0,3	0,3	0,3	1	1	1	1,2
Oxigén- áramlási sebesség [ml/min]	2	6	6	5	10	15	40
DC feszültség [kV]	2	1,2	2	1,5	1,5	1,5	1,2
Időtartam [min]	60	120	120	60	60	60	120
Érdesség [nm]	1,6±0,8	2,49±0,04	2,64±0,07	2,37±0,05	2,19±0,03	2,20±0,05	2,58±0,04
Vastagság [nm]	328±3	126,9±0,1	362,2±0,4	165,2±0,2	129,1±0,1	123,6±0,2	119,1±0,1
Szilícium- oxid [nm]	3±2	5,1±0,1	5,3±0,2	0,0±0,1	5,11±0,07	7,5±0,1	7,1±0,1
Törés- mutató 550 nm-nél	2,3	2,3	2,29	2,26	2,27	2,27	2,28
E <sub>TLG</sub> (a tiltott sáv szélessége) [eV]	3,32±0,01	3,39±0,003	3,286±0,002	3,459±0,003	3,408±0,003	3,374±0,004	3,406±0,004
Növeke- dési sebesség [nm/min]	5,47	1,06	3,02	2,75	2,15	2,06	0,99

4.4.2.1. táblázat. A leválasztási paraméterek (nyomás, oxigénáramlási sebesség, feszültség, leválasztási időtartam) és a SE adatok kiértékeléséből meghatározott felületi érdesség, rétegvastagság, a szilícium felületén lévő oxidréteg vastagsága, törésmutató az 550 nm-es fényhullámhosszon, a tiltott sáv szélessége, rétegnövekedési sebesség.

A 4.4.2.5. ábra az A247 mintán végzett ionvisszaszórás mért és számított spektrumát mutatja. A négy különböző elemtől származó spektrumrészletek jól azonosíthatók. A spektrumokat N.Q. Khánh és Zolnai Zsolt az RBX program alkalmazásával értékelte ki [Kót94]. A nióbium és az oxigén mellett kb 2 atomszázalék argon is jelen van a leválasztott rétegben. A Nb/O arány az A247 minta esetében sztöchiometrikus (2:5), az A244 minta esetében kismértékben eltér a sztöchiometrikustól (2:5,14).



4.4.2.4. ábra. A kiértékelésből származó törésmutató (a) és extinkciós együttható (b) hullámhosszfüggése az A245 és A249 minta esetén.

dc\_262\_11



4.4.2.5. ábra. Az A247 jelű nióbiumpentoxid minta mért és számított RBS-spektruma.

A leválasztott niobiumpentoxid rétegek röntgendiffrakciós spektrumai a kristályosságnak semmilyen nyomát nem mutatták. Az 500 °C-on 6 perc hosszat hőkezelt A248 minta röntgendiffrakciós spektruma sem mutatta a kristályosságnak semmilyen nyomát. Ugyanennek a mintának az 500 °C-os 24 órai hőkezelése után a röntgendiffrakciós spektrum az ortorombos Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> fázisra jellemző csúcsokat mutatta (JCPDS Nr.: 71-0336), ahogy ezt a 4.4.2.6. ábrán láthatjuk. Az ábrabetét a (001) csúcs FWHM értékének pontosabb meghatározása céljából kisebb szöglépésekkel megismételt mérést mutatja. Az átlagos krisztallitméretre a Scherrer-formula alapján végzett becslés eredményeképpen 60 nm-t kapott Horváth Zsolt Endre.

Az 500 °C-os 24 órai hőkezelés hatását a 6 perces hőkezelés hatásával a 4.4.2.7. ábrán hasonlítom össze a törésmutató és az extinkciós együttható hullámhosszfüggésének ábrázolásával. A 24 órás hőkezelés hatására a törésmutató maximuma az alacsonyabb hullámhosszak irányába tolódott az ultraibolya tartományban. Az extinkciós együttható a 24 órás hőkezelés esetén szignifikánsan alacsonyabb értékeket mutat a 250 – 330 nm

hullámhossztartományban mint a 6 perces hőkezelés esetén.

A felületi érdesség réteg vastagsága 1,6 nm-től 2,6 nm-ig változik a leválasztott és nem hőkezelt minták esetén. A szilícium szubsztrát és a nióbiumoxid réteg közötti vékony réteget a jelen optikai modellben szilíciumdioxidnak tételeztem fel, a kiértékelés a 0 - 7,5 nm vastagságtartományba eső értékeket adott. Az A245 minta esetén kapott 0,0±0,1 nm értéket eddig nem sikerült értelmezni. Az 5 - 7,5 nm tartományba eső rétegvastagságok nagyjából kétszer olyan vastagok mint a polírozott szilícium egykristály tetején mért natív oxid vastagság. A vastagabb szilíciumoxid réteg keletkezését az oxigéntartalmú gáz jelenlétében végbemenő ionbombázás is okozhatja.





A csúcsok az ortorombos  $Nb_2O_5$  fázis Miller-indexeivel vannak jelölve. Az ábrabetét a (001) csúcs FWHM értékének pontosabb meghatározása céljából kisebb szöglépésekkel megismételt mérést mutatja.

A rétegleválasztásnál alkalmazott egyenfeszültség jelentős mértékben megváltoztatja a rétegnövekedési sebességet: az A249 és A247 minták esetében a feszültség nagyjából másfélszeres növelése körülbelül háromszoros növekedést okozott a rétegnövekedési sebességben, miközben a nyomás, az oxigénáramlási sebesség és a leválasztási idő ugyanakkora volt.



4.4.2.7. ábra. Az 500 °C-os 24 órai hőkezelés hatásának összehasomlítása a 6 perces hőkezelés hatásával a törésmutató és az extinkciós együttható hullámhosszfüggésének ábrázolásával. A 24 órás hőkezelés hatására a törésmutató maximuma az alacsonyabb hullámhosszak irányába tolódott az ultraibolya tartományban. Az extinkciós együttható a 24 órás hőkezelés esetén szignifikánsan alacsonyabb értékeket mutat a 250 – 330 nm hullámhossztartományban mint a 6 perces hőkezelés esetén.

Rétegleválasztási módszer	Vastagság [nm]	Törésmutató 550 nm-nél	Hivatkozás, illetve mintaszám	
Plazmával segített kémiai gőzfázisú leválasztás	300-700	2,24	[Mas06]	
	165,2±0,2	2,26	[Ser08], A245	
Rádiófrekvenciás	129,1±0,1	2,27	[Ser08], A243	
porlasztás	119,1±0,1	2,28	[Ser08], A250	
	362,2±0,4	2,29	[Ser08], A247	
	328±3	2,3	[Ser08], A246	
Reaktív magnetronos porlasztás	300	2,3	[Ven02]	
	550	2,29		
Alacsony frekvenciájú reaktív	1080	2,31		
magnetronos	1630	2,32	[Lai06]	
porlasztás	2010	2,28		
	2400	2,25		
	2900	2,23		

dc\_262\_11

4.4.2.2. táblázat. A különböző kutatócsoportok által használt rétegleválasztási módszerek, a leválasztott nióbiumoxid rétegek vastagságai, a törésmutató az 550 nm-es fényhullámhossznál, hivatkozások, illetve mintaszámok.

A 4.4.2.2. táblázatban a különböző kutatócsoportok által használt rétegleválasztási módszereket, a leválasztott nióbiumoxid rétegek vastagságait, a rétegek 550 nm-es fényhullámhossznál meghatározott törésmutatóit hasonlítom össze. Figyelemreméltó, hogy Lai és munkatársai szintén tapasztaltak törésmutató változást a rétegvastagság függvényében.

#### Összefoglalás, tézispont:

Argon-oxigén gázkeverékben rádiófrekvenciás katódporlasztással leválasztott nióbiumoxid vékonyrétegek esetén spektroszkópiai ellipszometriai mérésekből határoztam meg a dielektromos függvényt és az optikai tiltott sáv értékét. Ezen spektroszkópiai ellipszometriai vizsgálatokhoz kifejlesztettem egy háromréteges, Tauc-Lorentz oszcillátort tartalmazó optikai modellt.

### dc\_262\_11 4.5. Nanokristályos gyémántrétegek vizsgálata

#### 4.5.1. Bevezetés, előzmények

Az utóbbi időben a polikristályos, nanokristályos és ultrananokristályos gyémántrétegek előállítása és tulajdonságaik vizsgálata iránti érdeklődés megnőtt, ez a rétegek nagy keménységének, kémiai ellenállóképességének, biokompatibilitásának, magas törésmutatójának és felületi simaságának köszönhető [Bar09, Bra08, Bru05, Col92, Con91, Csi09, Deá07, Fra08, Gup01, HuZ07, Kát00, Kla10, Lee98a, May10, Pin97, Rich11, Zim08]. Bruno és munkatársai a szubsztrát hőmérsékletének a gyémántréteg növekedésére gyakorolt hatását vizsgálták [Bru05]. Barbosa és munkatársai kísérletei szerint a gyémánt és nemgyémánt fázisok közötti versengés a felelős a standard leválasztási eljárásnál tapasztalthoz képest alacsonyabb aktiválási energiáért [Bar09]. Reichart és munkatársai 17 MeV-os proton mikronyalábos méréssel analizálták a CVD (Chemical Vapor Deposition, kémiai gőzfázisú leválasztás) módszerrel leválasztott polikristályos gyémánt mintában a hidrogén háromdimenziós eloszlását. Azt találták, hogy a legtöbb hidrogén a szemcsehatároknál található [Rei04]. Ha a metán és a hidrogén keverékéhez nemesgázt kevernek, akkor nanokristályos vagy ultrananokristályos gyémántréteg állítható elő [Bar09, Fox09, May06, Xia04]. May és munkatársai a polikristályos gyémántréteg kémiai gőzfázisú leválasztása esetén szimulálták a rétegnövekedést egy egyszerűsített Monte Carlo modellel [May10]. Koháry és munkatársai a magképződés alatti ionbombázás hatását modellezték atomisztikus szimulációval [Koh02]. Csorbai és munkatársai tűlyukmentes gyémánt védőréteget választottak le szilícium alapú kapacitív nyomásmérő szenzorra [Cso02].

Az általam kezdeményezett vizsgálatok célja az volt, hogy a BMGE Atomfizika Tanszékén mikrohullámú plazmával segített kémiai gőzfázisú leválasztással (Microwave Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition, MWPECVD) készített nanokristályos és ultrananokristályos gyémántrétegek optikai tulajdonságait, összetételét, szerkezetét meghatározzuk [Loh11]. Az alkalmazott módszerek közül a spektroszkópiai ellipszometriát tekintem a legfontosabbnak. A roncsolás- és érintésmentes spektroszkópiai ellipszometriát (SE) sikerrel alkalmazták a törésmutató, a rétegvastagság, a mikroszerkezet és egyéb tulajdonságok meghatározására a szénrétegek, gyémántszerű szénrétegek és gyémántrétegek esetében [Con91, Col92, Pin97, Koó98, Lee98a, Gup01, Bud07, HuZ07, Fra08, Zim08].

#### 4.5.2. Saját kísérletek

A gyémántrétegek leválasztására szolgáló berendezés részletes leírása a [Kát99, Csi09]

cikkekben található. A rétegeket egykristályos szilícium szubsztrátra választotta le Csíkvári Péter. A szubsztrátok előkezelésére az úgynevezett "bias enhanced nucleation" módszert használta, -200 V bias feszültséget alkalmazott. Az előkezelés CH<sub>4</sub> és H<sub>2</sub> gázkeverékben történt, a gázáramlás 100 sccm, a nyomás 25 mbar, a szubsztrát hőmérséklet 750 °C, a mikrohullámú teljesítmény 750 W volt.

Az előkezelés után következő rétegépítési lépésben Ar,  $CH_4$  és  $H_2$  gázkeveréket használt, a nyomás 40 mbar, a szubsztrát hőmérséklete 700 °C, a mikrohullámú teljesítmény 1200 W volt. A metán koncentrációja minden esetben 1% volt, az argon koncentrációját 10% és 95% között változtatta. A gázáramlás 300 sccm volt. A mintakészítés adatai a 4.5.2.1. táblázatban láthatók.

Mintaszám	Argon, hidrogén és metán koncentráció a gázkeverékben (%)	Leválasztási időtartam
ncd110	10, 89, 1	1 óra
ncd120	30, 69, 1	1 óra 7 perc
ncd130	50, 49, 1	1 óra 35 perc
ncd140	70, 29, 1	2 óra
ncd150	90, 9, 1	3 óra
ncd160	95, 4, 1	3 óra 40 perc

4.5.2.1. táblázat. Az egyes gyémántrétegek készítéséhez használt gázkeverék összetétele és a leválasztási időtartam.

A spektroellipszometriai (SE) méréseket a J.A. Woollam Co., Inc. cég által gyártott M-2000DI típusú forgó kompenzátoros spektroszkópiai ellipszométerrel végeztem hat beesési szögnél (55°, 58°, 61°, 64°, 67° és 70°) a 190 – 1690 nm hullámhossz-tartományban. Különböző optikai modelleket konstruáltam, a modellek alapján számított spektrumokat a WVASE kiértékelőprogram segítségével hasonlítottam össze a mért spektrumokkal.

A röntgendiffrakciós méréseket Horváth Zsolt Endre végezte egy Bruker gyártmányú AXS D8 Discover típusú diffraktométeren, amely Göbel-tükörrel és kétdimenziós pozícióérzékeny GADDS detektorral van fölszerelve.

A minták felületi érdességét Veeco diInnova típusú atomerő-mikroszkóppal határozta meg Dávid Szabolcs a BMGE Elektronikai Technológia tanszékén.

A rétegek elemösszetételével kapcsolatosan fölmerül a gondolat: a leválasztásnál használt gázkeverékből beépül-e hidrogén illetve argon a rétegekbe.

A fenti kérdés megválaszolására ionsugaras analitikai módszerek használatát javasoltam, az esetlegesen beépült argont Rutherford-visszaszórással (RBS), az esetlegesen beépült hidrogént a rugalmasan kilökött atomok detektálásán alapuló ERDA (Elastic Recoil Detection Analysis) módszerrel javasoltam meghatározni. A méréseket Nguyen Quoc Khánh végezte az MTA RMKI Van de Graff elektrosztatikus gyorsítóján 1,6 MeV energiájú <sup>4</sup>He<sup>+</sup> ionnyalábbal. Az ERDA-kísérletben 6 mikrométer vastag mylar fóliát használt az előreszóródott <sup>4</sup>He<sup>+</sup> ionok megállítására. Nquyen Quoc Khánh a mért ERDA és RBS spektrumokat Kótai Endre RBX programjával [Kót94] értékelte ki.

#### 4.5.3. Eredmények, diszkusszió

A SE spektrumok kiértékelésére több optikai modellt konstruáltam. A legegyszerűbb modell (1-modell) három alrétegből áll: a szubsztráttal határos köztes réteg (1-alréteg), a nanogyémánt réteg (2-alréteg) és a felületi érdességet figyelembevevő réteg (3-alréteg). Mind az 1-alréteg, mind a 3-alréteg keverék réteg. Az 1-modell vázlata a 4.5.3.1. ábrán látható.

A szubsztráttal határos alréteg-1 a szubsztrát anyagának (amely a jelen esetben egykristályos szilícium) és a gyémántnak a keverékeként közelíthető. A felületi érdesség réteg pedig a levegő és a gyémánt keverékeként írható le. Mindkét esetben az effektív közeg közelítést [Bru35, Asp82] alkalmaztam és mindkét réteg esetén a 50 – 50 térfogatszázalékot feltételeztem a két anyagra. Így a két szóbanforgó alréteg esetén (alrétegenként) az egyetlen szabad paraméter az alréteg vastagsága volt. A nanogyémánt réteg törésmutatójának leírására a Cauchy-féle diszperziós relációt választottam, ebben öt szabad paraméter van (3.1.3. fejezet).

3-alréteg:	50% gyémánt (Cauchy) + 50% levegő
2-alréteg:	gyémánt (Cauchy)
1-alréteg:	50% gyémánt (Cauchy) + 50% szilícium
Szu	bsztrát: egykristályos szilícium

4.5.3.1. ábra. A leválasztott gyémántrétegeken mért ellipszometriai spektrumok kiértékelésére konstruált első háromréteges optikai modell (1-modell).

dc\_262\_11

1	2	3	4	5	6	7	8
Minta szám, argon koncent ráció a	Átlagos hidrogén tartalom az ERDA mérésből	Átlagos krisztallit méret a röntgen diffrakciós	A felületi érdesség réteg vastagsága az AFM	Törés mutató a 632.8 nm hullám hossznál	Törés mutató a 632.8 nm hullám hossznál	Törés mutató a 632.8 nm hullám hossznál	Réteg épülési sebesség
gázkeve rékben	[atom%]	mérésből [nm]	mérésből RMS [nm]	1-modell	2-modell	3-modell	
ncd110, 10%	1,8±0,5	20±4	9,6	2,364	2,407	2,410	5,43
ncd120, 30%	1,5±0,5	22±4	9,3	2,355	2,410	2,398	4,27
ncd130, 50%	1,0±0,3	24±5	9,1	2,365	2,409	2,397	2,61
ncd140, 70%	2,0±0,6	13±3	9,6	2,332	2,410	2,386	1,42
ncd150, 90%	4,0±1,2	13±3	6,7	2,337	2,350	2,350	0,83
ncd160, 95%	5,0±1,5	11±2	5,9	2,295	2,362	2,342	0,76

4.5.3.2. táblázat. A gyémántrétegek mért hidrogéntartalmainak átlagai, az átlagos krisztallitméret, az AFM mérésekből meghatározott felületi érdesség, a 2-alréteg törésmutatója a három különböző optikai modellel végrehajtott kiértékelések esetén, a rétegépülési sebesség a gázkeverék argonkoncentrációjának függvényében.

A nanogyémánt réteg vastagsága szintén szabad paraméter, így a szabad paraméterek száma összesen nyolc. Az egykristályos szilícium dielektromos függvényét Herzinger és munkatársai közleményéből vettem [Her98].

A 4.5.3.2. táblázatban a fentiek alapján végzett kiértékelésből származó törésmutatóértékek láthatók az 5. oszlopban.

A második háromréteges optikai modellt (2-modell) az effektív közeg közelítésre és a nemzetközi szakirodalomban közzétett referencia dielektromos függvényekre alapozva konstruáltam meg. Ezt a robosztus kiértékelési módszert többek között Collins és munkatársai alkalmazták sikeresen [Con91, Col92, Pin97, Lee98a, Gup01]. A szubsztráttal határos réteget és középső réteget egykristályos gyémánt, üvegszerű szén és levegő (üreg vagy vákuum) keverékének tekintettem. Az egykristályos gyémánt és az üvegszerű szén dielektromos függvényének hullámhosszfüggését a nemzetközi szakirodalomból vettem [Edw85, Wil72]. A

legfelső réteg a 1-modell kapcsán elmondottak szerint a felületi érdességet írja le és felerészben az alatta levő réteg anyagából és felerészben levegőből összetettnek tekintettem. A 4.5.3.2. ábra mutatja be a második optikai modellt. A szabad paraméterek összeszámolásánál tekintetbe veendő a 2-alréteg és 1-alréteg esetén a rétegenkénti két koncentrációt leíró szabad paraméter valamint az egyes alrétegek vastagsága, azaz összesen hét szabad paraméter.

3-alréteg:	50% alullévő anyag + 50% levegő
2-alréteg:	gyémánt + üvegszerű szén + levegő
1-alréteg:	gyémánt + üvegszerű szén + levegő
Szubs	ztrát: egykristályos szilícium

4.5.3.2. ábra. A leválasztott gyémántrétegeken mért ellipszometriai spektrumok kiértékelésére konstruált második háromréteges optikai modell (2-modell).

A 4.5.3.3. ábra a 2-modell alapján végzett kiértékelésekre mutat be egy példát: az 50% argont tartalmazó mintán (ncd130) mért és a modellen alapuló kiértékelést követően számított  $\Psi$  és  $\Delta$  értékeket mutatja a hullámhossz függvényében. Jelentős eltérést látunk a mért és generált  $\Psi$  értékek között a 190-220 nm hullámhossz-tartományban. (Csak a 70° beesési szögnél végzett mérés spektrumát és a hozzátartozó számított spektrumot ábrázoltam a jó láthatóság miatt.)

A 4.5.3.3. táblázat mutatja a 2-modell alapján végzett kiértékelésekből származó eredményeket.

Az 1-alréteg (a szubsztráttal szomszédos alréteg) összetételét szemlélve látjuk, hogy 20-33 térfogatszázalék üvegszerű szén (sp<sup>2</sup>-szén) van a különböző argonkoncentrációjú gázkeverékben készült mintákban. E rétegek vastagsága 38-41 nm között változik.

dc\_262\_11



4.5.3.3. ábra. 1% metánt, 49% hidrogént és 50% argont tartalmazó gázkeverékben leválasztott mintán (ncd130) a 70° beesési szögnél mért elipszometriai spektrumok összehasonlítása a 2-modell alapján kapott eredmények alapján számított spektrummal.

A 2-alréteg (a lényegi, a legvastagabb alréteg) esetén a fő komponens az egykristályos gyémánt dielektromos függvényével leírt sp<sup>3</sup>-szén, mellette igen alacsony koncentrációjú üvegszerű szenet és üreget látunk. A 2-alréteg vastagsága a 103 - 278 nm tartományban található. A felületi érdesség-réteg (3-alréteg) vastagsága 11 - 16 nm között változik.

A harmadik háromréteges optikai modellt (3-modell) szintén az effektív közeg közelítés alapján konstruáltam meg, azonban ebben az esetben az sp<sup>3</sup> komponens dielektromos

függvényének leírására a Tauc-Lorentz modellt választottam [Jel96a, Jel96b, Tau66, Tau69].

Mintaszám, argon koncentráció	1-alréteg (a szubsztrát fölötti réteg) rétegvastagság és összetétel	2-alréteg rétegvastagság és összetétel	3-alréteg (felületi érdesség) (nm)	MSE
ncd110z	40,8±0,5 nm	278,2±0,8 nm	15,2±0,2	13,35
10% Ar	diamond (Cauchy) 69,1% glassy-c 30,8±0,7% void 0,1±0,6%	diamond (Cauchy) 99,87% glassy-c 0,13 ±0,06% void 0,0±0,3%		
ncd120	39,9±0,5 nm	240,6±0,7 nm	11,3±0,2	14,02
30% Ar	diamond (Cauchy) 72,6% glassy-c 27,4 ±0,7% void 0,0±0,6%	diamond (Cauchy) 99,80% glassy-c 0,20±0,07% void 0,0±0,3%		
ncd130	39,2±0,7 nm	203,7±0,8 nm	11,3±0,2	15,74
50% Ar	diamond (Cauchy) 80,3% glassy-c 19,7 ±0,7% void 0,0±0,6%	diamond (Cauchy) 99,7% glassy-c 0,3 ±0,1% void 0,0±0,3%		
ncd140	40,5±0,5 nm	122,2±0,4 nm	12,2±0,1	17,32
70% Ar	diamond (Cauchy) 75,5% glassy-c 21,5 ±0,5% void 3,0±0,5%	diamond (Cauchy) 100,0% glassy-c 0,0±0,1% void 0,0±0,3%		
ncd150	38,1±1 nm	102,8±0,9 nm	15,7±0,2	21,37
90% Ar	diamond (Cauchy) 78,6% glassy-c 21,4±0,9% void 0,0±0,8%	diamond (Cauchy) 97,2% glassy-c 1,3 ±0,2% void 1,5 ±0,3%		
ncd160	40,1±0,4 nm	118,8±0,4nm	10,5±0,1	19,32
95% Ar	diamond (Cauchy) 67,2% glassy-c 32,8±0,6% void 0,0±0,5%	diamond (Cauchy) 98,8% glassy-c 0,0 ±0,1% void 1,2 ±0,3%		

4.5.3.3. táblázat. A rétegek vastagságai, a gyémánt (diamond (Cauchy)), az üvegszerű szén (glassy-c), az üreg térfogatszázalékok a modell-2 alapján végrehajtott kiértékelésekből.

Zimmer és szerzőtársai a Lorentz oszcillátor mellett a Tauc-Lorentz modellt használták bórral adalékolt nanokristályos gyémánt rétegeken mért SE spektrumok kiértékelésére [Zim08]. A 3-modell vázlatát a 4.5.3.4. ábra szemlélteti.

A kiértékelés során figyelembeveendő szabad paraméterek száma: a három alréteg vastagságai, a Tauc-Lorentz modell öt szabad paramétere valamint az 1-alrétegben és a 2-

alrétegben a Tauc-Lorentz modellel leírt anyag térfogatszázaléka, azaz összesen tíz szabad paraméter. Az eredmények a 4.5.3.4. táblázatban olvashatók. Látjuk, hogy a szubsztrátra elsőként épülő 23 – 41 nm vastagságú réteg szignifikánsan több sp<sup>2</sup> (üvegszerű) szenet tartalmaz (17 -30 térfogatszázalék), mint a fölötte nőtt réteg.

3-alréteg	50% alullévő anyag + 50% levegő
2-alréteg	x% (Tauc-Lorentz) + (1-x)% üvegszerű szén
1-alréteg	y% (Tauc-Lorentz) + (1-y)% üvegszerű szén
	Egykristályos szilícium szubsztrát

4.5.3.4. ábra. A leválasztott gyémántrétegeken mért ellipszometriai spektrumok kiértékelésére konstruált harmadik három réteges optikai modell (3-modell).

Az 4.5.3.5. ábra mutatja a mért és a számított spektrumokat a 3-modell alapján végrehajott kiértékelés után, látható, hogy jó az egyezés a mért és a számított spektrumok között a 190-220 nm közötti hullámhossz-tartományban is (Csak a 70° beesési szögnél végzett mérés spektrumát és a hozzátartozó számított spektrumot ábrázoltam a jó láthatóság miatt.) A különböző argonkoncentrációt tartalmazó gázkeverékből leválasztott minták 2-alrétegeinek a 632,8 nm-nél kapott törésmutatói a 4.5.3.2. táblázat hetedik oszlopában láthatók.

A 10% argont tartalmazó gázkeverékből leválasztott rétegnek a 632,8 nm-es hullámhosszra kapott törésmutatója (2,410) igen közel van az egykristályos gyémánt törésmutatójához (2.4124) [Edw85].

A 10%, 70% és 95% argont tartalmazó gázkeverékben készített minták 2-alrétegének a hullámhossz függvényében ábrázolt törésmutatóját a 4.5.2.6. ábrán látjuk. A látható és a közeli infravörös hullámhossztartományban a lényegi (legvastagabb) alréteg törésmutatója csökken a gázkeverék argonkoncentrációjának növekedésével.

Az egyes mintákban a gyémántkrisztallitok átlagos méretét a röntgendiffrakciós mérések eredményeiből a Scherrer formula alkalmazásával becsülte meg Horváth Zsolt Endre,

az értékek a 4.5.3.2. táblázat harmadik oszlopában láthatók.



4.5.3.5. ábra. 1% metánt, 49% hidrogént és 50% argont tartalmazó gázkeverékben leválasztott mintán (ncd130) mért elipszometriai spektrumok összehasonlítása a modell-3 alapján kapott eredményekből számított spektrumokkal.



4.5.3.6. ábra. A 10%, 70% és 95% argont tartalmazó gázkeverékben készített minták 2alrétegének a hullámhossz függvényében ábrázolt törésmutatója.

Az ERDA spektrumok kiértékeléséből adódott átlagos hidrogéntartalmat a 4.5.3.2. táblázat második oszlopában tüntettem föl. A 4.5.3.7. ábra a 90% argont tartalmazó gázkeverékben leválasztott gyémántréteg mért és számított ERDA spektrumát mutatja. A 90% és 95% argont tartalmazó gázkeverékben leválasztott gyémántrétegekben az ERDA módszerrel meghatározott átlagos hidrogéntartalom szignifikánsan nagyobb mint a többi mintában. Reichart és munkatársainak eredménye magyarázatot kínálhat a föntiekben elmondott jelenségre [Rei04]. Ők azt találták, hogy polikristályos gyémántréteg esetén a legtöbb hidrogén a szemcsehatároknál található. Kísérletünkben a MWPECVD módszerrel leválasztott gyémántrétegek átlagos krisztallitmérete csökkent ha gázkeverékben levő argon koncentrációja növekedett. Az átlagos krisztallitméret csökkenése növelheti a szemcsehatárok összesített felületét, ahol Reichart és munkatársainak eredménye szerint a hidrogénatomok találhatók.

dc\_262\_11



4.5.3.7. ábra. Az 1% metánt, 9% hidrogént és 90% argont tartalmazó gázkeverékben leválasztott gyémántrétegen mért ERDA spektrum összehasonlítása a generált spektrummal. Egy tiszta egykristályos szilíciummintán mért ERDA spektrumot is ábrázoltunk, ezt keresztek jelenítik meg.

A 4.5.3.8. ábra az 1% metánt, 9% hidrogént és 90% argont tartalmazó gázkeverékből leválasztott gyémántrétegen végzett ionvisszaszórás mért és számított spektrumát mutatja. A spektrumokat N.Q. Khánh az RBX program alkalmazásával értékelte ki [Kót94]. A 0,1 atomszázalék argon feltételezésével számított spektrumot folytonos vonal mutatja, a trapéz alakú számított spektrumrészlet származik a feltételezett 0,1 atomszázalék argontól. Miután az argonnál nehezebb elemtől is illetve a jeltorlódástól is származhatnak a kérdéses tartományban regisztrált beütések, csak annyi állítható, hogy a gyémántrétegbe esetlegesen beépülő argon koncentrációja nem nagyobb 0,1 atomszázaléknál.

dc\_262\_11



4.5.3.8. ábra. Az 1% metánt, 9% hidrogént és 90% argont tartalmazó gázkeverékből leválasztott gyémántrétegen mért RBS spektrum (szimbólum) és a számított RBS spektrum (folytonos vonal). A 134 csatornaszámtól felfelé 64-szeres nagyítást alkalmaztunk az esetlegesen az Ar-tól származó beütések jobb láthatósága érdekében. A szén és az argon "felületi éleit" bejelöltük.

#### 4.5.4. Következtetések, összefoglalás, tézispont

Az MWPECVD módszerrel készített gyémántrétegek ellipszometriai spektrumainak értelmezésére a nano- és ultrananokristályos gyémánt dielektromos függvényét Tauc-Lorentz modellel leíró közelítés, az effektív közeg közelítés, a három alrétegre bontás bizonyult a legjobb kiértékelési stratégiának. A gyémántrétegek hidrogéntartalma szignifikánsan magasabb volt a magas argontartalmú gázkeverékből történt leválasztások esetén. A gyémántrétegekbe esetlegesen beépülő argon koncentrációja nem nagyobb 0,1 atomszázaléknál. A szubsztráttal szomszédos alrétegben jelentős sp<sup>2</sup> (azaz nem-gyémánt) szenet mutatott a SE kiértékelés.

Minta-szám, Argon koncent-ráció a gázkeye-rékben	l-alréteg (közvetlenül a szubsztrát fölött)	2-alréteg	3-alréteg (felületi ér- desség) (nm)	E <sub>TLG</sub> [eV]	MSE
ncd110z 10% Ar	41,2±0,3 nm T-L 78,4±0,2 % glassy-c 21,6±0,2%	277,1±0,3 nm T-L 99,23±0,03% glassy-c 0,77 ±0,03%	15,28±0,04	4,10±0,01	17,95
ncd120 30% Ar	33,0±0,4 nm T-L 75,9±0,5% glassy-c 24,1±0,5%	247,4 ±0,4 nm T-L 99,15±0,03 % glassy-c 0,85±0,03%	11,41±0,04	4,02±0,02	16,26
ncd130 50% Ar	22,5±0,4 nm T-L 70,3±0,9 % glassy-c 29,7± 0,9%	219,7± 0,4 nm T-L 98,73±0,02% glassy-c 1,27 ±0,02%	11,28±0,03	3,97±0,01	14,27
ncd140 70% Ar	36,1±0,3 nm T-L 80,8±0,3% glassy-c 19,2±0,3%	127,1±0,3 nm T-L 100,00 % glassy-c 0,00±0,04%	12,8 ±0,3	4,19±0,02	16,14
ncd150 90% Ar	29,2±0,6 nm T-L 83,0% glassy-c 17,0±0,6%	112,9±0,6 nm T-L 98,17% glassy-c 1,83 ±0,05%	14,55±0,04	3,01±0,06	16,30
ncd160 95% Ar	41,2±0,2 nm T-L 76,1% glassy-c 23,9±0,2%	120,9±0,2Å T-L 99,40% glassy-c 0,60 ±0,03%	10,77±0,03	4,03±0,02	15,04

dc\_262\_11

4.5.2.4. táblázat. Az alréteg-vastagságok és összetételek a modell-3 alapján végrehajtott kiértékelésekből. A gyémánt komponens optikai tulajdonságainak leírására a Tauc-Lorentz modellt használtam. A gyémánt-komponenst "T-L" jelöli. Az  $E_{TLG}$  a tiltott sáv szélessége. A "glassy-c" az üvegszerű szén Williams és Arakawa által közölt dielektromos függvényét jelöli [Wil72]. Az MSE-értékek az illesztés jóságát mutatják. A kiértékelést szimultán végeztem mind a hat beesési szögnél végzett mérésre.

Tézispont: Kimutattam, hogy a metánt, hidrogént és argont tartalmazó gázkeverékből mikrohullámú plazmával segített kémiai gőzfázisú leválasztással készített nanokristályos gyémántrétegek esetén a szubsztrátra elsőként épülő 23 – 41 nm vastagságú réteg szignifikánsan több sp<sup>2</sup> (üvegszerű) szenet tartalmaz, mint a fölötte nőtt réteg. Kimutattam, hogy a látható és a közeli infravörös hullámhossztartományban a lényegi (legvastagabb) alréteg törésmutatója csökken a gázkeverék argonkoncentrációjának növekedésével. Ezen spektroszkópiai ellipszometriai vizsgálatokhoz kifejlesztettem egy háromréteges, Tauc-Lorentz oszcillátort, üvegszerű szént és üregeket tartalmazó optikai modellt [Loh11].

#### 4.6. Modellstruktúra-javaslat egy nemzetközi szerződés teljesítéséhez

#### 4.6.1. Előzmények, motiváció

Az Európai Közösség által finanszírozott első nemzetközi kutatási szerződésünk (RESPECT-Copernicus) felvállalta in situ spektroszkópiai mérések valósidejű kiértékelésének megvalósítását, a szerződés 1996-tól 1998 végéig tartott [RESPECT]. Résztvevők: MTA MFA, Budapest, Halo-lézer Kft, Budapest, Masaryk Egyetem, Brünn, Csehország, Twente Műszaki Egyetem, Enschede, Hollandia. Spektroszkópiai méréseken optikai reflexióképesség-mérést és/vagy spektroszkópiai ellipszometriát értettünk, a négy partner közül komoly múlttal és eredményekkel az MTA MFA és a Masaryk Egytem kutatócsoportja rendelkezett a SE-ban. A szerződés teljesítése természetesen sokrétű tevékenységet igényelt: elméleti munka, szoftver munka, egy in-situ mérés kitalálása és gyakorlati megvalósítása stb. A fő hangsúly a mesterséges neurális hálózatokon alapuló gyors kiértékelési módszer kidolgozásán volt.

Az in situ spektroszkópiai mérések valósidejű kiértékelését illetően két feladatra gondoltunk: egyrészt egy olyan, az idő függvényében lezajló jelenséget vizsgálni, amely során a mért ellipszometriai szögek szignifikánsak változnak, másrészt egy olyan mérési feladatra gondoltunk, amely során igen sok spektrumot mérünk viszonylag rövid idő alatt (például egy szilícium szeletre leválasztott réteg laterális térképezése) és a kiértékelést mielőbb végre kell hajtani azért, hogy a technológiai lépés beállításait meg lehessen változtatni ha szükséges.

Az első feladat lehet például egy rétegleválasztás, amelynél egy adott rétegvastagság elérésekor le kell állítani a folyamatot. Megemlíthető például az erlangeni kutatókkal közösen végzett kísérletsorozat, amelyben egy vertikális magashőmérsékletű kályhában lezajló kémiai gőzfázisú rétegleválasztás során in situ spektroszkópiai ellipszometriával lehetett vizsgálni nemcsak a rétegvastagság változását az idő függvényében, hanem a rétegépülés során a rétegben lezajló mikroszerkezeti változásokat is [Pet00].

A valósidejű méréskiértékelés megvalósítását visszafutásos mesterséges ideghálózat alkalmazásával tervezték elérni a pályázók. Fried Miklós korábbi eredményeiből [Fri94] kiindulva fejlesztette tovább a módszert Rédei László doktorandusz [Réd97].

Visszatérve az első feladathoz, viszonylag rövid idő alatt meg kellett találni egy olyan időben lezajló jelenséget, amely elég jól reprodukálható, a mért ellipszometriai szögek szignifikánsak változnak és viszonylag könnyen és gyorsan megvalósítható a kísérlet. Lényeges szempont volt az is, hogy az in-situ mérés robusztus, megbízhatóan működő legyen.

Ha házilagos kivitelezésű, modulrendszerű spektroszkópiai ellipszométerünk

133

mintatartója helyére egy kisméretű, megfelelő optikai minőségű ablakokkal felszerelt vákuumkamrát tudtunk volna tenni, akkor például a kamrában vákuumpárologtatást megvalósítva az idő függvényében mérni tudtuk volna a rétegvastagság növekedése következtében változó  $\Psi$  és  $\Delta$  ellipszometriai mennyiségeket.

#### 4.6.2. Megvalósítás

Korábban az intézet dolgozói közül elsősorban Vázsonyi Éva szerzett sok tapasztalatot az elektrokémiai módszerrel előállított pórusos szilíciumrétegekkel kapcsolatosan [Váz95a, Váz95b, Fri96]. Láttuk, hogy a pórusos szilícium oxidációja szignifikáns változást okoz a mért SE adatokban [Bár94, Loh95, Fri96]. Ekkor gondoltam arra, hogy ha az amúgy is kis ellenállású szilícium szubsztrátra egyenfeszültséget kapcsolunk, akkor remélhetően fel lehet fűteni 500-600 °C-ra és a szilícium szubsztráton elektrokémiai anodizációval kialakított pórusos szilícium réteg a szobalevegőn oxidálódni fog. Javaslatomat elfogadták a kollégák és Forgács Béla gépészmérnök kollégánk tervezett a modulrendszerű forgóanalizátoros spektroszkópiai ellipszométerünkhöz egy olyan mintatartót, amelynek elektromosan szigetelt lapjára föl tudtunk szerelni egy kb két négyzetcentiméter felületű, téglalap alakú szilícium mintát, amelyen előzőleg elektrokémiai anodizációval pórusos szilícium réteget hoztak létre. A PS réteg kb 80 nm vastag volt, a porozitása 68% volt. A téglalap két kisebbik oldalára elektromos árambevezetőket csatlakoztathattunk, ahogy azt a 4.6.2.1. ábrán látjuk.



4.6.2.1. ábra. A pórusos szilíciumminta rögzítésére szolgáló, árambevezető érintkezőkkel felszerelt mintatartó.

A 4.6.2.2. ábrán a házilagos kivitelezésű spektroszkópiai ellipszométerünk látható.



4.6.2.2. ábra. A házilagos kivitelezésű spektroszkópiai ellipszométerünk.

A 4.6.2.3. ábrán a házilagos kivitelezésű, optikai sokcsatornás analizátorral felszerelt forgó analizátoros spektroszkópiai ellipszométerünkkel [Fór98, Mos98] az idő és a fényhullámhossz függvényében mért tan(psi) ellipszometriai paraméter van ábrázolva.



4.6.2.3. ábra. Pórusos szilíciumréteg szobalevegőn lezajló oxidálása alatt végzett in situ spektroellipszometriai mérés adatai: tg $\Psi$  az idő és a fényhullámhossz függvényében.

A 4.6.2.3. ábrán látható mérési adatok szolgáltak bemenő adatokként a mesterséges neurális hálózaton alapuló gyors kiértékelő szoftver számára. Az ellipszométer goniométerén 75° beesési szöget állítottunk be. A szilícium szubsztrátot felfűtő egyenfeszültséget a 11:54:32 időpontban kapcsoltuk be, kb 1 A áram folyt át a mintán.

A 4.6.2.4. ábra a mesterséges neurális hálózaton alapuló gyors kiértékelő szoftver által a valós időben meghatározott porozitást és szilíciumdioxid térfogatszázalékot mutatja.



4.6.2.4. ábra. A mesterséges neurális hálózaton alapuló gyors kiértékelő szoftver által a valós időben meghatározott porozitás (bal oldali függőleges tengely) és szilíciumdioxid térfogatszázalék (jobb oldali függőleges tengely).

#### 3. Összefoglalás, tézispont

Az intézetünkben korábban részletesen vizsgált pórusos szilícium szobahőmérsékletű oxidációjára alapozva javasoltam egy robusztus és olcsó kísérleti demonstrációt az első nemzetközi pályázatunk teljesítéséhez.

Tézispont: Az in-situ spektroszkópiai mérések valósidejű kiértékelését célul kitűző RESPECT Inco-Copernicus szerződés egyik kísérleti demonstrációjának teljesítéséhez egy speciális modellstruktúrát javasoltam: kis fajlagos ellenállású szilíciumon létrehozott pórusos szilícium réteget, a kis fajlagos ellenállású szilícium szubsztrát ohmos fűtésével javasoltam levegőn oxidálni a pórusos szilícium réteget és e percek alatt lezajló folyamat in-situ spektroellipszometriai mérését és valósidejű kiértékelését javasoltam kísérleti demonstrációnak. A javasolt demonstráció jól sikerült [Réd98a].

#### 4.7. Ionsugaras hőkezelés hatásainak ionsugaras és optikai vizsgálata

# Alcím: Nagyenergiájú ionbombázás hatására bekövetkező adalékatom-szegregáció és epitaxiális visszakristályosodás vizsgálata közepes energiájú ionvisszaszórással és spektroszkópiai ellipszometriával

#### 4.7.1. Bevezetés, előzmények, célkitűzés

Az ionimplantációval amorfizált szilíciumot vissza kell kristályosítani. Erre a magas hőmérsékletű hőkezelést használják általában [Mül75, Cse77, Lau79, YuN93, Cse96], de lézeres hőkezeléssel [Kha82], elektronbesugárzással, ionbombázással [Sus76, Lul93] vagy neutronbesugárzással [Kin92] segített hőkezeléssel is végeztek kísérleteket.

Az ionnyaláb által indukált epitaxiális kristályosodás (Ion Beam Induced Epitaxial Crystallization, IBIEC) lényege, hogy egy, a szilícium szeletben már meglévő amorf réteget ionokkal lövünk át és az ionok váltják ki (ponthibák generálásán keresztül) az epitaxiális újranövekedést. Az IBIEC nemegyensúlyi folyamat amely igen alacsony hőmérsékleten (200-500 °C) játszódik le a szilárd fázisú epitaxiális kristályosodáshoz (Solid Phase Epitaxial Crystallization, SPEG) képest, amely szilícium esetén 650-900 °C között zajlik le. Williams és munkatársai 0,6 – 3 MeV energiájú neon ionokkal stimulálták a szilárd fázisú epitaxiális kristályosodást amorfizált szilícium céltárgyon, amelynek hőmérsékletét a 200 – 500 °C hőmérséklettartományban stabilizálták [Wil85]. Elliman és munkatársai is vizsgálták az IBIEC jelenségét és megállapították, hogy az epitaxiális kristályosodást és az amorfizációt (Ion Beam Induced Amorphization, IBIA) egy T<sub>k</sub> kritikus hőmérséklet választja el egymástól, ez méréseik szerint szilícium esetében körülbelül 320 °C. A visszakristályosodott, visszanőtt réteg vastagsága arányos a nagyenergiájú ionbesugárzás fluenciájával [Ell87].

Az IBIEC aktivációs energiája alacsonyabb mint a SPEG aktivációs energiája, kisebb a kristály orientációjától való függése, az adalékhatásokra kevésbé érzékeny a SPEG-hez képest. Ezek a jellemzők a félvezetőeszközök gyártását fejlesztő szakemberek figyelmét fölkeltették. Az IBIEC aktivációs energiájának mért értéke 0,3 eV, amely majdnem egy nagyságrenddel kisebb mint a SPEG 2,7 eV-os aktivációs energiája [Pri90]. Az ionimplantációval amorfizált szilíciumrétegben levő adalékok befolyásolhatják az epitaxiális kristályosodás lezajlását.

Az előzményekhez tartozik, hogy az Oszakai Egyetem KYOKUGEN intézetében több alkalommal dolgoztam a Mikio Takai professzor által vezetett MEIS (Medium Energy Ion Scattering), azaz a Közepes Energiájú Ionszórás Laboratóriumban [Tak92, Kin93b, Kin94,

Tak94, Loh97b, Hay04, Abo05, Abo05b, Kit06, Ngu07, Abo10]. Christo Angelov bolgár kutató JSPS ösztöndíjjal érkezett a Közepes Energiájú Ionszórás Laboratóriumba azzal a céllal, hogy a nagyenergiájú ionbombázás hatására bekövetkező adalékatom-szegregációt és epitaxiális visszakristályosodást vizsgálja nehézionokkal implantált szilíciumban. Christo Angelov ionimplantációs ismeretekkel és tapasztalatokkal rendelkezett, nagy mélységfelbontású közepes energiájú ionszórás kísérletet korábban nem végzett. Engem kért fel Takai professzor a nagy mélységfelbontású közepes energiájú ionszórás kísérletek elvégzésére.

#### 4.7.2. Kísérletek

Christo Angelov szervezte meg a minták elkészítését. Az egykristályos szilícium mintákat cseppfolyós nitrogénnel hűthető mintatartóra szerelték azért, hogy az ionimplantálás alatt keletkező rácshibák diffúzióját minél jobban lecsökkenthessék. Cink-, bizmut- és ólomionokat implantáltak 100 keV energiával. Ezeknek az anyagoknak igen alacsony a szilárd oldékonysága szilíciumban, a cink diffúziós együtthatója Si-ban D<sub>zn</sub>=10<sup>-7</sup>-10<sup>-6</sup> cm<sup>-2</sup>/s, az ólomé igen alacsony:  $D_{Pb}\approx 10^{-25}$  cm<sup>-2</sup>/s. Az ionimplantációs adatok a 4.7.2.1. táblázatban olvashatók. Az ionimplantációt követően a mintákat 450 °C-on vákuumban egy óra hosszat hőkezelték (ezt előhőkezelésnek nevezték), hogy éles kristályos-amorf határfelület alakuljon ki. Az ionimplantált és előhőkezelt mintákat a rossendorfi tandetron gyorsítóval 3 MeV energiára gyorsított Si<sup>+</sup> ionokkal sugározták be több különböző fluenciaértékkel, ezek az adatok szintén a 4.7.2.1. táblázatban vannak fölsorolva (Institute of Ion Beam Physics and Materials Research, Forschungszentrum Rossendorf). Az ionáram-sűrűség 0,075  $\mu$ A/cm<sup>2</sup> volt. A kristályos-amorf köztes felületen 120 eV/atom volt a teljes energiadepozíció. A Si<sup>+</sup> ionokkal végzett besugárzás alatt a mintatartó hőmérsékletét 400 ± 2 °C-on stabilizálták.

Implantált fémion, energia, fluencia	3 MeV Si <sup>+</sup> , fluencia [ion/cm <sup>2</sup> ]
Zn <sup>+</sup> , 100 keV	5 x 10 <sup>15</sup>
$1 \ge 10^{15} \text{ ion/cm}^2$	$1 \ge 10^{16}$
	$2 \ge 10^{16}$
Pb <sup>+</sup> , 100 keV	5 x 10 <sup>15</sup>
$1 \ge 10^{15} \text{ ion/cm}^2$	1 x 10 <sup>16</sup>
	2 x 10 <sup>16</sup>
Bi <sup>+</sup> , 100 keV	5 x 10 <sup>15</sup>
$1 \ge 10^{15} \text{ ion/cm}^2$	1 x 10 <sup>16</sup>
	2 x 10 <sup>16</sup>

4.	7.	2.1.	táblázat.	Az	ionimp	lantációs	adatok.
----	----	------	-----------	----	--------	-----------	---------

A mintákat hagyományos ionvisszaszórással, közepes energiájú ionszórással (MEIS) és spektroellipszometriával vizsgálták, illetve vizsgáltuk. A hagyományos ionvisszaszórással végzett mérésekre egy japán állami kutatóintézetben került sor.

A közepes energiájú ionszórás-kísérleteket az Oszakai Egyetem KYOKUGEN intézetében egy 100 – 400 kV közötti gyorsítófeszültséggel működő gyorsítónál végeztem. A gyorsító ionforrása gáz halmazállapotú anyagból képes ionokat előállítani, hidrogén-, hélium-, nitrogénionokat rendszeresen használnak a kísérletekhez.

A minták egy ultranagy vákuumot biztosító céltárgykamra mintatartójára lettek felszerelve, a céltárgykamrában egy toroidális elektrosztatikus analizátort építettek be korábban [Kin92, Kin93a]. A berendezéssel korábban például ultraalacsony energiával implantált arzén atomok mélységeloszlását vizsgáltuk [Ich04].

A toroidális elektrosztatikus analizátor toroidális elektródákból, résből, egy speciális elektronsokszorozó detektorból (microchannel plate) és pozícióérzékeny detektorból épül fel (4.7.2.1. ábra). Ha a toroidális elektródákra egy adott egyenfeszültséget kapcsolunk, akkor egy adott energiájú iont enged végighaladni a belépő és a kilépő rés között. Ezt az iont detektálni kell, erre szolgál a mikroelektronsokszorozó detektorból és a pozícióérzékeny detektorból álló rendszer. A pozícióérzékeny detektorból kilépő jelek számítógépes adatgyűjtő rendszerbe kerülnek.



4.7.2.1. ábra. A toroidális elektrosztatikus analizátor toroidális elektródákból, résből, mikrocsatornás elektronsokszorozó detektorból (microchannel plate) és pozícióérzékeny detektorból épül fel.

Ennek a mérésnek igen nagy az időigénye, hiszen egy adott időintervallumban csak egy adott energiatartományba eső energiájú ionokat tud analizálni a toroidális elektrosztatikus analizátor, ellentétben a félvezető detektorokkal, amelyek (jóval rosszabb energiafelbontással ugyan) nemcsak detektálják a beérkező ionokat, hanem az ionok energiájával arányos nagyságú elektromos impulzust adnak.



4.7.2.2. ábra. (a) Számított energiafelbontás félvezető detektor (RBS, 165°; RBS, 100°) és toroidális elektrosztatikus analizátor (MEIS, 120°) használata esetén, (b) Számított mélységfelbontás félvezető detektor (RBS, 165°; RBS, 100°) és toroidális elektrosztatikus analizátor (MEIS, 120°) használata esetén.

A spektroszkópiai ellipszometriai méréseket egy ES4G típusú SOPRA gyártmányú ellipszométerrel végeztem a 250 – 840 nm hullámhossztartományban.

A 4.7.2.2. ábra a számított energiafelbontást és mélységfelbontást mutatja félvezető detektor és toroidális elektrosztatikus analizátor használata esetén, a módszerek nagybetűs rövidítései mögött szereplő szögek a szórási szögek. A számítások a Ziegler-féle fékeződési adatokon alapulnak [Zie86]. Látjuk, hogy toroidális elektrosztatikus analizátor használata és 120° szórási szög választása esetén a felületnél a mélységfelbontás körülbelül 1 nm.

A 4.7.2.3. ábra a bizmut ionokkal implantált minták implantálása és ionsugaras visszakristályosítása után végzett nagy mélységfelbontású MEIS kísérletek spektrumait mutatja. A beimplantált Bi<sup>+</sup> ionok koncentrációjának maximuma a felülettől számított 41 nm-es mélységben van, ez ésszerű egyezést mutat a SRIM számolásból származó 44,9 nm-rel.



4.7.2.3. ábra. A nagy mélységfelbontású szórási geometriával mért random spektrumok a 3 MeV energiájú, 2x10<sup>16</sup> ion/cm<sup>2</sup> dózisú szilíciumion-besugárzással kezelt, előzőleg bizmut ionokkal implantált Si minta esetén (üres körök). Összehasonlítási céllal mutatom a nagy energiájú szilícium ionokkal nem implantált mintát, azaz a csak bizmut ionokkal implantált mintát (fekete telt körök).

A 3 MeV energiájú szilícium ionokkal végzett 2x10<sup>16</sup> ion/cm<sup>2</sup> fluenciájú besugárzás után végzett MEIS mérés mutatja, hogy a bizmut atomok nagymértékű újraeloszlása következett be, az eloszlás maximuma a felülettől számítva körülbelül 5 nm mélységben van. A bizmut atomok a szilícium és a szilícium tetején levő natív oxid között szegregálódtak. Erre abból is következtethetünk, hogy a szilícium ionokkal besugárzott minta spektrumában a Si él szignifikánsan eltér a csak bizmuttal implantált minta spektrumától, jelzi, hogy a felületközeli tartományban nagy koncentrációjú, a szilíciumtól eltérő atom van. A 4.7.2.4. ábra az ólom implantált ionokkal minták ionsugaras visszakristályosítása után végzett szokásos ú, véletlenirányú MEIS kísérletek spektrumait mutatja. Már az 5x10<sup>15</sup> mélységfelbontás ion/cm<sup>2</sup> fluenciájú 3 MeV-es Si<sup>+</sup> besugárzás hatására a felület felé mozdul el az ólomatomok egy része, az 1x10<sup>16</sup> ion/cm<sup>2</sup> fluenciájú besugárzás hatására a felület felé irányuló elmozdulás folytatódik



4.7.2.4. ábra. A szokásos szórási geometriával (szórási szög: 165°) mért random spektrumok a nagy energiájú szilícium ionokkal – három különböző dózissal – besugárzott, előzőleg ólom ionokkal implantált Si minta esetén. Összehasonlítási céllal mutatom a nagy energiájú szilícium ionokkal nem implantált azaz csak ólom ionokkal implantált minta spektrumát is, ez telt négyszögekkel van ábrázolva.

és ugyanakkor az eredeti ionimplantált ólom-profiltól a másik irányba, a minta belseje felé is diffundálnak az ólom atomok. A 2x10<sup>16</sup> ion/cm<sup>2</sup> fluenciájú Si<sup>+</sup> besugárzás hatására folytatódik a felület felé irányuló diffúzió.



4.7.2.5. ábra. A nagy mélységfelbontású szórási geometriával mért random spektrumok a nagy energiájú szilícium ionokkal – három különböző dózissal – besugárzott, előzőleg ólom ionokkal implantált Si minta esetén. Összehasonlítási céllal mutatom a nagy energiájú szilícium ionokkal nem implantált azaz csak ólom ionokkal implantált minta spektrumát is, ez nyitott háromszögekkel van ábrázolva.

A 4.7.2.5. ábra az ólom ionokkal implantált minták ionsugaras visszakristályosítása után végzett nagy mélységfelbontású MEIS kísérletek spektrumait mutatja. Az ólom atomok koncentrációeloszlásának maximuma a felület felé mozog a visszakristályosodást előidéző szilícium ionok fluenciájának növekedésével.

A 4.7.2.6. ábrán az ólommal implantált majd 450 °C-on 1 óra hosszat előhőkezelt, utána
5x10<sup>15</sup> ion/cm<sup>2</sup> fluenciájú, 3 MeV energiájú szilícium ionokkal besugárzott szilícium mintán mért ellipszometriai spektrum és a kiértékelés után számított spektrum látható. A kiértékelést kétréteges optikai modellel végeztem, az egykristályos szubsztráton Tauc-Lorentz parametrizálással modellezett amorf szilícium réteg, azon pedig szilíciumdioxid réteg volt. A meghatározandó paraméterek száma hét volt: öt paraméter a Tauc-Lorentz összefüggéshez, kettő a két rétegvastagsághoz volt szükséges. Az amorf szilíciumréteg és a felületi oxidréteg vastagságára 34,5 nm-t és 6,3 nm-t adott a méréskiértékelés [Loh08c].



4.7.2.6. ábra.  $Pb^+$  ionokkal implantált majd 450 °C-on 1 óra hosszat előhőkezelt, utána  $5x10^{15}$  ion/cm<sup>2</sup> fluenciájú 3 MeV szilíciumionokkal besugárzott szilícium mintán mért ellipszometriai spektrum és a kiértékelés után számított spektrum.

A 4.7.2.7. ábra a szokásos szórási geometriával mért random spektrumokat mutatja a nagy energiájú szilícium ionokkal – három különböző dózissal – besugárzott, előzőleg cink ionokkal implantált Si minta esetén. Összehasonlítási céllal mutatom a nagy energiájú szilícium ionokkal nem implantált azaz csak cink ionokkal implantált minta spektrumát is, ezt telt négyszögekkel ábrázoltam.



4.7.2.7. ábra. A szokásos szórási geometriával mért random spektrumok a nagy energiájú szilícium ionokkal – három különböző dózissal – besugárzott, előzőleg cink ionokkal implantált Si minta esetén. Összehasonlítási céllal mutatom a nagy energiájú szilícium ionokkal nem implantált azaz csak cink ionokkal implantált minta spektrumát is, ez telt négyszögekkel van ábrázolva.

A 4.7.2.8. ábra a Zn<sup>+</sup> ionokkal implantált és 450 °C-on 1 óra hosszat előhőkezelt szilícium mintán mért ellipszometriai spektrumot és a méréskiértékelés után számított spektrumot mutatja. Az amorf szilíciumréteg és a felületi oxidréteg vastagságára 146 nm-t és 4,9 nm-t adott a méréskiértékelés, az illeszkedés a mért és a számított spektrumok között nagyon jó.

A 4.7.2.9 ábrán az ólommal implantált majd 450 °C-on 1 óra hosszat előhőkezelt, utána 1x10<sup>16</sup> ion/cm<sup>2</sup> fluenciájú, 3 MeV energiájú szilícium ionokkal besugárzott szilícium mintán mért ellipszometriai spektrum és a kiértékelés után számított spektrum látható. Az amorf szilíciumréteg és a felületi oxidréteg vastagságára 58,1 nm-t és 6 nm-t adott a méréskiértékelés [Loh08c].

A 4.7.2.2. táblázat mutatja az SE mérési adatok kiértékeléséből származó

rétegvastagságokat a SiO<sub>2</sub> rétegre és az amorf szilíciumrétegre valamint a Tauc-gap értékeit. A 10 nm-nél kisebb amorf szilíciumréteg-vastagságok esetén a Tauc-Lorentz paramétereket rögzítettem, elkerülendő a hamis minimumra vagy nem fizikai eredményekre vezető kiértékeléseket. A táblázatban felsorolt eredményeket áttekintve a tiltott sáv szélesség-értékei a 1.33–1.41 eV tartományba esnek és így közel vannak az ionimplantációval amorfizált majd termikusan relaxált szilícium optikai tiltott sáv szélességéhez (1,30 eV) [Fri92a].

Implantált fémion.	3 MeV Si <sup>+</sup> fluencia	SiO <sub>2</sub> réteg vastagsága	a-Si réteg vastagsága	E <sub>TLG</sub>	Megjegyzés
fluencia	[ion/cm <sup>2</sup> ]	[nm]	[nm]	[eV]	
100 keV	0	4,9±0,1	146,0±0,4	$1,411\pm0,007$	
$Zn^+$	5x10 <sup>15</sup>	4,9±0,2	75,7±0,5	1,39±0,03	
	1x10 <sup>16</sup>	6,0±0,2	58,1±0,3	1,34±0,2	
$1 \ge 10^{15}$ ion/cm <sup>2</sup>	2x10 <sup>16</sup>	6,4±0,3	1,2±0,3	1,34	Tauc-Lorentz paraméterek rögzítve
100 keV	0	4,9±0,1	75,8±0,2	1,34±0,1	
$\mathbf{P}\mathbf{h}^+$	5x10 <sup>15</sup>	6,3±0,2	34,5±0,2	1,33±0,2	
$1 \times 10^{15}$	1x10 <sup>16</sup>	4,9±0,2	9,6±0,3	1,33	Tauc-Lorentz paraméterek rögzítve
ion/cm <sup>2</sup>	2x10 <sup>16</sup>	6,9±0,1	1,6±0,2	1,33	Tauc-Lorentz paraméterek rögzítve

4.7.2.2. táblázat. Az ionimplantációs adatok és a spektroszkópiai ellipszometriai mérések kiértékeléséből származó SiO<sub>2</sub> rétegvastagság, az amorf szilíciumréteg vastagsága és a tiltott sáv szélessége.

A cink esetében a kezdeti 146 nm vastag amorfizált réteg  $5x10^{15}$  ion/cm<sup>2</sup> fluenciájú ionbesugárzás hatására körülbelül 76 nm-re csökken, azaz 70 nm vastag réteg kristályosodott vissza. Definálható egy visszakristályosítási hatékonyság vagy visszakristályosodási sebesség: a jelen esetben ez 70 nm /  $5x10^{15}$  ion/cm<sup>2</sup> = 140 nm /  $1x10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>. A 75,7 nm-ről 58,1 nm-re való csökkenés kb 35 nm/  $1x10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> sebességet ad.

Ólom esetében is két visszakristályosodási sebességet biztosan tudunk számolni, az elsőt akkor, amikor a 75,8 nm-es vastagság 34,5 nm-re csökken, ez 82 nm /  $1x10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>-t ad. A második esetben a 34,5 nm-es vastagság 9,6 nm-re csökken, ebből 50 nm /  $1x10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> adódik.

A legnagyobb fluenciájú szilíciumion-besugárzás után a cinkkel implantált szilícium esetében 1,2 nm, az ólommal implantált szilícium esetében 1,6 nm vastag amorf réteget adott a

kiértékelés. Feltehető, hogy a felület közelében szegregálódott és esetleg vegyületbe lépett adalékatomok miatt módosult úgy a felületközeli réteg optikai tulajdonsága hogy az SE méréskiértékelés egy vékony, 1-2 nm vastagságú "visszamaradt" amorf réteg esetén találja meg a minimális eltérést a mért és a számított spektrumok között. Ezért erre a két esetre nem számítottam visszakristályosodási sebességet.



4.7.2.8. *ábra*.  $Zn^+$  ionokkal implantált és 450 °C-on 1 óra hosszat előhőkezelt szilícium mintán mért ellipszometriai spektrumok és a méréskiértékelés után számított spektrumok.



4.7.2.9. ábra.  $Pb^+$  ionokkal implantált majd 450 °C-on 1 óra hosszat előhőkezelt, utána  $1x10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> fluenciájú 3 MeV szilíciumionokkal besugárzott szilícium mintán mért ellipszometriai spektrumok és a kiértékelés után számított spektrumok.

dc\_262\_11

### 3. Összefoglalás, tézispont

Fémionok implantációjával amorfizált szilíciumrétegek ionsugaras visszakristályosítását nagy mélységfelbontású közepes energiájú ionvisszaszórással és spektroszkópiai ellipszometriával vizsgáltuk. Elsőként határoztam meg ionbesugárzással visszakristályosított szilícium réteg vastagságát spektroszkópiai ellipszometriával [Loh08c], körülbelül egy nagyságrenddel pontosabb eredmény érhető így el, mint a korábbi vizsgálatokban más kutatócsoportok által szinte kizárólagosan használt csatornahatás és Rutherford-visszaszórás kombinációjával [Gol79, Nak82, Lin84, Lin85].

Kulikauskas és munkatársai RBS-sel és szekunderion-tömegspektrometriával vizsgálták a szilíciumba implantált cink diffúzióját és a felülethez való vándorlását kétlépcsős termikus hőkezelés során [Kul11].

Tézispont: Nemzetközi együttműködésben cinkkel, ólommal és bizmuttal implantált és nagyenergiájú szilíciumionokkal hőkezelt szilíciumban a nehézfémek mélységeloszlását (a felülethez való vándorlását) a mintafelületnél 1 nm-es mélységfelbontást biztosító közepes energiájú ionvisszaszórással, az amorfizált és epitaxiálisan visszanőtt szilíciumréteg vastagságát spektroszkópiai ellipszometriával határoztam meg [Ang05, Ang07, Loh08c].

## dc\_262\_11 5. Tézisfüzet

### MTA doktori értekezés tézisei

# A spektroszkópiai ellipszometria és az ionsugaras analitika néhány alkalmazása az anyagtudományban

### Lohner Tivadar

# MTA Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Kutatóintézet Budapest, 2011

#### 5.1. Bevezetés, előzmények

A spektroszkópiai ellipszometria fontos optikai mérési eljárássá fejlődött az elmúlt évtizedekben, nemcsak nagy teljesítőképességű kutatási módszerré vált, hanem konkrét gyakorlati hasznosulásról is beszélhetünk. Gyulai József akadémikus, egyetemi tanár megfogalmazása szerint "ipari méretekben bebizonyosodott, hogy az ellipszometria az egyetlen rétegminősítő eljárás, amelyet úgy lehetett az integrált áramkörök gyártásközi ellenőrzésébe beiktatni, hogy az az "éles" szeleteken is végezhető! Tehát nem okoz funkcionalitást rontó hibákat, sem nem szennyezi el a szeleteket, azaz valóban roncsolásmentes az eljárás."

A fentiek alapján kézenfekvő sorra venni a mikroelektronika és a vékonyrétegtechnológia különféle rétegépítő és rétegmódosító eljárásait, maradtak-e feltáratlan részterületek. Példaként az ionimplantációs anyagmódosítás egy aspektusát említem: Egykristályos szilíciumot elegendően sok ionnal implantálva nemcsak az ionok hatótávolsága közelében alakul át a szilícium amorffá, hanem a szilícium felületét borító természetes oxidréteg alatt is egy vékony, a beimplantált ionok számával arányosan növekvő vastagságú amorf réteg keletkezik. Felhasználva az egykristályos és az amorf szilícium törésmutatója közötti különbséget, pontosan meg tudjuk mérni ennek a felületközeli amorf rétegnek a vastagságát és megkísérelhetünk kapcsolatot teremteni az ionok fékeződését jellemző mennyiség és e rétegvastagság között. A biztonság kedvéért egy alkalmasan választott független módszerrel, például a csatornahatással kombinált Rutherford-spektrometriával ellenőrző méréseket célszerű végezni.

Néhány mondat a csillebérci előzményekről. Ebben az évben ünnepeljük az első

ellipszometriai eredményünkről tudósító folyóiratcikk megjelenésének harminc éves évfordulóját: T. Lohner, G. Mezey, E. Kótai, F. Pászti, L. Királyhidi, G. Vályi, J. Gyulai: Ellipsometric and channeling studies on ion-implanted silicon, Nuclear Instruments and Methods 182/183 (1981) 591-594. Azokat az eredményeket egy egy hullámhosszon működő manuális ellipszométerrel értem el, ma pedig a világ legjobb spektroszkópiai ellipszométerével dolgozhatunk, ellipszometria-csoportunk honlapján most éppen tizenhatan szereplünk, beleértve természetesen a diplomamunkásokat és a tudományos diákkörösöket is (www.ellipszometria.hu), a közlemények száma több mint kétszáz. Az elmúlt harminc évben több mint tíz egyetemi doktori és PhD értekezés született, egy kandidátusi és több MTA doktora értekezésbe épültek be a csillebérci ellipszometriai eredmények.

### 5.2. Célkitűzések, kutatási feladatok

Az MTA Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Kutatóintézetében (MFA) dolgozva az ionimplantáció, a pórusos szilíciumrétegek elektrokémiai előállítása, a nióbiumoxid rétegnövesztés során módosult, illetve létrehozott vékonyrétegek vizsgálatát tűztem ki célul.

A Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Fizikai Intézete Atomfizikai Tanszékének laboratóriumaiban a szilíciumkarbid nanorészecskék Si/SiO<sub>2</sub> határfelületen történő növesztése és a nanokristályos gyémántrétegek mikrohullámú plazmával segített kémiai gőzfázisú leválasztása ígérkezett olyan témának, amelyben a spektroszkópiai ellipszometria és az ionsugaras analitika együttes alkalmazása új tudományos eredményekre vezethet.

Az Oszakai Egyetem közepes energiájú ionszórási laboratóriumában nemzetközi együttműködés keretében felkértek arra, hogy nehézfém-ionokkal implantált és nagyenergiájú szilíciumionokkal hőkezelt szilíciumban a nehézfémek mélységeloszlását (a felülethez való vándorlását) a mintafelületnél 1 nm-es mélységfelbontást biztosító közepes energiájú ionvisszaszórással mérjem meg. Később kiegészítésképpen az amorfizált és epitaxiálisan visszanőtt szilíciumréteg vastagságát spektroszkópiai ellipszometriával határoztam meg.

### 5.3. Vizsgálati módszerek

Célszerűnek látom idézni azt a mondatot, amely a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem mérnök-fizikus hallgatóinak számos éven keresztül megtartott előadásom bevezetőjében, a második dián szerepel: Az optikai módszerek közé tartozó ellipszometriával intenzitás- és fázisváltozást mérve komplex törésmutatót és rétegvastagságot

dc 262 11

határozhatunk meg.

Az ex-situ spektroszkópiai ellipszometriai vizsgálatoknál a mérések időigénye egy korszerű berendezésen néhány perctől körülbelül negyedóráig terjed. Az időigényes feladat a mért spektrumok kiértékelése: adekvát többréteges optikai modellek konstruálása majd az ismeretlennek definiált fizikai mennyiségek (rétegvastagságok, a komplex törésmutató hullámhosszfüggését leíró paraméterek, a keverékrétegek komponenseinek térfogatszázalékai) meghatározása hosszadalmas minimumkeresési és iterációs eljárással.

Különféle spektroszkópiai ellipszométerekkel végeztem el a méréseket, a Twente Műszaki Egyetem szilárdtestfizikai laboratóriumában egy ott épített forgó polarizátoros berendezéssel dolgoztam, az erlangeni Fraunhofer Intézetben egy SOPRA gyártmányú ES4G típusú forgó polarizátoros spektroellipszométerrel mértem. Néhány mérést a Szegedi Tudomány Egyetem Optikai és Kvantumelektronikai Tanszékén található Woollam-gyártmányú, M2000-F típusú, forgó kompenzátoros spektroszkópiai ellipszométeren végeztünk. Idehaza kezdetben az MTA KFKI RMKI Woollam gyártmányú M-88 típusú forgó analizátoros berendezésével kutattam, majd az MTA MFA SOPRA gyártmányú ES4G típusú forgó polarizátoros spektroellipszométerével mértem, legutóbb pedig az MTA MFA Woollam gyártmányú M-2000DI típusú forgó kompenzátoros berendezésén dolgoztam. Az ellipszometriai spektrumok kiértékelését kezdetben a Pennsylvania State University ellipszometria laboratóriumában kifejlesztett FORTRAN programmal végeztem, később a SOPRA és a Woollam ellipszométergyártó cégek programjaival dolgoztam.

Az ionimplantálások túlnyomó többségét az MTA KFKI Részecske- és Magfizikai Kutatóintézet (RMKI) Ionnyaláb-analitikai és ionimplantációs laboratóriumának nehézionkaszkád generátorán végezték. A plazmaimmerziós ionimplantációs művelet és a pórusos szilíciumrétegek elektrokémiai előállítása az MTA MFA Mikrotechnológiai laboratóriumában zajlott.

Az ionsugaras analitikai módszerek alkalmazása során néhány száz keV-től néhányszor 10 MeV-ig terjedő energiájú ionokkal bombázzuk a vizsgálandó minta felületét és a kölcsönhatások (szóródások, magreakciók) során szóródott vagy keletkezett részecskéknek nemcsak a számát határozzuk meg, hanem az energiáját is. A mintából távozó részecskék energiája attól függ, hogy milyen mélységben, milyen tömegű és rendszámú atomon történt a szóródás. Ezért általában elem- és mélységanalízis is végezhető. Az ionsugaras módszerek közül a visszaszórásos spektrometria (BS, Backscattering Spectrometry), a rugalmasan meglökött atommagok detektálása (ERDA, Elastic Recoil Detection Analysis) és a rezonanciamódszer került alkalmazásra (a magreakció hatáskeresztmetszetében az energia

függvényében mutatkozó rezonanciát, növekedést használjuk az adott izotóp mennyiségének a meghatározására). Az ionsugaras módszerek és a csatornahatás együttes alkalmazásával lehetőség nyílik arra, hogy a pontszerű vagy kiterjedt rácshibákat, idegen atomok rácslokalizációját, illetve az epitaxiális visszanövést vizsgáljuk.

Az ionsugaras analitikai mérések nagy része az MTA KFKI RMKI Ionnyaláb-analitikai és ionimplantációs laboratóriumának 5 MeV-es 2R Van de Graaff-generátorán, az ahhoz csatlakoztatott nagyvákuumú szórókamrába épített kéttengelyű goniométeren készült. Kótai Endre fejlesztette ki a világ számos ionsugaras analitikai laboratóriumában használt RBX programot, amellyel az ionsugaras analitikai méréseink spektrumai kiértékelésre kerültek. Az Oszakai Egyetem közepes energiájú ionszórási laboratóriumában egy 100 – 400 keV energiatartományban működő gyorsítóból és annak ultravákuumú targetkamrájába épített toroidális elektrosztatikus analizátorból álló berendezésen dolgoztam.

Az ellipszometriai és ionsugaras analitikai mérések mellett más anyagvizsgálati módszerek is alkalmazásra kerültek (atomerő-mikroszkópia, röntgendiffrakció).

### 5.4. Új tudományos eredmények

1. Elsőként javasoltam, hogy az elektrokémiai anodizálással készített pórusos szilícium rétegek és az ionimplantációval részlegesen rendezetlenné alakított szilícium rétegek ellipszometriai spektrumainak kiértékelésekor az egykristályos szilícium, az amorf vagy az ionimplantációval amorfizált szilícium és a levegő mellett az úgynevezett finomszemcsés polikristályos szilícium Jellison és munkatársai által meghatározott dielektromos függvényét is figyelembe véve, többkomponensű keveréket építsünk az optikai modellekbe [Bár94, Loh95, Váz95a, Váz95b, Fri96, Bár97, Loh97a, Fri98, Loh98a, Loh98b, Loh98c, Pet98, Rob98, Loh00, Pol00, Pol01, Fri01]. A finomszemcsés polikristályos szilícium dielektromos függvényét is tartalmazó optikai modellel végrehajtott kiértékelések az esetek túlnyomó többségében szignifikánsan jobb illeszkedésre vezettek a mért és illesztett spektrumok között mint a nélküle végrehajtott kiértékelések nemcsak a frissen készített pórusos szilícium rétegek, hanem a stabilizáló, oxidáló hőkezelésen átesett rétegek esetében is [Fri96, Loh00].

2. Az ionimplantáció hatásainak spektroellipszometriai és ionsugaras vizsgálata során megmutattam, hogy

A/ a fluenciával normált felületi amorfizált rétegvastagság és a nukleáris fékeződési energia

között lineáris a kapcsolat. Ehhez meghatároztam szilícium ionokkal és különféle nemesgáz ionokkal végzett besugárzás hatására az egykristályos szilíciumban a natív oxidréteg alatt létrejött amorf szilíciumréteg vastagságát nagy mélységfelbontóképességű ionsugaras és spektroszkópiai ellipszometriai mérésekkel [El-96, Loh96, Loh99].

B/ a plazmaimmerziós ionimplantációval (PIII) módosított szilícium felületén 1000 V gyorsítófeszültség és foszfin-hidrogén gázkeverék esetén 7,5 másodpercig tartó PIII esetén az ellipszometriai spektrumok értelmezéséhez olyan kétrétegű optikai modellt dolgoztam ki, amelyben a felső réteg törésmutatóját a szilíciumdioxid, az alsó réteg törésmutatóját vagy ionimplantálással amorfizált szilícium vagy finomszemcsés polikristályos szilícium törésmutatójával írjuk le. Az oxidvastagságra vonatkozó ellipszometriai és ionsugaras eredmények ésszerű egyezést mutattak. Öt percig tartó PIII után az ellipszometriai spektrumok egy olyan kétrétegű optikai modellel voltak értelmezhetők, amelyben a felső réteg amorf szilícium és levegő keverékét tartalmazó réteg (azaz egy érdesség-réteg), az alsó réteg törésmutatóját pedig vagy amorf szilícium vagy finomszemcsés polikristályos szilícium törésmutatójá írja le [Loh98c]. Az öt percig tartó PIII hatására a felületi érdesség-réteg vastagságának jelentős növekedését mutattam ki az ellipszometriai kiértékelés alapján, ezt atomerő-mikroszkópiai méréssel sikerült alátámasztani [Loh98c].

C/ a különböző ionimplantációs kísérletekben amorfizált SiC minták esetén szignifikánsan különböző dielektromos függvények adódtak, ezt a mások által megfigyelt, az ionimplantáció során bekövetkező 10-30% közötti sűrűségcsökkenéssel magyaráztam. Ehhez 200 keV energiájú alumíniumionokkal, 860 keV energiájú nikkelionokkal és multienergiájú (40, 100, 135 keV) argon ionokkal amorfizált SiC komplex dielektromos függvényét határoztam meg spektroellipszometriai mérések kiértékeléséből [Sha03b, Loh08a].

3. Optikai modellt dolgoztam ki a korábbi publikációkból ismert, szénmonoxidot tartalmazó gázkeverékben hőkezelt szilíciumdioxid-szilícium rendszer felületén köztes nőtt szilíciumkarbid nanokristályok vizsgálatához. Az ellipszometriai spektrumokat kétréteges optikai modellel illesztve, a szilíciumkarbid nanokristályokat és szilíciumot tartalmazó rétegre az effektív közeg közelítést alkalmazva határoztam meg a rétegek vastagságait és a szilíciumkarbid krisztallitok térfogatszázalékát amit sem az ionsugaras analitikai módszer, sem a keresztmetszeti transzmissziós elektronmikroszkópia egymaga nem tudott szolgáltatni. A szilíciumkarbid-térfogatszázalékból meghatározott szénmennyiség jól egyezik а

154

csatornahatással kombinált visszaszórási mérések eredményével [Loh08b].

4. Argon-oxigén gázkeverékben rádiófrekvenciás katódporlasztással leválasztott nióbiumoxid vékonyrétegek esetén háromréteges optikai modell alkalmazásával spektroszkópiai ellipszometriai mérésekből határoztam meg a dielektromos függvényt és az optikai tiltott sáv értékét [Ser08].

5. Kimutattam, hogy a metánt, hidrogént és argont tartalmazó gázkeverékből mikrohullámú plazmával segített kémiai gőzfázisú leválasztással készített nanokristályos gyémántrétegek esetén a szilícium szubsztrátra elsőként épülő 23 – 41 nm vastagságú réteg szignifikánsan több sp<sup>2</sup> (üvegszerű) szenet tartalmaz, mint a fölötte nőtt réteg. Kimutattam, hogy a látható és a közeli infravörös hullámhossztartományban a lényegi (legvastagabb) alréteg törésmutatója csökken a gázkeverék argonkoncentrációjának növekedésével. Ezen spektroszkópiai ellipszometriai vizsgálatokhoz kifejlesztettem egy háromréteges, Tauc-Lorentz oszcillátort, üvegszerű szenet és üregeket tartalmazó optikai modellt [Loh11].

6. Az in-situ spektroszkópiai mérések valósidejű kiértékelését célul kitűző RESPECT Inco-Copernicus szerződés egyik kísérleti demonstrációjának teljesítéséhez egy speciális modellstruktúrát javasoltam: kis fajlagos ellenállású szilíciumon létrehozott pórusos szilícium réteget, a kis fajlagos ellenállású szilícium szubsztrát ohmos fűtésével javasoltam levegőn oxidálni a pórusos szilícium réteget és e percek alatt lezajló folyamat in-situ spektroellipszometriai mérését és valósidejű kiértékelését javasoltam kísérleti demonstrációnak. A javasolt demonstráció jól sikerült [Réd98a].

7. Nemzetközi együttműködésben cinkkel, ólommal és bizmuttal implantált és nagyenergiájú szilíciumionokkal hőkezelt szilíciumban a nehézfémek mélységeloszlását (a felülethez való vándorlását) a mintafelületnél 1 nm-es mélységfelbontást biztosító közepes energiájú ionvisszaszórással, az amorfizált és epitaxiálisan visszanőtt szilíciumréteg vastagságát spektroszkópiai ellipszometriával határoztam meg [Ang05, Ang07, Loh08c].

### 5.5. Az eredmények gyakorlati hasznosítása

Az értekezés tézispontjaihoz kapcsolódó közleményeimre eddig körülbelül kilencven független hivatkozás érkezett, az összes publikációmra pedig eddig több mint kilencszáz

155

független hivatkozást találtam.

Sokféle szemszögből lehet szemlélni az új tudományos eredmények gyakorlati hasznosítását, hasznosulását. A föntiekben ismertetett eredményeim a mikroelektronikai és szenzortechnológiai műveletek optimalizálásában hasznosíthatók.

Lényegesnek tartom megemlíteni, hogy az MFA jogelődje, az Anyagtudományi Kutatóintézet nagyjából tizenöt évvel ezelőtt szerződést kötött a SOPRA francia ellipszométergyártó céggel az ellipszometriai spektrumok kiértékelési módszereinek továbbfejlesztése érdekében. A Semilab Rt. 2008. szeptemberében megvásárolta a SOPRA francia ellipszométergyártó céget (www.semilab.com). (A 100%-ban magyar tulajdonú Semilab Rt. hazai know-how alapján fejleszt világszínvonalú félvezető-méréstechnikai eszközöket és eljárásokat. A céget szakterületén a világ 5 legjobb gyártója között jegyzik, éves árbevétele 10 Mrd Ft körül mozog.) Napjainkban többféle kiváló spektroszkópiai ellipszométert gyártanak és forgalmaznak a Semilab Rt-nél. Várható, hogy a hardver- és szoftverfejlesztésben is növekvő mértékben vesznek majd részt magyar szakemberek. A közelmúltban egy olyan fiatal került a Semilab Rt. alkalmazásába sikeres PhD védése után, aki az intézetünkben végzett kutatómunkája során a spektroszkópiai ellipszométriát is alkalmazta. Készen állok arra, hogy megkeresés esetén a fönti eredményeimmel kapcsolatos diszkussziókban résztvegyek.

Az MFA ellipszometria laboratóriuma tagja lett egy európai kutatási konzorciumnak, amely nagyjából harmincféle akkreditált anyagvizsgálati módszert kínál föl egyetemeknek, kutatóintézeteknek és az iparnak (<u>www.anna-i3.org</u>), beválasztásunkhoz minden bizonnyal hozzájárult a több évtizedes ellipszometriai tevékenységem. A projekt keretében meghatározó szerepem volt az MFA Ellipszometria Laboratóriumának akkreditációra való felkészítésében, és abban, hogy a laboratórium immár csaknem két éve a Nemzeti Akkreditáló Testület által akkreditált laboratóriumként működik (http://nat.hu/adatbazis/reszletes-oldal.php?azon=2695). Az ellipszometriai vékonyréteg-vizsgálat – roncsolásmentessége miatt – az MFA K+F projektjeiben általánossá vált.

Losey és munkatársai többfázisú katalitikus reakciók megvalósítására alkalmas mikrofluidikai eszközt terveztek és valósítottak meg az Egyesült Államokbeli Cambridge-ben, a Massachusetts Institute of Technology vegyészmérnöki laboratóriumában, katalízishordozóként oxidált pórusos szilíciumot használtak. A pórusos szilícium oxidálásakor kétféle eljárást használtak, az egyiket a [14]-ben közzétett kísérleteink alapján hajtották végre (M.W. Losey, R.J. Jackman, S.L. Firebaugh, M.A. Schmidt: Design and fabrication of Microfluidic devices for multiphase mixing and reaction, Journal of Microelectromechanical Systems, 11 (2002) 709-717.). Losey és munkatársainak fent idézett cikkére eddig körülbelül 110 hivatkozás

dc 262 11

érkezett.

Muckenhirm, az Amerikai Egyesült Államokban bejegyzett US 6,986,280 B2 számú szabadalom benyújtója hivatkozik a T. Lohner, N.Q. Khanh, P. Petrik, L. P. Biró, M. Fried, I. Pintér, W. Lehnert, L. Frey, H. Ryssel, D.J. Wentink, J. Gyulai: Surface disorder production during plasma immersion implantation, Thin Solid Films 313-314 (1998) 254-258 cikkünkre. Muckenhirm egy olyan integrált mérőberendezést szabadalmaztatott, amelyben a vizsgálandó mintát először egy optikai elven működő módszerrel térképeznék föl laterálisan, majd az optikai eredmények alapján továbbvizsgálandónak minősített kisebb területeket egy jóval időigényesebb pásztázószondás módszerrel vizsgálnának meg sokkal nagyobb laterális felbontással.

Tágabb értelemben hasznosulásnak tekintem azt is, hogy eddig két, ellipszometriai témájú könyvfejezet írására kért föl bennünket az Academic Press:

- M. Fried, T. Lohner, J. Gyulai; Chapter 1 "*Ellipsometric Analysis*" in vol. 46 of Semiconductors and Semimetals: "Effect of Disorder and Defects in Ion-Implanted Semiconductors: Optical and Photothermal Characterization", eds. C. Christofides & G. Ghibaudo, 1997, Academic Press, San Diego.
- M. Fried, T. Lohner, P. Petrik; Chapter 6 "*Ellipsometric Characterization of Thin Films*" in vol. 4 of Handbook of Surfaces and Interfaces of Materials: "Solid Thin Films and Layers", ed. H. S. Nalwa, 2001, Academic Press, San Diego

### A tézisekhez kapcsolódó publikációk az Irodalomjegyzékben megtalálhatók (167-190 old.)

### 5.6. Az értekezés tárgyköréhez kapcsolódó egyéb közlemények jegyzéke

E01. P. Boher, J.L. Stehle, J. P. Piel, M. Fried, **T. Lohner**, O. Polgár, N.Q. Khánh, I. Bársony: Spectroscopic Ellipsometry applied to the determination of ion implantation depth profile. Nuclear Instruments and Methods B112 (1996) 160-168.

E02. J. Gyulai, **T. Lohner**, M. Fried, N.Q. Khánh, Gen Qing Yang, Z. Tóth: Damage production and self-annealing during molecular implantation analyzed by RBS and ellipsometry. Radiation Effects and Defects in Solids 140 (1996) 49.

E03. **T. Lohner**, D. J. Wentink, E. Vázsonyi, M. Fried: Characterization of porous silicon layer structures by spectroellipsometry. Proceedings of the 2nd Japan - Central Europe Joint Workshop on Modelling of Materials and Combustion (November 7-9 1996, Budapest), editors: I. Barsony, T. Mitani, M. Uesaka, I. Vajda, ISBN 963 04 7799 8 (1997) 66.

E04. **T. Lohner**, M. Takai, A. Kinomura, Y. Katayama, Y. Horino, Y. Mokuno, A. Chayahara, M. Kiuchi, K. Fujii, M. Satou: Materials characterization using ion microbeams. Proceedings of the 2nd Japan - Central Europe Joint Workshop on Modelling of Materials and Combustion (November 7-9 1996, Budapest), editors: I. Barsony, T. Mitani, M. Uesaka, I. Vajda, ISBN 963 04 7799 8 (1997) 49.

E05. M. Fried, **T. Lohner**, J. Gyulai: Chapter 1, "Ellipsometric Analysis", in volume 46 of Semiconductors and Semimetals: Effect of disorder and defects in ion implanted semiconductors, Optical and Photothermal Characterization", edited by G. Ghibaudo and C. Christofides Academic Press, San Diego, New York, ISBN 0-12-752146-1 (1997) pp. 1-37.

E06. G. Bánhegyi, C. Dücső, **T. Lohner**: The effect of adhesion promoter layer thickness on the adhesion strength between silicone rubber and aluminum. Composite Interfaces 5 (1997) 31-40.

E07. C. Robert, L. Bideux, B. Gruzza, **T. Lohner**, M. Fried, A. Barna, K. Somogyi, G. Gergely: Ellipsometry of Al2O3 thin films deposited on Si and InP. Semiconductor Science and Technology **12** (1997) 1429-1432.

E08. P. Petrik, M. Fried, **T. Lohner**, R. Berger, L. P. Biró, C. Schneider, J. Gyulai, H. Ryssel: Comparative study of polysilicon-on-oxide using spectroscopic ellipsometry, atomic force microscopy, and transmission electron microscopy. Thin Solid Films 313-314 (1998) 259-263.

E09. P. Petrik, L.P. Biró, M. Fried, **T. Lohner**, R. Berger, C. Schneider, J. Gyulai, H. Ryssel: Comparative study of surface roughness measured on polysilicon using spectroscopic ellipsometry and atomic force microscopy. Thin Solid Films 315 (1998) 186

E10. M. Koós, **T. Lohner**, S. H. Moustafa, and I. Pócsik: Optical properties of hydrogenated amorphous carbon determined by spectroscopic ellipsometry. SPIE Proceedings Vol. 3573 (1998) pp. 328-331.

E11. Sz. Fórizs, Z. G. Horváth, **T. Lohner**, M. Fried, I. Bársony: PC controlled CCD matrix based optical multichannel analyzer for "RESPECT" measurements. SPIE Proc. Vol.3573 (1998) 230.

E12. M. Fried, O. Polgár, **T. Lohner**, S. Strehlke, C. Levy-Clement: Comparative study of the oxidation of thin porous silicon layers studied by reflectometry, spectroscopic ellipsometry and secondary ion mass spectroscopy. J. of Luminescence 80 (1999) 147-152.

E13. P. Petrik, **T. Lohner**, M. Fried, N.Q. Khánh, O. Polgár, and J. Gyulai: Comparative study of ion implantation caused damage depth profiles in polycrystalline and single crystalline silicon studied by spectroscopic ellipsometry and Rutherford backscattering spectrometry. Nuclear Instruments and Methods B 147 (1999) 84-89.

E14. Z. Horváth, G. Pető, Z. Paszti, É. Zsoldos, E. Szilágyi, G. Battistig, **T. Lohner**, G.L. Molnár, and J. Gyulai: Enhancement of oxidation resistance in Cu and Cu(Al) thin layers. Nuclear Instruments and Methods B 148 (1999) 868-871.

E15. P. Petrik, **T. Lohner**, M. Fried, L. P. Biró, N. Q. Khánh, J. Gyulai, W. Lehnert, C. Schneider, H. Ryssel: Ellipsometric study of polycrystalline silicon films prepared by low-pressure chemical vapor deposition. Journal of Applied Physics 87 (2000) 1734-1742.

E16. P. Petrik, W. Lehnert, C. Schneider, M. Fried, **T. Lohner**, J. Gyulai, H. Ryssel: In situ spectroscopic ellipsometry for the characterization of polysilicon formation inside a vertical furnace. Thin Solid Films 364 (2000) 150-155.

E17. N.Q. Khánh, Z. Zolnai, **T. Lohner**, L. Tóth, L. Dobos, and J. Gyulai: He ion beam density effect on damage induced in SiC during Rutherford backscattering measurement. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B161-163 (2000) 424-428.

E18. É. Vázsonyi, E. Szilágyi, P. Petrik, Z.E. Horváth, **T. Lohner**, M. Fried, G. Jalsovszky: Porous silicon formation by stain etching. Thin Solid Films 388 (2001) 295-302.

E19. E. Szilágyi, N.Q. Khánh, Z.E. Horvath, **T. Lohner**, G. Battistig, Z. Zolnai, E. Kótai, and J. Gyulai: Ion bombardment induced damage in silicon carbide studied by ion beam analytical methods. Materials Science Forum, 353-356 (2001) 271-274.

E20. M. Serényi, M. Rácz, and **T. Lohner**: Refractive index of sputtered silicon oxynitride layers for antireflection coating.Vacuum 61 (2001) 245-249.

E21. P. Petrik, W. Lehnert, C. Schneider, **T. Lohner**, M. Fried, J. Gyulai, H. Ryssel: In situ measurement of the crystallization of amorphous silicon in a vertical furnace using spectroscopic ellipsometry. Thin Solid Films 383 (2001) 235.

E22. P. Petrik, O. Polgár, M. Fried, **T. Lohner**, N.Q. Khánh, J. Gyulai: Advanced optical model for the ellipsometric study of ion implantation-caused damage depth profiles in singlecrystalline silicon. Proc. Int. Conf. Ion Implantation Technology (Eds. H. Ryssel, L. Frey, J. Gyulai, and H. Glawischnig) IEEE, Inc., Piscataway, 00EX432 (2001) pp. 151-154.

E23. E. Szilágyi, E. Kótai, N.Q. Khánh, Z. Zolnai, G. Battistig, **T. Lohner**, and J. Gyulai: Ion implantation induced damage in silicon carbide studied by non-Rutherford elastic backscattering. Proc. Int. Conf. Ion Implantation Technology (Eds. H. Ryssel, L. Frey, J. Gyulai, and H. Glawischnig) IEEE, Inc., Piscataway, 00EX432 (2001)pp. 131-134.

E24. L.V. Poperenko, **T. Lohner**, V.S. Staschuk, V.O. Lysiuk: Optical properties of ionimplanted nickel films on pyroelectric. Metallofizika i Noveishie Tekhnologia 23 (2001) 199-201.

E25. P. Petrik, O. Polgár, **T. Lohner**, M. Fried, N.Q. Khánh, and J. Gyulai: Ellipsometric study of ion-implantation damage in single-crystal silicon - An advanced optical model. Solid State Phenomena 82-84 (2002) 765-770.

E26. Z. Zolnai, N.Q. Khánh, E. Szilágyi, E. Kótai, A. Ster, M. Posselt, **T. Lohner**, J. Gyulai: Investigation of Ion Implantation Induced Damage in the Carbon and Silicon Sublattices of 6H-SiC. Diamond and Related Materials 11 (2002) 1239-1242.

E27. P. Petrik, N.Q. Khánh, Z.E. Horváth, Z. Zolnai, I. Bársony, **T. Lohner**, M. Fried, J. Gyulai, C. Schmidt, C. Schneider, and H. Ryssel: Characterisation of BaxSr1-xTiO3 films using spectroscopic ellipsometry, Rutherford backscattering spectrometry and X-ray diffraction. Journal of Non-Crystalline Solids 303 (2002) 179-184.

E28. Z. Zolnai, N.Q. Khánh, **T. Lohner**, A. Ster, E. Kótai, I. Vickridge, J. Gyulai: Damage Distributions Induced by Channeling Implantation of Nitrogen into 6H Silicon Carbide.

Materials Science Forum 433-436 (2003) 645-648.

E29. E.R. Shaaban, **T. Lohner**, I. Pintér, P. Petrik, N.Q. Khánh, Z. E. Horváth, J. Gyulai: Characterization of near surface region of plasma immersion ion-implanted silicon using Rutherford backscattering spectrometry, transmission electron microscopy and spectroscopic ellipsometry. Vacuum 71 (2003) 27-31.

E30. P. Petrik, E.R. Shaaban, **T. Lohner**, G. Battistig, M. Fried, O. Polgár, J. Gyulai: Ion implantation-caused damage in SiC measured by spectroscopic ellipsometry. Thin Solid Films 455-456 (2004) 239-243.

E31. P. Petrik, F. Cayrel, M. Fried, O. Polgár, **T. Lohner**, L. Vincent, D. Alquier, J. Gyulai: Depth distribution of disorder and cavities in helium implanted silicon characterized by spectroscopic ellipsometry. Thin Solid Films 455-456 (2004) 344-348.

E32. M. Fried, P. Petrik, **T. Lohner**, N. Q. Khánh, O. Polgár, J. Gyulai: Dose-dependence of ion implantation-caused damage in silicon measured by ellipsometry and backscattering spectroscopy. Thin Solid Films 455-456 (2004) 404-409.

E33. L.V. Poperenko, E.R. Shaaban, N.Q. Khánh, V.S. Stashchuk, M.V. Vinnichenko, I.V. Yurgelevich, D.V. Nosach, **T. Lohner**: Effect of ion irradiation on the optical properties and room temperature oxidation of copper surface. Thin Solid Films 455-456 (2004) 453-456.

E34. O. Polgár, M. Fried, **T. Lohner**, I. Bársony: Evaluation of ellipsometric measurements using complex strategies. Thin Solid Films 455-456 (2004) 95-100.

E35. C. Schmidt, P. Petrik, C. Schneider, M. Fried, **T. Lohner**, I. Bársony, J. Gyulai, H. Ryssel: Optical characterization of ferroelectric Strontium-Bismuth-Tantalate (SBT) thin films. Thin Solid Films 455-456 (2004) 495-499.

E36. S. Ichihara, T. Nakagawa, M. Nitta, S. Abo, **T. Lohner**, C. Angelov, K. Ohta, M. Takai: Characterization of dopant profiles produced by ultra-shallow As implantation and spike annealing using medium energy ion scattering. Nuclear Instruments Methods in Physics Research B219 (2004) 584-588.

E37. K. Hayashi, H. Takayama, M. Ishikawa, S. Abo, **T. Lohner**, M. Takai: TOF-RBS with medium energy heavy ion probe for semiconductor process analysis. Nuclear Instruments Methods in Physics Research B219 (2004) 589-592.

E38. G. Battistig, J. Garcia Lopez, Y. Morilla, N. Q. Khánh, **T. Lohner**, P. Petrik, A. R. Ramos: Effect of ion current density on damage in Al ion implanted SiC. Nuclear Instruments Methods in Physics Research B219-220 (2004) 652.

E39. Z. Zolnai, A. Ster, N. Q. Khánh, E. Kótai, M. H. Posselt, G. Battistig, **T. Lohner**, J. Gyulai: Ion beam analysis and computer simulation of damage accumulation in nitrogen implanted 6H-SIC: Effects of channeling. Materials Science Forum 483 (2005) 637-640.

E40. P. Petrik, M. Fried, **T. Lohner**, O. Polgár, J. Gyulai, F. Cayrel, D. Alquier: Optical models for cavity profiles in high-dose helium-implanted and annealed silicon measured by ellipsometry. Journal of Applied Physics 97 (2005) 123514.

E41. S. Abo, S. Ichihara, **T. Lohner**, F. Wakaya, T. Eimori, Y. Inoue, M. Takai: Dopant profiling of ultra shallow As implanted in Si with and without spike annealing using medium energy ion scattering. Nuclear Instruments Methods in Physics Research. B 237 (2005) 72-76.

E42. S. Abo, S. Ichihara, **T. Lohner**, J. Gyulai, F. Wakaya, M. Takai: Ultra shallow As profiling before and after spike annealing using medium energy ion scattering. Proceedings of the Fifth International Workshop on Junction Technology, Osaka, Japan, June 7-8, 2005, pp 49-50.

E43. 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. Applied Surface Science 253 (2006) 349-353.

E44. H. Kitano, S. Abo, M. Mizutani, J. Tsuchimoto, **T. Lohner**, J. Gyulai, F. Wakaya, M. Takai: Compositional analysis of  $Hf_xSi_yO_{1-x-y}$  thin films by medium energy ion scattering (MEIS) analysis. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 249 (2006) 246-249.

E45. P. Petrik, M. Fried, **T. Lohner**, I. Bársony, Gyulai J: Ellipsometric characterization of nanocrystals in porous silicon. Applied Surface Science 253 (2006) 200-203.

E46. P. Petrik, M. Fried, **T. Lohner**, N.Q. Khánh, P. Basa, O. Polgár, C. Major, J. Gyulai, F. Cayrel, D. Alquier: Dielectric function of disorder in high-fluence helium-implanted silicon. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms 253 (2006) 192-195.

E47. P. Petrik, **T. Lohner**, L. Égerhazi, Z Geretovszky: Optical models for the ellipsometric characterization of carbon nitride layers prepared by inverse pulsed laser deposition. Appl. Surf. Sci. 253 (2006) 173-176.

E48. O. Polgár, P. Petrik, **T. Lohner**, M. Fried: Evaluation strategies for multi-layer, multimaterial ellipsometric measurements. Applied Surface Science 253 (2006) 57-64.

E49. P. Szöllősi, P. Basa, C. Dücső, B. Máté, M. Ádám, **T. Lohner**, P. Petrik, B. Pécz, T. Tóth, L. Dobos, L. Dozsa, Z.J. Horváth: Electrical and optical properties of Si-rich SiNx layers: Effect of annealing. Current Applied Physics 6 (2006) 179-181.

E50. M. Serényi, **T. Lohner**, Z. Zolnai, P. Petrik, A. Nemcsics, N.Q. Khanh, P. Turmezei: Studies on the RF Sputtered Amorphous SiGe Thin Films. Inorganic Materials, 42 (2006) 3-6.

E51. G. Battistig, N.Q. Khánh, P. Petrik, **T. Lohner**, L. Dobos, B. Pecz, J. Garcia Lopez and Y. Morilla: A view of the implanted SiC damage by Rutherford backscattering spectroscopy, spectroscopic ellipsometry, and transmission electron microscopy. J. Appl. Phys, 100 (2006) 093507.

E52. D.L. Wainstein, A.I. Kovalev, Cs. Dücső, T. Jászi, P. Basa, Zs.J. Horváth, **T. Lohner**, P. Petrik: X-ray photoelectron spectroscopy investigations of Si in non-stoichiometric SiN<sub>X</sub> LPCVD multilayered coatings. Physica E 38 (2007) 156-159.

E53. M. Serényi, **T. Lohner**, P. Petrik, C. Frigeri: Comparative analysis of amorphous silicon and silicon nitride multilayer by spectroscopic ellipsometry and transmission electron microscopy. Thin Solid Films 515 (2007) 3559-3562.

E54. N.V. Nguyen, S. Abo, T. Lohner, H. Sawaragi, F. Wakaya, M. Takai: Development of

time-of-flight RBS system using multi microchannel plates. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms 260 (2007) 105-108.

E55. Z. Zolnai, A. Ster, N.Q. Khánh, G. Battistig, **T. Lohner**, J. Gyulai J, E. Kótai, M. Posselt: Damage accumulation in nitrogen implanted 6H-SiC: dependence on the direction of ion incidence and on the ion fluence. J. Appl. Phys. 101 (2007) 023502.

E56. P. Basa, A.S. Alagoz, **T. Lohner**, M. Kulakci, R. Turan, K. Nagy, Z.J. Horváth: Electrical and ellipsometry study of sputtered SiO2 structures with embedded Ge nanocrystals. Appl. Surf. Sci. 254 (2008) 3626-3629.

E57. J. Gyulai, G. Battistig, **T. Lohner**, Z. Hajnal: Wedge etching by anodic oxidation and determination of shallow boron profile by ion beam analysis. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms 266 (2008) 1434-1438.

E58. E. Szilagyi, P. Petrik, **T. Lohner**, A.A. Koós, M. Fried, G. Battistig: Oxidation of SiC investigated by ellipsometry and Rutherford backscattering spectrometry. J. Applied Physics 104 (2008) 014903

E59. **T. Lohner**, M. Serényi, D.K. Basa, N.Q. Khánh, A. Nemcsics, P. Petrik, P. Turmezei: Composition and Thickness of RF Sputtered Amorphous Silicon Alloy Films. Acta Politechnica Hungarica 5 (2008) 23-30.

E60. P. Petrik, N.Q. Khánh, J. Li, J. Chen, R.W. Collins, M. Fried, G.Z. Radnóczi, **T. Lohner**, J. Gyulai: Ion implantation induced disoreder in single-crystal and sputter-deposited polycrystalline CdTe characterized by ellipsometry and backscattering spectrometry. physica status solidi (c) 5 (2008) 1358-1361.

E61. I. Bányász; S. Berneschi, I. Cacciari, M. Fried, **T. Lohner**, G. Nunzi-Conti G, F. Pászti, S Pelli, P. Pertik, G.C. Righini, A. Watterich, Z. Zolnai: Nitrogen-ion-implanted planar optical waveguides in Er-doped tellurite glass: fabrication and characterization, Proc. SPIE 6890: 68901A; (2008) DOI:10.1117/12.768507

E62. I. Bányász, S. Berneschi, I. Cacciari, M. Fried, **T. Lohner**, G. Nunzi-Conti, F. Pászti, S. Pelli, P. Petrik, G.C. Righini, A. Watterich, Z. Zolnai: Nitrogen-ion-implanted planar optical waveguides in Er-doped tellurite glass: fabrication and characterization. (ed.: M.J.F. Digonnet, S. Jiang, J.W. Glesener and J.C. Dries) SE: Proceedings of the Society of Photo-Optical Instrumentations Engineers: (SPIE), Conference on Optical Components and Materials V, JAN 21-23, 2008, San Jose, CA, SP: SPIE, BN: 978-0-8194-7065-2, 6890(2008) A8901-A8901

E63. P. Petrik, M. Fried, E. Vazsonyi, P. Basa, **T. Lohner**, P. Kozma, Z. Makkai: Nanocrystal characterization by ellipsometry in porous silicon using model dielectric function. J. Appl. Phys. 105 (2009) 024908.

E64. P. Petrik, S. Milita, G. Pucker, A. Nassiopoulou, J. Van den Berg, M. Reading, M. Fried, **T. Lohner**, M. Theodoropoulou, S. Gardelis, M. Barozzi, M. Ghulinyan, A. Lui, L. Vanzetti and A. Picciotto: Preparation and characterization of nanocrystals using ellipsometry and X-ray diffraction. Analytical Techniques for Semiconductor Materials and Process Characterization 6 (ALTECH 2009), October 4-8, 2009, Vienna, Austria, Preparation and Characterization of Nanocrystals - ECS Trans. Vol. 25 (3) (2009) 373-378.

E65. A. Szekeres, E. Vlaikova, **T. Lohner**, P. Petrik, A. Cziráki, Gy. Kovács, S. Zlobin, P. Shepeliavyi: Effect of high-temperature annealing on evaporated silicon oxide films: A spectroscopic ellipsometry study, Analytical Techniques for Semiconductor Materials and Process Characterization 6 (ALTECH 2009), October 4-8, 2009, Vienna, Austria, ECS Trans. Vol. 25 (3) (2009) 379-384.

E66. P. Petrik, M. Fried, Z. Zolnai, N. Q. Khánh, Jian Li, R. W. Collins, **T. Lohner**: Dielectric Function and Defect Structure of CdTe Implanted by 350-keV Bi Ions, Mater. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 1123, 2009 Materials Research Society 1123-P05-01

E67. P. Petrik, E. Szilágyi, **T. Lohner**, G. Battistig, M. Fried, G. Dobrik, and L. P. Biró: Optical models for ultra-thin oxides on Si-terminated and C-terminated faces of thermally oxidized SiC, Journal of Applied Physics 106 (2009) 123506.

E68. A. Simon, A. Sulyok, M. Novák, G. Juhász, **T. Lohner**, M. Fried, A. Barna, R. Huszánk, M. Menyhárd: Investigation of an ion-milled Si/Cr multilayer using micro-RBS, ellipsometry and AES depth profiling techniques. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B 267 (2009) 2212-2215.

E69. **T. Lohner**, A. Szekeres, T. Nikolova, E. Vlaikova, P. Petrik, G. Huhn, K. Havancsák, I. Lisovskyy, S. Zlobin, Z.I. Indutnyy, and P.E. Shepeliavyi: Optical models for ellipsometric characterization of high temperature annealed nanostructured SiO2 films, Journal of Optoelectronics and Advanced Materials 11 (2009) 1288-1291.

E70. A. Szekeres, **T. Lohner**, P. Petrik, G. Huhn, K. Havancsák, I. Lisovskyy, S. Zlobin, I.Z. Indutnyy, and P.E. Shepeliavyi: Ellipsometric characterization of SiOx films with embedded Si nanoparticles. Vacuum 84 (2009) 115-118.

E71. S. Abo, S. Kumano, K. Murakami, F. Wakaya, **T. Lohner**, M. Takai: Study on time resolution of single event TOF-RBS measurement. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms 268 (2010) 2019-2022.

E72. A. Szekeres, E. Vlaikova, **T. Lohner**, A. L. Tóth, I. Lisovskyy, S. Zlobin, P. E. Shepeliavyi, Characterization of oblique deposited nanostructured SiOx films by ellipsometric and IR spectroscopies, Solid State Phenomena 159 (2010) pp 149-152.

E73. P. Petrik, Z. Zolnai, O. Polgár, M. Fried, Z. Betyák, E. Agócs, **T. Lohner**, C. Werner, M. Röppischer, C. Cobet; of damage structure in ion implanted SiC using high photon energy synchrotron ellipsometry. Thin Solid Films 519 (2011) 2791-2794.

E74. I. Mohácsi, P. Petrik, M. Fried, **T. Lohner**, J.A. van den Berg, M.A. Reading, D. Giubertoni, M. Barozzi, A. Parisini: Characterisation of ultra-shallow disorder profiles and dielectric functions in ion implanted Si. Thin Solid Films 519 (2011) 2847-2851.

# dc\_262\_11 6. Részvételem pályázatokban

### 1. Témavezetőként

OTKA, nyilvántartási szám: T016821 Cím: Ionbesugárzás hatására kialakuló anomális felületi amorfizáció vizsgálata A kutatás időszaka: 1995-1997 Témavezető: Lohner Tivadar

AKP, azonosító szám: 97-92 2,2/27
cím: Ionimplantáció keltette rácshibák és kölcsönhatásaik szilíciumkarbidban
A kutatás időszaka: 1998-1999. december 31.
Témavezető: Lohner Tivadar

OTKA, azonosító szám: T030441 Cím: Tranziens és anomális folyamatok az ionsugaras anyagmódosításban. A kutatás időszaka: 1999-2003 Témavezető: Lohner Tivadar

OTKA, nyilvántartási szám: 68688 Cím: Hullámvezetők és diffraktív optikai elemek létrehozása ionimplantációval A kutatás időszaka: 2007-07-01 - 2012-06-30 Témavezető: Lohner Tivadar

### 2. Résztvevő kutatóként

### COPERNICUS, azonosító szám: CIPA-CT94-0131

Cím: Real-Time Spectroscopic Analysis: In-Situ Analysis of Spectroscopic Measurements for Process Monitoring and Control by High-Performance Parallel Computation (RESPECT, In-situ spektroszkópiai mérési adatok valós idejű feldolgozása, magyar-holland-cseh projekt) A kutatás időszaka: 1996-1998 Témavezető: Fried Miklós

OTKA, nyilvántartási szám: 34332 Cím: Az ion implantáció alapfolyamatai, hőhatás és kristályosodás A kutatás időszaka: 2001-01-01 - 2005-12-31 Témavezető: Dézsi István

OTKA, nyilvántartási szám: 43704 Cím: Ionsugaras módszerek a fizikai nanotechnológiában (IONNANO) A kutatás időszaka: 2003-01-01 - 2005-12-31 Témavezető: Gyulai József

OTKA, nyilvántartási szám: 47011 Cím: Optikai modellek fejlesztése sokösszetevős anyagrendszerek ellipszometriai vizsgálatához A kutatás időszaka: 2004-01-01 - 2008-12-31 Témavezető: Fried Miklós

FP6 projekt, nyilvántartási szám: Cím: European Integrated Activity of Excellence and Networking for Nano and Micro-Electronics Analysis (ANNA) A kutatás időszaka: 2007-2010 Témavezető: Petrik Péter

OTKA, nyilvántartási szám: 68120 Cím: Összetett, polimertartalmú felületi nanostruktúrák szerkezetvizsgálata és funkcionális jellemzése, valamint a gyógyszerhordozóként való alkalmazás lehetősége A kutatás időszaka: 2007-07-01 - 2012-06-30 Témavezető: Kiss Éva

OTKA, nyilvántartási szám: 75008 Cím: Óriás mágneses ellenállás (GMR) elektrolitikus multirétegekben A kutatás időszaka: 2009-01-01 - 2012-12-31 Témavezető: Bakonyi Imre

## dc\_262\_11 7. Témavezetői és oktatási tevékenységem

### Több fiatalnak voltam témavezetője:

Jároli Erika: Implantáció okozta rácskárosodás vizsgálata szilíciumban ellipszometriával és Rutherford-visszaszórással. Egyetemi szakdolgozat, ELTE, Budapest, 1984.

Fried Miklós: Ion implantáció hatásának vizsgálata Si-on és GaP-on ellipszometriával és ionvisszaszórásos spektrometriával, egyetemi doktori PhD? értekezés, Budapest, 1985.

Nguyen Quoc Khánh: Mikroelektronikai célokra alkalmas szilícium-szigetelő szerkezetek (SOI) kialakítása nagy dózisú ionimplantációval és komplex vizsgálatuk. Egyetemi doktori értekezés, BME, Budapest, 1987.

Nguyen Quoc Khánh: Az ionimplantáció néhány alkalmazása mikroelektronikai célokra. PhD értekezés, BME, Budapest, 1997.

Essam Ramadan Shaaban: Investigations of near surface modification induced by ion implantation. PhD Thesis, Eötvös Loránd University, Budapest, 2003.

Zolnai Zsolt: Irradiation-induced crystal defects in silicon carbide. PhD Thesis, BMGE, 2005.

- - - - -

Mohamed Abdel-Fattah El-Sherbiny témavezetője Gyulai József akadémikus volt, az ellipszometriával kapcsolatos részletes elméleti ismeretekre és kísérleti tudnivalókra én tanítottam meg a jelöltet, aki a következő értekezésben foglalta össze munkáját:

Mohamed Abdel-Fattah El-Sherbiny: Investigation of ion implantation caused damage profiles by spectroscopic ellipsometry in semiconductors. PhD Thesis, Al-Azhar University, Cairo, Egypt, 1996.

### Oktatási tevékenységem:

A Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem mérnök-fizikus hallgatóinak számos éven keresztül tartottam előadást a Fizikai Intézet Atomfizika Tanszék szervezésében a Kísérleti módszerek tantárgy keretében "Ellipszometria" címmel, amelyhez mérési gyakorlat is tartozott. A mérési gyakorlatot fiatal kollégáim tartották.

# dc\_262\_11 8. Irodalomjegyzék

[Abo05a] S. Abo, S. Ichihara, T. Lohner, F. Wakaya, T. Eimori, Y. Inoue, M. Takai: Dopant profiling of ultra shallow As implanted in Si with and without spike annealing using medium energy ion scattering. Nuclear Instruments Methods in Physics Research B 237 (2005) 72-76.

[Abo05b] S. Abo, S. Ichihara, T. Lohner, J. Gyulai, F. Wakaya, M. Takai: Ultra shallow As profiling before and after spike annealing using medium energy ion scattering. Proceedings of the Fifth International Workshop on Junction Technology, Osaka, Japan, June 7-8, 2005, pp 49-50.

[Abo09] K. Abou-Saleh, V. Aguié-Béghin, L. Foulon, M. Valade, R. Douillard: Relations between the air/wine adsorption layer and the bubble collar stability in experimental and commercial champagnes, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 344 (2009) 86-96.

[Abo10] S. Abo, S. Kumano, K. Murakami, F. Wakaya, T. Lohner, M. Takai: Study on time resolution of single event TOF-RBS measurement. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms 268 (2010) 2019-2022.

[Abd10] Z. Abdallah, V. Aguié-Béghin, K. Abou-Saleh, R. Douillard, C. Bliard: Isolation and analysis of macromolecular fractions responsible for the surface properties in native Champagne wines, Food Research International 43 (2010) 982-987.

[Ada02] S. Adachi, H. Mori, S. Ozaki: Model dielectric function for amorphous semiconductors. Physical Review B 66 (2002) 153201.

[Ake11] C. Akerlind, H. Arwin, F:L:E: Jakobsson, H. Kariis, K. Jarrendahl: Optical properties and switching of a Rose Bengal derivative: a spectroscopic ellipsometry study. Thin Solid Films 519 (2011) 3582-3586.

[Ang03] C. Angelov, M. Takai, A. Kinomura, Y. Horino, A. Peeva, W. Skorupa: Ion beam induced epitaxial crystallization of silicon implanted with heavy ions. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 206 (2003) 907-911.

[Ang05] C. Angelov, T. Lohner, M. Takai, A. Kinomura, S. Georgiev: Structural study of Si samples, beam crystallized using medium energy ion scattering. Journal of Optoelectronics and Advanced Materials. 7 (2005) 457-460.

[Ang07] C. Angelov, S. Georgiev, B. Amov, V. Mikli, T. Lohner: Solid phase and ion beam epitaxial crystallization of Si implanted with Zn and Pb ions, J. Optoelectronics and Advanced Materials 9 (2007) 311-314.

[Arw11] H. Arwin: Application of ellipsometry techniques to biological materials. Thin Solid Films 519 (2011) 2589-2592.

[Asp73] D.E. Aspnes: Fourier transform detection system for rotating-analyzer ellipsometers. Optics Communications 8 (1973) 222-225.

[Asp75] D.E. Aspnes, A.A. Studna: High precision scanning ellipsometer. Applied Optics 14 (1975) 220-228.

[Asp82] D.E. Aspnes: Optical properties of thin films. Thin Solid Films 89 (1982) 249-262.

[Asp83] D.E. Aspnes, A.A. Studna: Dielectric functions and optical parameters of Si, Ge, GaP, GaAs, GaSb, InP, InAs, and InSb from 1.5 to 6.0 eV, Physical Review B 27 (1983) 985-1009.

[Ast00] E.V. Astrova, V.A. Tolmachev: Effective refractive index and composition of oxidized porous silicon films. Materials Science and Engineering B 69-70 (2000) 142-148.

[Azo11] M. Azodi, C. Falamaki, A. Mohsenifar: Sucrose hydrolysis by invertase immobilized on functionalized porous silicon. Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic 69 (2011) 154-160.

[Azz77] RMA Azzam, NM Bashara: Ellipsometry and polarized light, North-Holland Publishing Company, Amsterdam, 1977.

[Azz87] RMA Azzam, NM Bashara: Ellipsometry and polarized light, Elsevier Science B.V., Amsterdam, 1987.

[Bag80] B.G. Bagley, D.E. Aspnes, A.C. Adams: Optical properties of LPCVD a-Si over the energy range 1.5 to 6.0 eV, Bull. Am. Phys. Soc. 25 (1980) 12

[Bag81] B.G. Bagley, D.E. Aspnes, A.C. Adams, C.J. Mogab: Optical properties of low pressure chemically vapor deposited silicon over the energy range 3.0 - 6.0 eV. Applied Physics Letters 38 (1981) 56-58.

[Bár94] I. Bársony, J.G.E. Klappe, É. Vázsonyi, T. Lohner, M. Fried: Rapid thermal oxidation for passivation of porous silicon, MRS Symposia Proceedings Vol. 342 (1994) 91-96.

[Bár97] I. Bársony, K. Molnár, T. Mohácsy, E. Vázsonyi, P. Varga, M. Ádám, T. Lohner: Porous silicon - promises and prospects, Proc. of the Ninth Hungarian - Korean Seminar on Integrated Circuits and Devices, edited by E. Czoboly (1997) Budapest, Hungary pp. 229-238.

[Bar09] D.C. Barbosa, F.A. Almeida, R.F. Silva, N.G. Ferreira, V.J. Trava-Airoldi, E.J. Corat: Influence of substrate temperature on formation of ultrananocrystalline diamond films deposited by HFCVD argon-rich gas mixture. Diamond & Related Materials, 18 (2009) 1283-1288.

[Ber01] J.A. van den Berg, S. Zhang, S. Whelan, D.G. Armour, R.D. Goldberg, P. Bailey, T.C.Q. Noakes: Medium energy ion scattering for the characterisation of damage profiles of ultra shallow B implants in Si. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 183 (2001) 154-165.

[Bol95] W. Bolse, J. Conrad, T. Rödle, T. Weber: Ion-beam-induced amorpization of 6H-SiC. Surface Coating Technology 74/75 (1995) 927-931.

[Bol11] V.V. Bolotov, N.A. Davletkil'deev, A.A. Korotenko, E.Y. Mosur, O.Y. Proskurina, Y.A. Sten'kin: Investigation of the hemoglobin adsorption in porous silicon by ellipsometry method. Technical Physics 56 (2011) 1053-1055.

[Bor68] M. Born, E. Wolf: Principles of Optics, Pergamon Press, London, 1968.

[Bra08] N.A. Braga, C.A.A. Cairo, E.C. Almeida, M.R. Baldan, N.G. Ferreira: From micro to nanocrystalline transition in the diamond formation on porous pure titanium. Diamond & Related Materials, 17 (2008) 1891-1896.

[Bru35] D.A.G. Bruggemann: Berechnung physikalischer Konstanten von heterogenen Substanzen: I. Dielektriziätkonstanten and Leitfähigkeiten der Mischkörper aus isotropen Substanzen. Annals Phys. (Leipzig) 24 (1935) 636-664.

[Bru05] P. Bruno, F. Bénédic, F. Mohasseb, F. Silva, K. Hassouni: Effects of substrate temperature on nanocrystalline diamond growth: an in-situ optical study. Thin Solid Films 482 (2005) 50-55.

[Bry97] C. Brylinski: Silicon carbide for microwave power applications. Diamond and Related Materials 6 (1997) 1405-1413.

[Bsi91] A. Bsiesy, F. Gaspard, R. Herino, M. Ligeon, F. Muller, J.C. Oberlin: Anodic oxidation of porous silicon layers formed on lightly p-doped substrates. Journal of the Electrochem. Society 138 (1991) 3450-3456.

[Bud07] J. Budai, S. Tóth, Z. Tóth, M. Koós: Diamond-like carbon films prepared by reactive pulsed laser deposition in hydrogen and methane ambient. Applied Surface Science 253 (2007) 8220-8225.

[Bui06] O. Buiu, Y. Lu, I.Z. Mitrovic, S. Hall, P. Chalker, R.J. Potter: Spectroellipsometric assessment of HfO2 thin films. Thin Solid Films 515 (2006) 623-626.

[Bur11] R. Burman, A.A. Strömstedt, M. Malmsten, U. Göransson: Cyclotide-membrane interactions: Defining factors of membrane binding, depletion and disruption. Biochimica et Biophysica Acta 1808 (2011) 2665-2673.

[Cah69] B.D. Cahan, R.F. Spanier: A high speed precision automatic ellipsometer. Surface Science 16 (1969) 166-176.

[Can90] L.T. Canham: Silicon quantum wire array fabrication by electrochemical and chemical dissolution of wafers. Applied Physics Letters 57 (1990) 1046-1048.

[Can91] L.T. Canham, M.R. Houlton, W.Y. Leong, C. Pickering, J.M. Keen: Atmospheric impregnation of porous silicon at room temperature. Journal of Applied Physics 70 (1991) 422-431.

[Can96] J.L. Cantin, M. Schoisswohl, A. Grosman, S. Lebib, C. Ortega, H.J. von Bardeleben, E. Vazsonyi, G. Jalsovszky, J. Erostyak: Anodic oxidation of p- and p(+)-type porous silicon: Surface structural transformations and oxide formation. Thin Solid Films 276 (1996) 76-79.

[Cas96] J.B. Casady, R.W. Johnson: Status of silicon carbide (SiC) as a wide-bandgap semiconductor for high-temperature applications: A review. Solid State Electronics 39 (1996) 1409-1422.

[Cha94] D.L. Chapek, J.R. Conrad, R.J. Matyi, S.B. Felch: Structural characterization of plasma-doped silicon by high resolution x-ray diffraction, Journal of Vacuum Science and Technology B12 (1994) 951-955.

[Chu78] W.K. Chu, J.W. Mayer, M.-A. Nicolet: Backscattering Spectrometry, Academic Press, New York, 1978.

[Col86] R.W. Collins, B.G. Yacobi, K.M. Jones, Y.S. Tsuo: Structural studies of hydrogen bombarded silicon using ellipsometry and transmission electron microscopy. Journal of Vacuum Science and Technology A 4 (1986) 153-158.

[Col92] R.W. Collins, Y. Cong, H.V. Nguyen, I. An, K. Vedam, T. Badzian, R. Messier: Real time spectroscopic ellipsometry characterization of the nucleation of diamond by filament-assisted chemical vapor deposition. Journal of Applied Physics 71 (1992) 5287-5289.

[Col94] R.W. Collins, I. An, C. Chen, A.S. Ferlauto, J.A. Zapien: Advances in multichannel ellipsometric techniques for in-situ and real-time characterization of thin films. Thin Solid Films 469 (2004) 38-46.

[Col00] R.W. Collins, J. Koh, H. Fujiwara, P.I. Rovira, A.S. Ferlauto, J.A. Zapien, C.R. Wronski, R. Messier: Recent prograss in thin film growth analysis by multichannel spectroscopic ellipsometry. Applied Surface Science 154 (2000) 217-228.

[Con91] Y. Cong, R.W. Collins, G.F. Epps, H. Windischmann: Spectroellipsometry characterization of optical quality vapor-deposited diamond thin films. Applied Physics Letters 58 (1991) 819-821.

[Con96] J. Conrad, T. Rödle, T. Weber, W. Bolse: Irradiation effects in alpha-SiC studied via RBS-C, Raman scattering and surface profiling. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 188 (1996) 748-752.

[Cse77] L. Csepregi, E.F. Kennedy, T.J. Gallagher, J.W. Mayer, T.W. Sigmon: Reordering of amorphous layers of Si implanted with P-31, As-75 and B-11 ions. Journal of Applied Physics 48 (1977) 4234-4240.

[Cse96] L. Csepregi, J. Gyulai, S.S. Lau: The early history of solid phase epitaxial growth. Materials Chemistry and Physics 46 (1996) 178-180.

[Csi09] P. Csikvari, A. Somogyi, M. Veres, Gy. Hárs, A. Tóth: Investigation of the combined effect of argon addition and substrate bias on the growth of ultrananocrystalline diamond layers. Diamond & Related Materials 18 (2009) 1459-1465.

[Cso02] H. Csorbai, A Kováts, S. Kátai, G. Hárs, C. Dücső, E. Kálmán, P. Deák: Microwave plasma CVD diamond layers on three-dimensional structured Si for protective coating. Diamond & Related Materials 11 (2002) 519-522.

[Dea73] G. Dearnaley, J.H. Freeman, R.S. Nelson, J. Stephen: Ion implantation. North Holland Publishing Company, Amsterdam 1973.

[Deá01] Deák Péter, Homokiné Krafcsik Olga, Vargáné Josepovits Katalin, Pécz Béla, Bársony

István: Reaktív hőkezelési eljárás köbös szilíciumkarbid (3C-SiC) epitaxiális előállítására szilícium felületi rétegében. Lajstromszám: P0004418 <u>esp@cenet link</u>, Benyújtás éve: 2000., Közzététel éve: 2001.

[Deá07] P. Deák, A. Kováts, P. Csíkváry, I. Maros, G. Hárs: Ethynyl (C2H): A major player in the chemical vapor deposition of diamond. Applied Physics Letters 90 (2007) 051503

[Der89] G. Derst, C. Wilbertz, K.L. Bhatia, W. Kratschmer, S. Kalbitzer: Optical properties of SiC for crystalline/amorphous pattern fabrication. Applied Physics Letters 54 (1989) 1722-1724.

[Dru89] P. Drude: Ueber Oberflächenschichten. I. Theil. Annalen der Physik and Chemie, 36 (1889) 532-560.

[Edw85] D.F. Edwards, H.R. Philipp, in Handbook of Optical Constants of Solids, edited by E.D. Palik (Academic, Orlando, 1985), p. 665.

[El-96] M.A. El-Sherbiny, N. Q. Khánh, H. Wormeester, M. Fried, T. Lohner, I. Pintér, J. Gyulai: Surface disorder production during plasma immersion implantation and high energy ion implantation. Nuclear Instruments and Methods B 118 (1996) 728-732.

[Ell87] R.G. Elliman, D.C. Jacobson, J. Linnros, J.M. Poate: Ion-beam-induced epitaxy and interfacial segregation of Au in amorphous silicon. Applied Physics Letters 51 (1987) 314-316.

[Fel82] L.C. Feldman, J.W. Mayer, S.T. Picraux: Material Analysis by ion channeling, Academic Press, New York 1982.

[For86] A.R. Forouhi, I. Bloomer: Optical dispersion relations for amorphous semiconductors and amorphous dielectrics. Physical Review B 34 (1986) 7018-7026.

[Fór98] Sz. Fórizs, Z. G. Horváth, T. Lohner, M. Fried, I. Bársony; PC controlled CCD matrix based optical multichannel analyzer for "RESPECT" measurements; OPTIKA'98 5th Congress on Modern Optics, 14-17 September 1998, Budapest, Hungary, oral, SPIE Proc. vol.3573 (1998) 230-231.

[Fox09] O.J.L. Fox, J. Ma, P.W. May, M.N.R. Ashfold, Yu.A. Mankelevich: The role of inert gas in MW-enhanced plasmas for the deposition of nanocrystalline diamond thin films. Diamond & Related Materials 18 (2009) 750-758.

[Fra05] D. Franta, I. Ohlídal, D. Petrydes: Optical characterization of TiO2 thin films by the combined method of spectroscopic ellipsometry and spectroscopic photometry. Vacuum 80 (2005) 159-162.

[Fra08] D. Franta, L. Zajícková, M. Karasková, O. Jasek, D. Necas, P. Klapetek, M. Valtr: Optical characterization of ultrananocrystalline diamond films, Diamond & Related Materials 17 (2008) 1278-1282.

[Fri92a] M. Fried, T. Lohner, W.A.M. Aarnink, L.J. Hanekamp, A. van Silfhout: Determination of complex dielectric functions of ion implanted and implanted-annealed silicon by Spectroscopic Ellipsometry. Journal of Applied Physics 71 (1992) 5260-5262.

[Fri92b] M. Fried, T. Lohner, W.A.M. Aarnink, L.J. Hanekamp, A. van Silfhout: Nondestructive determination of damage depth profiles in ion-implanted semiconductors by Spectroscopic Ellipsometry using different optical models. Journal of Applied Physics 71 (1992) 2835-2843.

[Fri94] M. Fried, P. Masa: Backpropagation (neural) networks for fast pre-evaluation of spectroscopic ellipsometric measurements. Journal of Applied Physics 75 (1994) 2194-2201.

[Fri96] M. Fried, T. Lohner, O. Polgar, P. Petrik, E. Vazsonyi, I. Barsony, J.P. Piel, J. L. Stehle: Characterization of different porous silicon structures by spectroscopic ellipsometry. Thin Solid Films, 276 (1996) 223-227.

[Fri98] M. Fried, H. Woormeester, E. Zoethout, T. Lohner, O. Polgár, I. Bársony: In situ spectroscopic ellipsometric investigation of vacuum annealed and oxidized porous silicon layers. Thin Solid Films 313-314 (1998) 459-463.

[Fri99] M. Fried, O. Polgar, T. Lohner, S. Strehlke, C. Levy-Clement: Comparative study of the oxidation of thin porous silicon layers studied by reflectometry, spectroscopic ellipsometry and secondary ion mass spectroscopy. Journal of Luminescence 80 (1999) 147-152.

[Fri01] M. Fried, T. Lohner, P. Petrik: Ellipsometric Characterization of Thin Films. In: Handbook of Surfaces and Interfaces of Materials, Solid Thin Films and Layers, Volume 4 (Editor H.S. Nalwa), Academic Press, San Diego, (2001) pp. 335-367.

[Fri11] M. Fried, G. Juhász, C. Major, P. Petrik, O. Polgár, Z. Horváth, A. Nutsch: Expanded beam (macro-imaging) ellipsometry. Thin Solid Films 519 (2011) 2730-2736.

[Fro96] U. Frotscher, U. Rossow, E. Ebert, C. Pietryga, W. Richter, M.G. Berger, R. Arens-Fischer, and H. Münder, Thin Solid Films 276 (1996) 36-39.

[Fuk97] W. Fukarek, W. Möller, N. Hatzopoulos, D.G. Armour, J.A. Van den Berg: Ellipsometric investigation of damage distribution in low energy boron implantation in silicon. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 127/128 (1997) 879-883.

[Fuk98] W. Fukarek, R.A. Yankov, W. Anwand, V. Heera: Damage in silicon carbide induced by Rutherford backscattering analysis. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 142 (1998) 561-570.

[Fuj07] H. Fujiwara: Spectroscopic ellipsometry: principles and applications. John Wiley and Sons, 2007.

[Gar11] L.J. Garcia, Y. Kawamura, M. Uematsu, J.M. Hernándes-Mangas, K.I. Itoh: Monte Carlo simulation of silicon atomic displacement and amorphization induced by ion implantation. Journal of Applied Physics 109 (2011) 123507.

[Gen11] S. Genov, D. Riester, T. Hirth, G. Tovar, K. Borchers, A. Weber: Preparation and characterisation of dry thin native protein trehalose films on titanium-coated cyclo-olefin polymer (COP) foil generated by spin-coating/drying process and applied for protein transfer by Laser-Induced-Forward Transfer (LIFT). Chemical Engineering and Processing 50 (2011) 558-564.

[Ger71] G. Gergely, Ed., Ellipsometric Tables of the Si-SiO<sub>2</sub> System for Mercury and He-Ne Lase Spectral Lines (Akadémiai Kiadó, Budapest, 1971).

[Gib77] Giber J., Gyulai J., Vargáné Josepovits K., Biró L.P.: Diffúzió és ionimplantáció szilárdtestekben (A technológia alapjai I.) Egyetemi tankönyv, Műegyetemi Kiadó, 1977.

[Gir01] P.K. Giri, S. Tripurasundari, G. Raghavan, B.K. Panigrahi, P. Magudapathy, K.G.M. Nair, A.K. Tyagi: Crystalline to amorphous transition and band structure evolution in ion-damaged silicon studied by spectroscopic ellipsometry. Journal of Applied Physics 90 (2001) 659-669.

[God11] P. Godignon, X. Jorda, M. Vellvehi, X. Perpina, V. Banu, D. Lopez, J. Barbero, P. Brosslard, S. Massetti: SiC Schottky diodes for harsh environment space application. IEEE Transactions on Industrial Electronics 58 (2011) 2582-2590.

[Gol79] I. Golecki, G.E. Chapman, S.S. Lau, B.Y. Tsaur, J.W. Mayer: Ion-beam induced epitaxy of silicon. Physics Letters A 71 (1979) 267-269.

[Gre70] R. Greef: An automatic ellipsometer for use in electrochemical investigations. Review of Scientific Instruments 41 (1970) 532-538.

[Gri91] V.K. Grigorev, V.I. Petrovskii, I.A. Shchapova: Ellipsometry in monitoring photoresist during industrial production. Industrial Laboratory 57 (1991) 1017-1017.

[Gri06] J. Griffin, P.C. Ray: Role of inert gas in the low-temperature nano-diamond chemical vapour deposition process. Nanotechnology 17 (2006) 1225-1229.

[Guide] Guide to Using WVASE32, Felhasználói kézikönyv, Woollam Co., Inc.

[Gup01] S. Gupta, B.R. Weiner, G. Morell: Ex situ spectroscopic ellipsometry investigation of the layered structure of polycrystalline diamond thin films grown by electron cyclotron resonance-assisted chemical vapor deposition. Journal of Applied Physics 90 (2001) 1280-1285.

[Gyu78a] Gyulai József: A Rutherford visszaszórás és ionimplantáció alkalmazása félvezető rétegekben, akadémiai doktori értekezés, MTA KFKI, Budapest, 1978.

[Gyu78b] Proceedings of the International Conference on Ion Beam Modification of Materials, 4-8 September, 1978, Budapest. Editors: J. Gyulai, T. Lohner, E. Pásztor, ISBN 963 371 468 0

[Gyu85] Gyulai József, Mezey Gábor: Felületi rétegek vizsgálata közepes energiájú ionokkal. A szilárdtestkutatás újabb eredményei sorozat. 14. kötet, szerkesztő: Siklós Tivadar, Akadémiai Kiadó, Budapest, 1985.

[Gyu11a] Gyulai József: A Rutherford-visszaszórás és "karrierje" a mikroelektronikában. Fizikai Szemle LXI. évfolyam 9. szám, 2011. szeptember, 293-301.

[Gyu11b] G. Gyulai, Cs.B. Pénzes, M. Mohai, T. Lohner, P. Petrik, S. Kurunczi, É. Kiss: Interfacial properties of hydrophilized poly(lactic-co-glycolic acid) layers. Journal of Colloid and Interface Science 362 (2011) 600-606.

[Han82] L.J. Hanekamp, W. Lisowski, G.A. Bootsma: Spectroscopic ellipsometric investigation

of clean and oxygen covered copper single crystal surfaces. Surface Science 118 (1982) 1-18.

[Hab80] F.H.P.M. Habraken, O.L.J. Gijzeman, G.A. Bootsma: Ellipsometry of clean surfaces, submonolayer and monolayers films. Surface Science 96 (1980) 482-507.

[Hab81] F.H.P.M. Habraken, G.A. Bootsma: Study of adsorption phenomena in ultrahigh vacuum using ellipsometry. Acta Electronica 24 (1981) 167-178.

[Han83a] L.J. Hanekamp, S.J.H. Brader, G.A. Bootsma: Spectroscopic ellipsometric investigation of the clean and oxygen exposed Ni(110) surface. Surface Science 135 (1983) 383-395.

[Han83b] L.J. Hanekamp: Clean and oxygen covered copper and nickel surfaces investigated by ellipsometry and Auger electron spectroscopy. PhD Thesis, Twente University, Enschede, The Netherlands, 1983.

[Hau75] P.S. Hauge, F.H. Dill: A rotating-compensator Fourier ellipsometer, Optics Communications, 14 (1975) 431-437.

[Hay89] Y. Hayashi, A. Itoh: Ellipsometric monitor for process control. Applied Optics 28 (1989) 703-707.

[Hay04] K. Hayashi, H. Takayama, M. Ishikawa, S. Abo, T. Lohner, M. Takai: TOF-RBS with medium energy heavy ion probe for semiconductor process analysis. Nuclear Instruments Methods in Physics Research B219 (2004) 589-592.

[Hee95] V. Heera, J. Stoemenos, R. Kögler, W. Skorupa: Amorphization and recrystallization of 6H-SiC by ion-beam irradiation. Journal of Applied Physics 77 (1995) 2999-3009.

[Hee97] V. Heera, F. Prokert, N. Schell, H. Seifarth, W. Fukarek, M. Voelskow, W. Skorupa: Density and structural changes in SiC after amorphization and annealing. Applied Physics Letters 70 (1997) 3531-3533.

[Her98] C.M. Herzinger, B. Johs, W.A. McGahan, J.A. Woollam, W. Paulson: Ellipsometric determination of optical constants for silicon and thermally grown dilicon dioxide via a multi-sample, multi-wavelength, multi-angle investigation. Journal of Applied Physics 83 (1998) 3323-3336.

[Hio86] T. Hioki, A. Itoh, M. Ohkubo, S. Noda, H. Doi, J. Kawamoto, O. Kamigaito: Mechanical property changes in sapphire by nickel ion implantation and their dependence on implantation temperature. Journal of Materials Science 21 (1986) 1321-1328.

[Hor08a] Horváth Gábor, Barta András, Hegedüs Ramón, Pomozi István, Suhai Bence, Susanne Akesson, Benno Meyer-Rochow, Rüdiger Wehner: Sarkított fénnyel a vikingek nyomában az északi sarkvidéken. Fizikai Szemle (2008) 131-140.

[Hor08b] HORVÁTH, Zoltán György; JUHÁSZ, György; FRIED, Miklós; MAJOR, Csaba; PETRIK, Péter: Imaging optical device with a pinhole camera Pub. No.: WO/2008/142468; International Application No.: PCT/ HU2008/000058; Publication Date: 27.11.2008; Priority Data: P 0700366 23.05.2007 HU

[Hor11] G. Horváth, A. Barta, I. Pomozi, B. Suhai, R. Hegedüs, S. Akesson, B. Meyer-Rochow, R. Wehner: On the trail of Vikings with polarized skylight: experimental study of the atmospheic optical prerequisities allowing polarimetric navigation by Viking seafarers. Phil. Trans. R. Soc. B 366 (2011) 772-782.

[Hsu10] J.Y. Hsu, R.T. Huang, M.J. Hung, Y.C. Yu: A TEM investigation of retained defects in Si wafer by 1 MeV Si ions bombardment. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 268 (2010) 2193-2196.

[HuZ07] Z.G. Hu, P. Prunici, P. Hess, K.H. Chen: Optical Properties of nanocrystalline diamond films from mid-infrared to ultraviolet using reflectometry and ellipsometry. J. Mater. Sci: Mater. Electron. 18 (2007) S37-S41.

[Ich04] S. Ichihara, T. Nakagawa, M. Nitta, S. Abo, T. Lohner, C. Angelov, K. Ohta, M. Takai: Characterization of dopant profiles produced by ultra-shallow As implantation and spike annealing using medium energy ion scattering. Nuclear Instruments Methods in Physics Research B 219 (2004) 584-588.

[Imp11] G. Impellizzeri, S. Mirabella, M.G. Grimaldi: Ion implantation damage and crystallineamorphous transition in Ge. Applied Physics A Materials Science & Processing 103 (2011) 323-328.

[Ish96] Proceedings of the International Conference on Ion Implantation Technology, Austin, Texas, USA, June 16-21, 1996. Editors: E. Ishida, S. Banerjee, S. Mehta, T.C. Smith, M. Current, L. Larson, A. Tasch, IEEE Catalog Number: 96TH8182. ISBN 0-7803-3289-X

[Jár96] E. Jároli, E. Szilágyi, N.Q. Khánh, B. Pécz: Ion beam channeling study of cobalt implanted sapphire. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 118 (1996) 123-127.

[Jel93] G.E. Jellison Jr, M.F. Chisholm, S.M. Gorbatkin: Optical functions of chemical vapor deposited thin-film silicon determined by spetroscopic ellipsometry. Applied Physics Letters 62 (1993) 3348-3350.

[Jel96a] G.E. Jellison Jr., F.A. Modine: Parameterization of the optical functions of amorphous materials in the interband region. Applied Physics Letters 69 (1996) 371-373.

[Jel96b] G.E. Jellison Jr., F.A. Modine: Erratum: "Parameterization of the optical functions of amorphous materials in the interband region" [Applied Physics Letters 69, 371 (1996)], Applied Physics Letters 69 (1996) 2137.

[Jel00] G.E. Jellison Jr., V.I. Merkulov, A.A. Puretzky, D.B. Geohegan, G. Eres, D.H. Lowndes, J.B. Caughman:Characterization of thin-film amorphous semiconductors using spectroscopic ellipsometry, Thin Solid Films 377-378 (2000) 68-73.

[Jia04] W. Jiang, C.M. Wang, W. J. Weber, M.H. Engelhard, L.V. Saraf: Direct determination of volume changes in ion-beam-irradiated SiC. Journal of Applied Physics 95 (2004) 4687-4690.

[Joh11] B. Johs, H. Arwin, T. Wagner, D. Appel, D. Peros: Accuracy of color determination from spectroscopic ellipsometry measurements. Thin Solid Films 519 (2011) 2711-2714.

[Jon94] E.C. Jones, W. En, S. Ogawa, D.B. Fraser, N.W. Cheung: Anomalous behavior of shallow BF3 plasma immersion ion implantation, Journal of Vacuum Science and Technology B 12 (1994) 956-961.

[Juh08] G. Juhasz, Z. Horvath, C. Major, P. Petrik, O. Polgar, M. Fried, Non-collimated beam ellipsometry, PHYSICA STATUS SOLIDI C-CURRENT TOPICS IN SOLID STATE PHYSICS No. 5 (2008) 1081-1084

[Kát99] Sz. Kátai, Z. Tass, L. Bori, Gy. Hárs, P. Deák, L. Geelhaar: Ion beam mass spectrometer for compositional analysis of plasma assisted surface processes in the pressure range of 1-50 mbar. Review of Scientific Instruments 70 (1999) 3324-3328.

[Kát00] Sz. Kátai, A. Kováts, I. Maros, P. Deák: Ion energy distributions and their evolution during bias-enhanced nucleation of chemical vapor deposition of diamond. Diamond & Related Materials 9 (2000) 317-321.

[Kes72] L. Keszthelyi, I. Demeter, G. Mezey, Z. Szőkefalvi-Nagy, L. Varga: Backscattering investigation on silicon. Proceedings of the International Meeting on Ion Implantation in Semiconductors, Rossendorf ZfK-236 (1972) 111-112.

[Kha82] I.B. Khaibullin, E.I. Shtyrkov, R.M. Bayazitov, R.V. Aganov, T. Lohner, G. Mezey, F. Paszti, A. Manuaba, E. Kotai, J. Gyulai: Segregation of impurities due to pulsed laser beam annealing. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research 199 (1982) 397-400.

[Khá96] N.Q. Khánh, I. Pintér, Cs. Dücső, M. Ádám, E. Szilágyi, I. Bársony, M.A. El-Sherbiny, J. Gyulai: Ion beam analysis of plasma immersion implanted silicon for solar cell fabrication, Nuclear Instruments Methods in Physics Research B112 (1996) 259-262.

[Khá00] N.Q. Khánh, Z. Zolnai, T. Lohner, L. Tóth, L. Dobos, J. Gyulai: He ion beam density effect on damage induced in SiC during Rutherford backscattering measurement. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B161-163 (2000) 424-428.

[Kim99] K. Kimura, A. Agarwal, H. Toyofuku, K. Nakajima, H.-J. Gossmann: Amorphization of Si(001) by ultra low energy (0.5-5 keV) ion implantation observed with high-resolution RBS. Nuclear Instruments and Methods B 148 (1999) 284-288.

[Kin55] G.H. Kinchin, R.S. Pease: The displacement of atoms in solids by radiation. Rep. Prog. Phys. 18 (1955) 1-51.

[Kin92] A. Kinomura, M. Takai, K. Matsumoto, S. Namba: Medium energy ion scattering using a toroidal analyzer combined with a microbeam line. Nuclear Instruments and Methods B 64 (1992) 576-579.

[Kin93a] A. Kinomura, H. Andoh, M. Takai: Micro-RBS analysis using a toroidal electrostatic analyzer. Nuclear Instruments and Methods B 77 (1993) 140-143.

[Kin93b] A. Kinomura, T. Lohner, Y. Katayama, M. Takai, H. Ryssel, R. Schork, A. Chayahara, Y. Horino, K. Fujii, M. Satou: Observation of buried oxide layers in silicon by microprobe RBS. Nuclear Instruments and Methods B77 (1993) 369.

[Kin94] A. Kinomura, Y. Horino, Y. Mokuno, A. Chayahara, M. Kiuchi, K. Fuji, M. Takai, T. Lohner, H. Ryssel, R. Schork: Observation of local SIMOX layers by microprobe RBS, Nuclear Instruments and Methods B85 (1994) 921-924.

[Kit06] H. Kitano, S. Abo, M. Mizutani, J. Tsuchimoto, T. Lohner, J. Gyulai, F. Wakaya, M. Takai: Compositional analysis of HfxSiyO1-x-y thin films by medium energy ion scattering (MEIS) analysis. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 249 (2006) 246-249.

[Kla10] F. Klauser, D. Steinmüller-Nethl, R. Kaindl, E. Bertel, N. Memmel: Raman studies of nano- and ultrananocrystalline diamond films grown by hot-filament CVD. Chemical Vapor Deposition 16 (2010) 127-135.

[Koh02] K. Koháry, S. Kugler, Z. Hajnal, T. Köhler, T. Frauenheim, S. Kátai, P. Deák: Atomistic simulation of the bombardment process during the BEN phase of chemical vapor deposition (CVD) of diamond. Diamond & Related Materials 11 2002) 513-518.

[Koó98] M. Koós, T. Lohner, S. H. Moustafa, and I. Pócsik: Optical properties of hydrogenated amorphous carbon determined by spectroscopic ellipsometry. SPIE Proceedings Vol. 3573 (1998) pp. 328-331.

[Kót92] Kótai Endre: MeV-es energiájú ionok szóródásán alapuló felületanalitikai módszerek továbbfejlesztése, kandidátusi értekezés, MTA KFKI RMKI, Budapest, 1992.

[Kót94] E. Kótai: Computer methods for analysis and simulation of RBS and ERDA spectra. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 85 (1994) 588-596.

[Kót97] E. Kótai: RBX, Computer methods for analysis and simulation of RBS and ERDA spectra. Proceedings of Fourteenth International Conference on the Application of Accelerators in Research and Industry, Nov. 6-9, 1996, Denton, Texas USA, CP392, edited by J.L. Duggan and I.L. Morgan, AIP Press, New York 1997, p. 631-634.

[Kót11] Kótai Endre, Szilágyi Edit: Magyar innovációk a Rutherford-visszaszórási technikában. Fizikai Szemle LXI. évfolyam 9. szám, 2011. szeptember, 301-310.

[Koz08] P. Kozma, N. Nagy, S. Kurunczi, P. Petrik, A. Hámori, A. Muskotál, F. Vonderviszt, M. Fried, and I. Bársony, Ellipsometric characterization of flagellin films for biosensor applications, PHYSICA STATUS SOLIDI C-CURRENT TOPICS IN SOLID STATE PHYSICS No. 5 (2008) 1427-1430.

[Koz11] P. Kozma, D. Kozma, A. Nemeth, H. Jankovics, S. Kurunczi, R. Horvath, F. Vonderviszt, M. Fried, P. Petrik: In-depth characterization and computational 3D reconstruction of flagellar filament protein layer structure based in situ spectroscopic ellipsometry measurements. Applied Surface Science 257 (2011) 7160-7166.

[Kra00] O.H. Krafcsik, K.V. Josepovits, P. Deák: Dissolution mechanism of carbon islands at SiO2/SiC interface. Materials Science Forum Vols. 353-356 (2000) 659-662

[Kra02] O.H. Krafcsik, K.V. Josepovits, L. Tóth, B. Pécz, P. Deák: Growth of epitaxial  $\beta$ -SiC at the SiO<sub>2</sub>/Si interface as a result of annealing in CO. Journal of the Electrochemical Society 149 (2002) G297-G299.

[Kri93] S. Krishnan, P.C. Nordine: Optical properties of liquid aluminum in the energy range 1.2 – 3.5 eV. Physical Review B 47 (1993) 11780-11786.

[Krz99] H. Krzyzanowska, M. Kulik, J. Zuk: Ellipsometric study of refrective index anisotropy in porous silicon. Journal of Luminescence 80 (1999) 183-186.

[Kul11] V.S. Kulikauskas, V.V. Saraykin, V.V. Privezentsev: SIMS and RBS investigation of Zn implanted Si. Journal of Physics: Conference Series 281 (2011) 012031.

[Kur10] S. Kurunczi, A. Neméth, T. Hulber, P. Kozma, P. Petrik, H. Jankovics, A. Sebestyén, F. Vonderviszt, M. Fried, I. Bársony, In situ ellipsometric study of surface immobilization of flagellar filaments, Applied Surface Science 257 (2010) 319-324.

[Kut07] Kuthi Edvárd, Pintér István, Mohácsy Tibor, Ádám Antalné, Szentpáli Béla, Bársony István: PIII napelemek beltéri alkalmazása. Híradástechnika LXII. évfolyam (2007) 25-29.

[Lai06] F. Lai, L. Lin, Z. Huang, R. Gai, Y. Qu: Effect of thickness on the structure, morphology and optical properties of sputter deposited Nb2O5 films. Applied Surface Science 253 (2006) 1801-1805.

[Lar94] A. Larré, A. Halimaoui, F. Glowacki, F. Ferrieu, Y. Campidelli, D. Bensahel: In situ spectroscopic ellipsometry of porous silicon layers annealed under ultrahigh vacuum. Applied Physics Letters 65 (1994) 1566-1568.

[Lau79] S.S. Lau, S. Matteson, J.W. Mayer, P. Révész, J. Gyulai, J. Roth, T.W. Sigmon: Improvement of crystalline quality of epitaxial Si layers by ion-implantation techniques Applied Physics Letters 34 (1979) 76-78.

[Lec76] L'Ecuyer, C. Brassard, C. Cardinal, J. Chabbal, L. Deschenes, J.P. Labrie, B. Terreault, J. G. Martel, R. St.-Jacques: An accurate and sensitive method for the determination of the depth distribution of light elements in heavy materials. Journal of Applied Physics 47 (1976) 381-382.

[Lee98a]J. Lee, B. Hong, R. Messier, R.W. Collins: Application of real-time spectroscopic ellipsometry for the development of low-temperature diamond film growth processes. Thin Solid Films 313-314 (1998) 506-510.

[Lee98b] J. Lee, R.W. Collins: Real-time characterization of film growth on transparent substrates by rotating-compensator multichannel ellipsometry. Applied Optics 37 (1998) 4230-4238.

[Leh98] W. Lehnert, R. Berger, C. Schneider, L. Pfitzner, H. Ryssel, J.L. Stehle, J.-P. Piel, W. Neumann: In situ spectroscopic ellipsomety for advanced process control in vertical furnaces. Thin Solid Films 313-314 (1998) 442-445.

[Lin84] J. Linnros, B. Svensson, G. Holmén: Ion-beam induced regrowth of amorphous layers in silicon on sapphire. Physical Review B 30 (1984) 3629–3638.

[Lin85] J. Linnros, G. Holmén, B. Svensson: Proportionality between ion-beam-induced epitaxial regrowth in silicon and nuclear energy deposition. Physical Review B 32 (1985) 2770-

2777.

[Lir05] M. Lira-Cantu, F.C. Krebs: Hybrid solar cells based on MEH-PPV and thin film semiconductor oxides (TiO2, Nb2O5, ZnO, CeO2 and CeO2–TiO2): Performance improvement during long-time irradiation. Solar Energy Materials and Solar Cells 90 (2006) 2076-2086.

[Loh77] Lohner T., Mezey G., Kótai E., Nagy T., A. Manuaba, Gyulai J.: Felületi rétegek oxigéntartalmának meghatározása rezonancia visszaszórással. Izotóptechnika (Budapest) 20 (1977) 368-372.

[Loh81] T. Lohner, G. Vályi, G. Mezey, E. Kótai, and J. Gyulai: The role of surface cleaning in the ellipsometric studies of ion implanted silicon. Radiation Effects, 54 (1981) 251-252.

[Loh83] T. Lohner, G. Mezey, E. Kótai, F Pászti, A. Manuaba, J. Gyulai: Characterization of ion implanted silicon by ellipsometry and channeling. Nuclear Instruments and Methods 209/210 (1983) 615-620.

[Loh84] T. Lohner, E. Kótai, F. Pászti, A. Manuaba, M. Fried, J. Gyulai: Characterization of ion-implanted silicon by Rutherford backscattering spectrometry and ellipsometry. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry 83/1 (1984) 75-81.

[Loh93] T. Lohner, M. Fried, J. Gyulai, K. Vedam, N. Nguyen, L.J. Hanekamp, A. van Silfhout: Ion implantation caused special damage profiles determined by spectroscopic ellipsometry (SE) in crystalline and in relaxed (annealed) amorphous silicon. Thin Solid Films 233 (1993) 117-121.

[Loh94a] T. Lohner, E. Kotai, N.Q. Khanh, Z. Toth, M. Fried, N. V. Nguyen, K. Vedam, L. J. Hanekamp, A. van Silfhout: Ion implantation induced anomalous surface amorphization in silicon. Nuclear Instruments and Methods B85 (1994) 335-339.

[Loh94k] Lohner Tivadar: Félvezetők optikai és szerkezeti tulajdonságainak módosulása ionimplantáció és hőkezelés hatására: az ellipszometria alkalmassá tétele ilyen jellegű vizsgálatokra. Kandidátusi értekezés, benyújtva 1994-ben, megvédve 1995-ben.

[Loh95] T. Lohner, M. Fried, O. Polgár, É. Vázsonyi, I. Bársony, J.P. Piel, J.L. Stehle: Characterization of different porous silicon structures by spectroscopic ellipsometry, Szóbeli előadás, WISE'95, International Workshop on Spectroscopic Ellipsometry, 1995. február 9-11, Erlangen, O8

[Loh96] T. Lohner, M.A. El-Sherbiny, N.Q. Khanh, M. Fried, H. Wormeester, J. Gyulai: Anomalous surface damage production during high energy implantation analyzed by ellipsometry and RBS. Ion Beam Modification of Materials, Proceedings of the Ninth International Conference on Ion Beam Modification of Materials, (Canberra, Australia, 5-10 February, 1995) J.S. Williams, R.G. Elliman, M.C. Ridgway, editors, Elsevier Science B.V. Amsterdam, (1996) 797-801.

[Loh97a] T. Lohner, N.Q. Khánh, P. Petrik, M. Fried, E. Kótai, J. Gyulai: Ion implantation induced damage accumulation studied by Rutherford Backscattering Spectrometry and spectroscopic ellipsometry, Proc. Int. Symposium on Materials Science Applications of Ion Beam Techniques (Sept. 9-12, 1996 Seeheim, Germany) Materials Science Forum (Trans Tech Publications, Switzerland) Vols 248-249 (1997) pp 229-232.

[Loh97b] T. Lohner, M. Takai, A. Kinomura, Y. Katayama, Y. Horino, Y. Mokuno, A. Chayahara, M. Kiuchi, K. Fujii, M. Satou: Materials characterization using ion microbeams. Proceedings of the 2nd Japan - Central Europe Joint Workshop on Modelling of Materials and Combustion (November 7-9 1996, Budapest), editors: I. Barsony, T. Mitani, M. Uesaka, I. Vajda, ISBN 963 04 7799 8 (1997) 49-53.

[Loh98a] T. Lohner, N.Q. Khánh, Zs. Zolnai: Spectroellipsometric characterization of ion implanted semiconductors and porous silicon, acta physica slovaca 48 (1998) 441-450.

[Loh98b] T. Lohner, P. Petrik, O. Polgár, N.Q. Khánh, M. Fried, J. Gyulai: Ion implantation induced buried disorder studied by Rutherford Backscattering Spectrometry and spectroscopic ellipsometry, Vacuum 50 (1998) 487-490.

[Loh98c] T. Lohner, N.Q. Khánh, P. Petrik, L. P. Biró, M. Fried, I. Pintér, W. Lehnert, L. Frey, H. Ryssel, D.J. Wentink, J. Gyulai: Surface disorder production during plasma immersion implantation, Thin Solid Films 313-314 (1998) 254-258.

[Loh99] T. Lohner, M. Fried, N.Q. Khanh, P. Petrik, H. Wormeester, and M.A. El-Sherbiny: Comparative study of ion implantation caused anomalous surface damage in silicon studied by spectroscopic ellipsometry and Rutherford backscattering spectrometry. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 147 (1999) 90-95.

[Loh00] T. Lohner, M. Fried, P. Petrik, O. Polgár, J. Gyulai, W. Lehnert: Ellipsometric characterization of oxidized porous silicon layer structures. Materials Science and Engineering B 69-70 (2000) 182-187.

[Loh08a] T. Lohner, Z. Zolnai, P. Petrik, G. Battistig, J.G. Lopez, Y. Morilla, A. Koos, Z. Osváth, M. Fried: Complex dielectric function of ion implantation amorphized SiC determined by spectroscopic ellipsometry. physica status solidi (c) 5 (2008) 1374-1377.

[Loh08b] T. Lohner, A. Pongrácz, N.Q. Khánh, O.H. Krafcsik, K. Josepovits, P. Deák: Comparative investigation of the Si/SiO2 interface layer containing SiC crystallites using spectroscopic ellipsometry, ion beam analysis and XPS. physica status solidi (c) 5 (2008) 1337-1340.

[Loh08c] T. Lohner, C. Angelov, V. Mikli: Comparative ellipsometric and ion beam analytical studies on ion beam crystallized silicon implanted with Zn and Pb ions. Thin Solid Films 516 (2008) 8009-8012.

[Loh11] T. Lohner, P. Csíkvári, N.Q. Khánh, S. Dávid, Z.E. Horváth, P. Petrik, G. Hárs: Spectroellipsometric and ion beam analytical investigation of nanocrystalline diamond layers. Thin Solid Films 519 (2011) 2806-2810.

[Lul93] G. Lulli, P.G. Merli: Comparison of results and models of solid-phase epitaxial growth of implanted Si layers induced by electron- and ion-beam irradiation. Physical Review B 47 (1993) 14023.

[Luo10] Z. Luo, Y. Gu, J. Zhang, L. Yang, L. Guo: Interferometric measurement of the diameter of a silicon sphere with a mechanical scanning method. IEEE Transaction on Instrumentation and Measurement, 59 (2010) 2991-2996.
[Maj08] C. Major, G. Juhász, Z. Horvath, O. Polgar, M. Fried, and I. Bársony: Wide angle beam ellipsometry for extremely large samples PHYSICA STATUS SOLIDI C-CURRENT TOPICS IN SOLID STATE PHYSICS No. 5 (2008) 1077-1080.

[Maj10] C. Major, G. Juhasz, P. Petrik, Z. Horvath, O. Polgar, M. Fried, Application of wide angle beam spectroscopic ellipsometry for quality control in solar cell production. Vacuum 84 (2010) 119-122.

[Mak05] Zs. Makkai, B. Pecz, I. Barsony, Gy. Vida, A. Pongracz, K. V. Josepovits, P. Deak: Isolated SiC nanocrystals in SiO2. Applied Physics Letters 86 (2005) 253109.

[Man08] Yu.A. Mankelevich, P.W. May: New insights into the mechanism of CVD diamond growth: Single crystal diamond in MWPECVD. Diamond and Related Materials 17 (2008) 1021-1028.

[Mar93] T. Maruyama, S. Arai: Electrochromic properties of niobium oxide thin films prepared by radio-frequency magnetron sputtering method. Applied Physics Letters 63 (1993) 869-870.

[Mas06] J-P. Masse, Szymanowski, O. Zabeida, A. Amassian, J.E. Klemberg-Sapieha, L. Martinu: Stability and effect of annealing on the optical properties of plasma-deposited Ta2O5 and Nb2O5 films. Thin Solid Films 515 (2006) 1674-1682.

[Mat98] Proceedings of the International Conference on Ion Implantation Technology, Kyoto, Japan, June 22-26, 1998. Editors: J. Matsuo, G. Takaoka, I Yamada, IEEE Catalog, Number: 98EX144. ISBN 0-7803-4538-X

[Mat10] A. Matsuda, Y. Nakakubo, Y. Takao, K. Eriguchi, K. Ono: Modeling of ionbombardment damage on Si surfaces for in-line analysis. Thin Solid Films 518 (2010) 3481-3486.

[Max04] Maxwell-Garnett, Phil. Trans. R. Soc. London, 203 (1904) 385, 205 (1906) 237

[May70] J.W. Mayer, L. Eriksson, J.A. Davies: Ion Implantation in Semiconductors, Academic Press, New York, 1970.

[May06] P.W. May, J.N. Harvey, J.A. Smith, Yu.A. Mankelevich: Reevaluation of the mechanism for ultrananocrystalline diamond deposition from Ar/CH4/H2 gas mixture. Journal of Applied Physics 99 (2006) 104907.

[May10] P.W. May, N.L. Allan, M.N.R. Ashfold, J.C. Richley, Yu.A. Mankelevich: Simulations of polycrystalline CVD diamond film growth using a simplified Monte Carlo model. Diamond and Related Materials 19 (2010) 389-396.

[McC69] F.L. McCrackin: A FORTRAN program for analysis of ellipsometer measurements. NBS Technical Notes 479, Washington, 1969.

[McH93] C.J. McHargue J.M. Williams: Ion implantation effects in silicon carbide. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 80/81 (1993) 889-894.

[McM86] P.J. McMarr, K. Vedam, J. Narayan: Spectroscopic ellipsometry: A new tool for

nondestructive depth profiling and characterization of interfaces. Journal of Applied Physics 59 (1986) 694-701.

[Mez76] G. Mezey, J. Gyulai, T. Nagy, E. Kótai, A. Manuaba: Enhanced sensitivity of oxigen detection by the 3.05 MeV ( $\alpha$ , $\alpha$ ) elastic scattering. Ion Beam Surface Layer Analysis (Eds.: O. Meyer, B. Linker, F. Kapeller) Vol. I. 303-312.

[Mez77] G. Mezey, T. Nagy, J. Gyulai, E. Kotai, A. Manuaba, T. Lohner: Enhanced and inhibited oxidation of implanted silicon. Proc. Int. Conf. Ion Implantation in Semiconductors, Eds. F. Chernow, J.A. Borders, and D.K. Brice (Plenum Press, New York, 1977) pp 49-56.

[Mez78] G. Mezey, E. Kotai, T. Lohner, T. Nagy, J. Gyulai, A. Manuaba: Improved depth resolution of channeling measurements in Rutherford backscattering by a detector tilt. Nuclear Instruments and Methods 149 (1978) 235-237.

[Mez85] G. Mezey, E. Kotai, P. Revesz, A. Manuaba, T. Lohner, J. Gyulai, M. Fried, G. Vizkelethy, F. Paszti, G. Battistig, M. Somogyi: Enhanced sensitivity of oxigen detection of the 3.045 MeV (He4,He4) elastic scattering and its application. Acta Physica Hungarica 58 (1985) 39-55.

[Mol99] K. Molnár, T. Mohácsy, P. Varga, É. Vázsonyi, I. Bársony: Characterization of ITO/porous silicon LED structures. Journal of Luminescence 80 (1999) 91-97.

[Mor73] D.V. Morgan: Channeling (Theory, Observation and Application) John Wiley and Sons, London, 1973.

[Mos98] T. Mosoni, P. Petrik, M. Fried, I. Bársony; Modular, PC controlled photometric ellipsometer with variable angle of incidence and spectral options; OPTIKA'98 5th Congress on Modern Optics, 14-17 September 1998, Budapest, Hungary, poster, SPIE Proc. vol.3573 (1998) 355-358.

[Mus96] P. Musumeci, L. Calcagno, M.G. Grimaldi, G. Foti: Optical properties of defects in ion implanted silicon carbide probed at  $\lambda$ =633 nm. Applied Physics Letters 69 (1996) 468-470.

[Mül75] H. Müller, W.K. Chu, J. Gyulai, J.W. Mayer, T.W. Sigmon, T.R. Cass: Crystal orientation dependence of residual disorder in as-implanted Si. Applied Physics Letters 26 (1975) 292-294.

[Nak82] J. Nakata, K. Kajiyama: Novel low-temperature recrystallization of amorphous silicon by high-energy ion beam. Applied Physics Letters 40 (1982) 686-688.

[Nak01] K. Nakajima, H. Toyofuku, K. Kimura: Anomalous surface amorphization of Si(001) induced by 3-5 keV  $Ar^+$  ion bombardment. Japanese Journal of Applied Physics 40 (2001) 2119-2122.

[Ném10] A. Neméth, P. Kozma, T. Hülber, S. Kurunczi, R. Horváth, P. Petrik, A. Muskotál, F. Vonderviszt, Csaba Hős, M. Fried, J. Gyulai, and I. Bársony: In Situ Spectroscopic Ellipsometry Study of Protein Immobilization on Different Substrates Using Liquid Cells. Sensor Letters 8 (2010) 730-735.

[Ngu07] N.V. Nguyen, S. Abo, T. Lohner, H. Sawaragi, F. Wakaya, M. Takai: Development of

time-of-flight RBS system using multi microchannel plates. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms 260 (2007) 105-108.

[Nog11] T. Noguchi, S. Yajima, H. Komatsu: Development of gate drive circuit for next generation ultrahigh-speed switching devices. Electrical Engineering in Japan 176 (2011) 52-60.

[Nor96] N. Nordell, S.G. Andersson, A. Schöner: A new reactor concept for epitaxial growth of SiC. Institute of Physics Conference Series 142 (1996) 81-84.

[O'N03] S.A .O'Neill, I.P. Parkin, R.J.H. Clark, A. Mills, N. Elliott: Atmospheric pressure chemical vapour deposition of thin films of Nb2O5 on glass. Journal of Materials Chemistry 13 (2003) 2952-2956.

[Pal85a] Handbook of Optical Constants of Solids (Academic Press, Orlando, 1985) pp. 547-569.

[Pal85b] Handbook of Optical Constants of Solids (Academic Press, Orlando, 1985) pp. 587-595.

[Pal85c] Handbook of Optical Constants of Solids (Academic Press, Orlando, 1985) pp. 749-763.

[Pan08] Y. Pan, F. Inam, M. Zhang, D.A. Drabold: Atomistic origin of Urbach Tails in amorphous silicon. Physical Review Letters 100 (2008) 206403.

[Par98] SiC materials and devices (Ed.: Yoon-Soo Park) Academic Press, 1998. (ISBN 0127521607).

[Pás90] F. Pászti, A. Manuaba, C. Hajdu, A. A. Melo, M.F. Da Silva: Current measurement on MeV energy ion beams. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 47 (1990) 187-192.

[Pás98] F. Pászti, E. Szilágyi, Z.E. Horváth, A. Manuaba, G. Battistig, Z. Hajnal, É. Vázsonyi: Morphological investigation of porous samples by resonant backscattering spectrometry. Nuclear Instruments and Methods Physics Research B 136-138 (1998) 533-539.

[Péc07] B. Pécz, Zs. Makkai, A. Pongrácz, I. Bársony, P. Deák and K.V. Josepovits: Formation of epitaxial SiC nanocrystals. Surface Science 601 (2007) 2671-2674.

[Pér00] N. Péron, A. Cagna, M. Valade, R. Marchal, A. Maujean, B. Robillard, V. Aguié-Béghin, R. Douillard: Characterization by drop tensiometry and by ellipsometry of the adsorption layers formed at the air/champagne wine interface. Advances in Colloid and Interface Science 88 (2000) 19-36.

[Pet98] P. Petrik, O. Polgár, T. Lohner, M. Fried, N.Q Khánh, J. Gyulai: Ion implantation caused damage depth profiles in single-crystalline silicon studied by spectroscopic ellipsometry and Rutherford Backscattering Spectrometry, Vacuum 50 (1998) 293-297.

[Pet00] P. Petrik, W. Lehnert, C. Schneider, M. Fried, T. Lohner, J. Gyulai, H. Ryssel: In situ

spectroscopic ellipsometry for the characterization of polysilicon formation inside a vertical furnace. Thin Solid Films 359 (2000) 1-6.

[Pet04] P. Petrik, E.R. Shaaban, T. Lohner, G. Battistig, M. Fried, J. Garcia Lopez, Y.Morilla, O. Polgár, J. Gyulai:Ion implantation-caused damage in SiC measured by spectroscopic ellipsometry. Thin Solid Films 455-456 (2004) 239-243.

[Pet09] P. Petrik, M. Fried, É. Vázsonyi, P. Basa, T. Lohner, P. Kozma, Z. Makkai: Nanocrystal characteziation by ellipsometry in porous silicon using model dielectric function. Journal of Applied Physics 105 (2009) 024908.

[Pet11a] P. Petrik, H. Egger, S. Eiden, E. Agocs, M. Fried, B. Pecz, K. Kolari, T. Aalto, R. Horvath, D. Giannone: Ellipsometric characterization of thin nanocomposite films with tunable refractive index for biochemical sensors, Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 1352 (2011) Materials Research Society DOI: 10.1557/opl.2011.1342

[Pic93] C. Pickering, L.T. Canham, D. Brumhead: Spectroscopic ellipsometry characterisation of light-emmitting porous silicon structures. Applied Surface Science 63 (1993) 22-26.

[Pie72] D.T. Pierce, W.E. Spicer: Electronic structure of amorphous Si from photoemission and optical studies. Physical Review B 5 (1972) 3017-3029.

[Pin95] I. Pintér, M. Ádám, Cs. Dücső, N.Q. Khanh, I. Bársony: Plasma immersion doping for Si solar cell application. Supplément á la Revue: Le Vide No.275, Janvier-Fevrier-Mars (1995) 410.

[Pin97] I. Pintér, P. Petrik, E. Szilágyi, S. Kátai, P. Deák: Characterization of nucleation and growth of MW-CVD diamond films by spectroscopic ellipsometry and ion beam analysis methods. Diamond and Related Materials 6 (1997) 1633-1637.

[Pin99] I. Pintér, A.H. Abdulhadi, Zs. Makaró, N.Q. Khanh, M. Ádám, I. Bársony, J. Poortmans, S. Sivoththaman, Hai-Zhi Song, G.J. Adriaenssens: Plasma immersion ion implantation for shallow junctions in silicon. Applied Surface Science 138-139 (1999) 224-227.

[Pod09] N.J. Podraza, J. Li, C.R. Wronski, E.C. Wronski, E.C. Dickey, R.W. Collins: Analysis of controlled mixed-phase amorphous plus microcrystalline silicon thin films by real time spectroscopic ellipsometry. Journal of Vacuum Science and Technology A 27 (2009) 1255-1259.

[Pol00] O. Polgár, M. Fried, T. Lohner, I. Bársony: Comparison of algorithms used for evaluation of ellipsometric measurements: Random search, genetic algorithms, simulated annealing and hill climbing graph-searches, Surface Science 457 (2000) 157-177.

[Pol01] O. Polgár, M. Fried, T. Lohner, I. Bársony: A combined topographical search strategy with ellipsometric application, Journal of Global Optimization 19 (2001) 383-401.

[Pon06] A. Pongrácz, G. Battistig, A. L. Tóth, Zs. Makkai, Cs. DÄucs}o, K. V. Josepovits and I. Bársony: Nucleation of SiC nanocrystals at the Si/SiO2 interface: Effect of the interface properties. Journal de Physique IV, 132 (2006)133-136.

[Pon07] A. Pongrácz, G. Battistig, Cs. Dücső, K.V. Josepovits, P. Deák: Structural and

electronic properties of Si/SiO2 MOS structures with aligned 3C-SiC nanocrystals in the oxide. Materials Science and Engineering: C 27 (2007) 1444-1447.

[Pon09] A. Pongracz, Y. Hoshino, M. D'Angelo, C. Deville Cavellin, J.-J. Gange, I. Trimaille, G. Battistig, K.V. Josepovits, I. Vickridge: Isotopic tracing study of the growth of silicon carbide nano-crystals at the SiO2/Si interface by CO annealing. Journal of Applied Physics 106 (2009) 024302

[Pra11] M. Prato, A. Chincarini, G. Gemme, M. Canepa: Gravitational waves detector mirrors: Spectroscopic ellipsometry study of Ta2O5 films on SiO2 substrates. Thin Solid Films 519 (2011) 2877-2880.

[Pre97] M.A. Prelas, G. Popovici, L.K. Bigelow (Eds.) Handbook of Industrial Diamonds and Diamond Films, Dekker, New York, 1997.

[Pri90] F. Priolo, E. Rimini: Ion-Beam-Induced epitaxial crystallization and amorphization in Si. Materials Science Reports 5 (1990) 319-379.

[Réd97] L. Redei, H. Wallinga; A novel modification to backpropagation sample selection strategy, Nuclear Insruments and Methods A (1997) 233-236.

[Réd98a] L. Rédei, M. Fried, T. Lohner, O. Polgár, I. Bársony, Sz. Fórizs, Z.G. Horváth, J. Humlicek, H. Wallinga: Concept of a neural system for real-time evaluation of spectroscopic measurements. SPIE Proceedings Vol. 3573 (1998) pp. 155-159.

[Réd98b] L. Rédei, M. Fried, I. Bársony, H. Wallinga; A modified learning strategy for backpropagation neural networks to support fast spectroscopic ellipsometric data evaluation; Thin Solid Films vol. 313-314 (1998) 149-155.

[Réd98c] L. Rédei: Neural hardware support for spectral analysis methods. PhD Thesis, Twente University, Enschede, Hollandia, 1998.

[Rei04] P. Reichart, G. Datzmann, A. Hauptner, R. Hertenberger, C. Wild, G. Dollinger: Threedimensional hydrogen microscopy in diamond. Science 306 (2004) 1537-1540.

[RESPECT] Final Management Report and Technical Report, COPERNICUS project CIPA-CT94-0131, 'RESPECT' (Real-Time Spectroscopic Analysis: In-Situ Analysis of Spectroscopic Measurements for Process Monitoring and Control by High-Performance Parallel Computation).

[Ric01] F. Richter, H. Kupfer, P. Schlott, T. Gessner, C. Kaufmann: Optical properties and mechanical stress in SiO2/Nb2O5 multilayers. Thin Solid Films 389 (2001) 278-283.

[Ric11] J.C. Richley, O.J.L. Fox, M.N.R. Ashfold, Y.A. Mankelevich: Combined experimental and modeling studies of microwave activated CH(4)/H(2)/Ar plasmas for microcrystalline, nanocrystalline and ultrananocrystalline diamond deposition. Journal of Applied Physics 109 (2011) 063307.

[Rie88] K. Riedling: Ellipsometry for Industrial Applications. Springer-Verlag, Wien, New York, 1988.

[Rob98] C. Robert, L. Bideux, B. Gruzza. M. Cadoret, T. Lohner, M. Fried, E. Vázsonyi, G. Gergely: Spectroellipsometry and electron spectroscopy of porous Si thin films on p+ substrates, Thin Solid Films 317 (1998) 210-213.

[Rod11] K.B. Rodenhausen, B.A. Duensing, T. Kasputis, A.K. Pannier, T. Hofmann, M. Schubert, T.E. Tiwald, M. Solinsky, M. Wagner: In-situ monitoring of alkanethiol self-assembled monolayer chemisorption with combined spectroscopic ellipsometry and quartz crystal microbalance techniques. Thin Solid Films 519 (2011) 2817-2820.

[Ros95] U. Rossow, U. Frotscher, M. Thönissen, M.G. Berger, S. Frohnhoff, H. Münder, W. Richter: Influence of the formation conditions on the microstructure of porous silicon layers studied by spectroscopic ellipsometry. Thin Solid Films 255 (1995) 5-8.

[Rot45] A. Rothen: The ellipsometer, an apparatus to measure thicknesses of thin surface films. The Review of Scientific Instruments 16 (1945) 26-30.

[Ruf94] M. Ruff, H. Mitlehner, R. Helbig: SiC devices: Physics and numerical simulation. IEEE Trans. Electron Devices 41 (1994) 1040-1054.

[Rys00] Proceedings of the International Conference on Ion Implantation Technology, Alpbach, Austria, September 17-22, 2000. Editors: H. Ryssel, L. Frey, J. Gyulai, H. Glawischnig, IEEE Catalog Number: 00EX432. ISBN 0-7803-6462-7

[Sch94a] R. Schwartz: Precision determination of Adsorption Layers on Stainless Steel Mass Standards by mass comparison and ellipsometry. Part II: Adsorption isotherms in air, Metrologia 31 (1994) 117-128.

[Sch94b] R. Schwartz: Precision determination of adsorption layers on stainless steel mass standards by mass comparison and ellipsometry. Part II: Sorption phenomena in vacuum, Metrologia 31 (1994) 129-136.

[Sch97] F. Schwierz, M. Kittler, H. Förster, D. Schipanski: The potential of SiC and GaN for application in high speed devices. Diamond and Related Materials 6 (1997) 1512-1514.

[Ser07] M. Serenyi, T. Lohner, P. Petrik, C. Frigeri: Comparative analysis of amorphous silicon and silicon nitride multilayer by spectroscopic ellipsometry and transmission electron microscopy. Thin Solid Films 515 (2007) 3559-3562.

[Ser08] M. Serényi, T. Lohner, P. Petrik, Z. Zolnai, Z.E. Horváth, N.Q. Khánh: Characterization of sputtered and annealed niobium oxide films using spectroscopic ellipsometry, Rutherford backscattering spectrometry and X-ray diffraction, Thin Solid Films 516 (2008) 8096-8100.

[Sha03a] E.R. Shaaban, T. Lohner, I. Pinter, P. Petrik, N.Q. Khanh, Z. E. Horvath, J. Gyulai: Characterization of near surface region of plasma immersion ion-implanted silicon using Rutherford backscattering spectrometry, transmission electron microscopy and spectroscopic ellipsometry. Vacuum 71 (2003) 27-31.

[Sha03b] E.R. Shaaban, T. Lohner, P. Petrik, N. Q. Khanh, M. Fried, O. Polgar, J. Gyulai: Determination of Complex Dielectric Function of Ion Implanted Amorphous SiC by Spectroscopic Ellipsometry. physica status solidi (a) 195 (2003) 277-281.

[Sól03] Sólyom Jenő: A modern szilárdtestfizika alapjai II., Elektronok a szilárdtestekben, ELTE Eötvös Kiadó, Budapest, 2003.

[Spa82] R.F. Spanier: Double film thickness measurements in the semiconductor industry. SPIE Vol. 342 Integrated Circuit Metrology (1982) 109-119.

[Sus76] J. Suski, L. Csepregi, J. Gyulai, H. Rzewuski, Z. Werner: Electron-irradiation assisted annealing of boron and phosphorus implanted silicon layers. Radiation Effects and Defects in Solids 29 (1976) 137-141.

[Sze10] G. Szenes, V.K. Kovács, B. Pécz, V. Skuratov: The effect of heavy cosmic-ray ions on silicate grains in the interstellar dust. The Astrophysical Journal 708 (2010) 288-292.

[Szi89] E. Szilágyi, F. Pászti, A. Manuaba, C. Hajdu, E. Kótai: Cross section measurements of the <sup>1</sup>H(<sup>4</sup>He,<sup>4</sup>He)<sup>1</sup>H elastic recoil reaction for ERD analysis. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 43 (1989) 502-506.

[Szi93] Szilágyi Edit: Az ionsugaras nukleáris analitika néhány problémája, kandidátusi értekezés, MTA KFKI RMKI, Budapest, 1993.

[Szi94] E. Szilágyi, F. Pászti: Theoretical calculation of the depth resolution of IBA methods. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 85 (1994) 616-620.

[Szi10] Szilágyi Edit: Az ionsugaras analitika néhány alkalmazása az anyagtudományban, MTA doktori értekezés, MTA KFKI RMKI, Budapest, 2010.

[Szy05] H. Szymanowski, O. Zabeida, J.E. Klemberg-Sapieha, L. Martinu: Optical properties and microstructure of plasma deposited Ta2O5 and Nb2O5 films, Journal of Vacuum Science and Technology A 23 (2005) 241-247.

[Tak92] M. Takai, Y. Katayama, A. Kinomura, T. Lohner, S. Namba, H. Ryssel: High speed data processing for three-dimensional analysis by micro-RBS. Nuclear Instruments and Methods B 64 (1992) 277-281.

[Tak94] M. Takai, Y. Katayama, T. Lohner, A. Kinomura, H. Ryssel, P.H. Tsien, E. Burte, M. Satou, A. Chayahara: Nuclear microprobe application to semiconductor process development: silicide formation and multi-layered structure. Radiation Effects and Defects in Solids, 127 (1994) 357-365.

[Tau66] J. Tauc, R. Grigorovici, A .Vancu: Optical properties and electronic structure of amorphous germanium. physica status solidi 15 (1966) 627-637.

[Tau69] J .Tauc, in S. Nudelman, S.S. Mitra, editors, Optical Properties of Solids, Plenum Press, New York, 1969, p 551.

[The96] W. Theiss: The dielectric function of porous silicon - how to obtain it and how to use it. Thin Solid Films 276 (1996) 7-12.

[Tho80] D.A. Thompson, G. Carter, H.K. Haugen, D.V. Stefanovic: Anomalous surface damage in ion bombarded silicon from channeling-backscattering measurements. Radiation Effects 46 (1980) 71-78.

[Tit96] A.I. Titov, G. Carter: Defect accumulation during room temperaure  $N^+$  irradiation of silicon. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 119 (1996) 491-500.

[Tit03] A.I. Titov, V.S. Belyakov, A.Yu. Azarov: Formation of surface amorphous layers in semiconductors under low-energy light-ion irradiation: Experiment and theory. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 212 (2003) 169-178.

[Tom93] H.G. Tompkins: A User's Guide to Ellipsometry, Academic Press, Inc., Boston, 1993.

[Tom04] H.G. Tompkins: Industrial applications of spectroscopic ellipsometry. Thin Sold Films 455-456 (2004) 772-778.

[Tom99] H.G. Tompkins, W.A. McGahan: Spectroscopic ellipsometry and reflectometry, a user's guide, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1999

[Tom05] H.G. Tompkins, E.A. Irene, editors: Handbook of ellipsometry, William Andrew Publishing, Norwich, 2005.

[Urb53] F. Urbach: The long-wavelength edge of photographic sensitivity and of the electronic absorption of solids. Physical Review 92 (1953) 1324.

[Xia04] X. Xiao, J. Birrel, J.E. Gerbi, O. Auciello, J.A. Carlisle: Low temperature growth of ultrananocrysatlline diamond. Journal of Applied Physics 96 (2004) 2232-2239.

[Xio93] F. Xiong, Y.Y. Wang, R.P.H. Chang: Complex dielectric function of amorphous diamond films deposited by pulsed-excimer-laser ablation of graphite. Physical Review B 48 (1993) 8016-8022.

[Yon87] J.J. Yon, K. Barla, R. Herino, G. Bomchil: The kinetics and mechanism of oxide layer formation from porous silicon formed on p-Si substrates. Journal of Applied Physics 62 (1987) 1042-1048.

[YuN93] N. Yu, K.B. Ma, C. Kirschbaum, K. Varahramyan, W.K. Chu: Enhancement of electrical activation of ion-implanted phosphorus in Si(100) through 2-step thermal annealing. Applied Physics Letters 63 (1993) 1125-1127.

[YuP96] P.Y. Yu, M. Cardona: Fundamentals of Semiconductors, Physics and Materials Properties. Springer-Verlag, ISBN 3-540-58307-6, Berlin, Heidelberg, New York, 1996.

[Vaz93] E.B. Vazsonyi, M. Koos, G. Jalsovszky, I. Pocsik: The role of hydogen in luminescence of electrochemically oxidized porous Si layer. Journal of Luminescence 57 (1993) 121-124.

[Váz95a] É. Vázsonyi, I. Bársony, T. Lohner, M. Fried, M. Rácz, J. Erostyák, F. Pászti: Light emission versus excitation from porous structures in ion implanted silicon. MRS Fall Meeting, 1994, Boston, MRS Symposia Proceedings Vol. 358 (1995) 653-658.

[Váz95b] É. Vázsonyi, M. Fried M, T. Lohner, M. Ádám, T. Mohácsy, I. Bársony, A. Szlufcik, J. Nijs: High efficiency silicon PV cells with surface treatment by anodic etching, 13th European Photovoltaic Solar Energy Conference and Exhibition in Nice, France, 23-27 October, 1995. In: Freiesleben W (szerk.) Bedford: HS Stephens, (ISBN:0-9521452-7-8) 1995,

pp. 37-40.

[Vee85] J.F. Van der Veen: Ion beam crystallography of surfaces and interfaces. Surface Science Reports 5 (1985) 199-288.

[Ven02] S. Venkataraj, R. Drese, Ch. Liesch, O. Kappertz, R. Jayavel, M. Wuttig: Temperature stability of sputtered niobium-oxide films. Journal of Applied Physics 91 (2002) 4863-4871.

[Vol03] J. Volk, M. Fried, O. Polgar, I. Barsony; Optimisation of porous silicon based passive optical elements by means of spectroscopic ellipsometry, physica status solidi A 197(1) (2003) 208-211.

[Vol04a] J. Volk, J. Balázs, A.L. Tóth, I. Bársony: Porous silicon multilayers for sensing by tuneable IR-transmission filtering. Sensors and Actuators B 100 (2004) 163-167.

[Vol04b] J. Volk, M. Fried, A.L. Tóth, I. Bársony: The ideal vehicle for optical model development: porous silicon multilayers. Thin Solid Films 455-456 (2004) 535-539.

[Wan10] Handbook of Modern Ion Beam Materials Analysis, editors: Y. Wang, M. Nastasi, Materials Research Society, ISBN 9781605112169, 2010

[Wil72] M.W. Williams, E.T. Arakawa: Optical properties of glassy carbon from 0 to 82 eV. Journal of Applied Physics 43 (1972) 3460-3463.

[Wil78] J.S. Williams: The application of high-resolution Rutherford backscattering techniques to near-surface analysis. Nuclear Instruments and Methods 149 (1978) 207-217.

[Wil83] J.M. Williams, C.J. McHargue, B.R. Appleton: Structural alteration in SiC as a result of Cr+ and N+ implantation. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research 209/210 (1983) 317-323.

[Wil85] J.S. Williams, R.G. Elliman, W.L. Brown, T.E. Seidel: Dominant influence of beaminduced interface rearrangement on solid-phase epitaxial crystallization of amorphous silicon. Physical Review Letters 55 (1985) 1482-1485.

[Wil88] I.H. Wilson, N.J. Zheng, U. Knipping, I.S.T. Tsong: Effects of isolated atomic collision cascades on SiO2/Si interfaces studied by scanning tunneling microscopy. Physical Review B 38 (1988) 8444-8450.

[Wil06] M. Willander, M, Friesel, Q.U. Wahab: Silicon carbide and diamond for high temperature device applications. Journal of Materials Science: Materials in Electronics 17 (2006) 1-25.

[Woollam] J.A. Woollam Co., Inc. <u>www.jawoollam.com</u>

[Wri08] N.G. Wright, A.B. Horsfall, K. Vassilevski: Prospects for SiC electronics and sensors. Materials Today 11 (2008) 16-21.

[Zan98] S. Zangooie, R. Bjorklund, H. Arwin: Protein adsorption in thermally oxidized porous silicon layers. Thin Solid Films 313-314 (1998) 825-830.

[Zapn02] J.A. Zapien, R.W. Collins, R. Messier: Characterization of cubic boron nitride growth using UV-extended real-time spectroscopic ellipsometry: Effect of plasma additions and dynamic substrate bias steps. Journal of Vacuum Science and Technology A 20 (2002) 1395-1407.

[Zie86] F. Ziegler: The Stopping and Range of Ions in Solids, Pergamon, New York, 1986.

[Zie08] J.F. Ziegler, J.P. Biersack, M.D. Ziegler: SRIM, The Stopping and Range of Ions in Matter, <u>http://www.srim.org</u>

[Zim08] A. Zimmer, O.A. Williams, K. Haenen, H. Terryn: Optical properties of heavily borondoped nanocrystalline diamond films studied by spectroscopic ellipsometry. Applied Physics Letters 93 (2008) 131910-131190-3.

[Zol99] S. Zollner, J.G. Chen, E. Duda, T. Wetteroth, S.R. Wilson, J.N. Hilfiker: Dielectric functions of bulk 4H and 6H SiC and spectroscopic ellipsometry studies of thin SiC films on Si. Journal of Applied Physics 85 (1999) 8353-8361.

#### Köszönetnyilvánítás

Elsőként mondok köszönetet az egykori és a jelenlegi igazgatómnak, Gyulai József és Bársony István akadémikusoknak, bátorításuk, unszoló támogatásuk nélkül nem született volna meg ez az értekezés. Bársony István sokat tett azért, hogy ma a világ legjobb spektroszkópiai ellipszométerével dolgozhatunk Csillebércen, laboratóriumunk akkreditált státuszának megszerzését is fontosnak tartotta, köszönet ezekért.

Köszönettel tartozom külföldi professzoraimnak, Prof. Arendt van Silfhoutnak és néhai Prof. Kuppuswami Vedamnak, akik révén bekapcsolódhattam a laboratóriumaikban folyó spektroellipszometriai kutatásokba a Twente University (Enschede, Hollandia) szilárdtestfizikai osztályán és a Pennsylvania State University (State College, USA) anyagkutató intézetében. Lambertus J. Hanekamp, Jan de Nijs, Jan Wentink, Herbert Wormeester, Prof. Robert Collins, N. V. Nguyen segítőkészségét hálásan köszönöm.

Mikio Takai professzornak különleges köszönettel tartozom azért, hogy több alkalommal tette lehetővé vendégprofesszori munkámat az Oszakai Egyetem KYOKUGEN intézetében a közepes energiájú ionszórási laboratóriumban. Japán munkatársaim közül kiemelem és köszönöm Prof. Fujio Wakaya, Atsushi Kinomura, Satoshi Abo magasszintű szakmai támogatását.

A erlangeni Fraunhofer-intézet (Fraunhofer-Institut für Integrierte Systeme und Bauelementetechnologie IISB) egykori és jelenlegi igazgatójának Prof. Heiner Rysselnek és Prof. Lothar Freynek, valamint munkatársaiknak, néhai Claus Schmidtnek, Wolfgang Lehnertnek, Andreas Nutschnak mondok köszönetet a kiváló kísérleti feltételekért és gyümölcsöző diszkussziókért.

Az első és egyúttal sikeres nemzetközi pályázatunk (RESPECT Copernicus, 1996-1998) kezdeményezője és szervezője Bársony István volt, köszönet érte! A RESPECT Copernicus programban végzett – nagy kooperációkészségről is tanúságot tevő munkájukért - köszönet illeti Prof. Hans Wallingát, Prof. Josef Humliceket, Horváth Zoltán Györgyöt, Rédei Lászlót, Fórizs Szabolcsot, Mosoni Tamást, Forgács Bélát, Illés Árpádot.

A francia SOPRA ellipszométer fejlesztő és gyártó cég és az MFA között létrejött – Bársony István által kezdeményezettt – együttműködés keretében a közös munka színvonalas publikációkban is testet öltött, Jean-Philip Pielnek és Jean-Louis Stehle igazgató úrnak tartozom köszönettel.

Négy kollégámnak, Fried Miklósnak, Nguyen Quoc Khánh-nak, Petrik Péternek, Zolnai Zsoltnak különösen sokat köszönhetek, sok kísérletben dolgoztunk együtt, kiváló ötleteket és tanácsokat adtak.

A KFKI ATKI-ban és az MTA MFA-ban köszönettel tartozom a kísérletekben való tevékeny részvételért munkatársaimnak, társszerzőimnek, Ádám Antalnénak, Battistig Gábornak, Biró László Péternek, Dücső Csabának, Gergely Györgynek, Horváth Zsolt Endrének, Horváth Zsolt Józsefnek, Juhász Györgynek, Koós Antalnak, Major Csabának, Mohácsy Tibornak, Molnár Györgynek, Molnár Kundnak, Mosoni Tamásnak, Osváth Zoltánnak, Pintér Istvánnak, Polgár Olivérnek, Pongrácz Anitának, Rácz Miklósnak, Serényi Miklósnak, Vázsonyi Évának, Varga Péternek.

Külön köszönöm a Mikrotechnológiai és Szenzor Labor minden munkatársának, különösen Erős Magdinak, Payer Károlynénak, Majoros Ákosnak, Ferencz Jánosnak, Debreczeny Ábelnek, Szabó Imrének a mintakészítésekkel kapcsolatos támogatást.

A Budapesti Műszaki Egyetemmel közös munkák gördülékeny megvalósulását lehetővé tevő magasszintű hozzájárulást megköszönöm Prof. Deák Péternek, Prof. Hárs Györgynek, Vargáné Josepovits Katalinnak, Homokiné Krafcsik Olgának, Pongrácz Anitának, Csíkvári Péternek, Dávid Szabolcsnak.

Az MTA KFKI RMKI munkatársaival közösen végzett munkákban az ionsugaras analitikai módszerek nemzetközileg elismert fejlesztőivel, Kótai Endrével, néhai Pászti Ferenccel, Szilágyi Edittel dolgozhattam együtt, köszönöm nekik és néhai Manuaba Ashramának a magas színvonalú méréseket és diszkussziókat.

A Szegedi Egyetem Optikai és Kvantumelektronikai Tanszékén dolgozó Budai Juditnak és Tóth Zsoltnak köszönöm az értékes diszkussziókat és azt, hogy lehetővé tették a laboratóriumukban levő Woollam gyártmányú, M2000-F típusú forgó kompenzátoros spektroszkópiai ellipszométer használatát.

A különböző intézetekben, egyetemeken dolgozó B. Amov, Christo Angelov, S. Bideux, M. Cadoret, Mohamed Abdel-Fattah El-Sherbiny, Erostyák János, S. Georgiev, B. Gruzza, J. G. Lopez, V. Mikli, Y. Morilla, Essam Ramadan Shaaban kollégáknak őszinte köszönetemet fejezem ki az együttműködésükért.

Majthényi Lászlónénak köszönöm a gondos ábrarajzolást, Csalótzkyné Bolgár Andreának és Kmetty Andreának a publikációk és hivatkozások feltöltésével és processzálásával kapcsolatos precíz munkájukért mondok köszönetet.

Az EG-2R Van de Graaff gyorsítónál és a Nehéz Ion Kaszkád ionimplanteren végzett kísérletekkel kapcsolatosan a fejlesztésben és az üzemeltetésben dolgozó kollégákat, Kostka Pált, Németh Attilát, Seres Csabát, Forgács Tibort, Szabó Istvánt, Waizinger Józsefet, Zwickl Zoltánt illeti köszönet.

Az értekezés és a tézisek végső formába öntésében sokat segített javaslataival Fried Miklós és Petrik Péter, köszönet érte!

Családom az értekezés megírásának ideje alatt – a hétvégeket is beleértve – szinte nem is találkozott velem, otthoni lelkiismeretes és gondos helytállásuk sokat segített befejezni a munkát. Márti, Orsi, Balázs, köszönöm Nektek!

Végezetül szeretnék köszönetet mondani a fentiekben név szerint nem említett kollégáknak, akik az MTA doktori értekezésem és az értekezéshez kapcsolódó tudományos közlemények elkészítésében bármilyen módon segítségemre voltak.