

БЕСКОНТАКТНЫЙ КОНТРОЛЬ ТЕМПЕРАТУРЫ И ТОЛЩИНЫ В ТЕХНОЛОГИИ МИКРО- И НАНОСЛОЕВ

В нижегородском институте физики микроструктур РАН продемонстрирована возможность применения низкокогерентной тандемной интерферометрии для оптического мониторинга температуры и изгиба подложки, а также толщины наращиваемого слоя в условиях металлоорганической газофазной эпитаксии (МОГФЭ). Абсолютная точность измерений температуры подложек Si, GaAs и сапфира в условиях МОГФЭ ограничена точностью калибровки и составляет $\pm 1^\circ\text{C}$. Погрешность измерения толщины наращиваемого слоя – 2 нм.

Непрерывно возрастающие требования к воспроизводимости технологических процессов и проценту выхода годной продукции требуют "in situ" контроля за наиболее важными технологическими параметрами [1]. Для большинства процессов тонкопленочной технологии, включая нанесение пленок, отжиг и травление полученных пленочных структур, такими параметрами являются температура подложки и скорость роста или травления. В большинстве случаев температура подложек контролируется с помощью термопар и пирометров. Однако точность таких измерений невелика. Температуру роста можно также контролировать, используя зависимость ширины запрещенной зоны полупроводника от температуры [2]. Однако точно измерять температуру многослойных гетероструктур таким способом весьма сложно.

В настоящее время оптически регистрируются: изменения анизотропии поверхности при послойном эпитаксиальном росте [3,4]; изменения коэффициента отражения, возникающие в результате интерференции зондирующего света внутри подложки [5–7] или растущей пленки [8]. В последнем случае часто используется широкополосный источник света

с последующим спектральным анализом [9]. Тем не менее, точное определение температуры и скорости эпитаксиального роста полупроводников в процессах молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ) и металлоорганической газофазной эпитаксии до сих пор является достаточно сложной проблемой, учитывая, что это необходимо делать одновременно.

В этой связи перспективным представляется новый тип аппаратуры, в котором используется принцип низкокогерентной тандемной интерферометрии [10, 11], при котором зондирующий свет последовательно проходит через исследуемый образец (первый интерферометр) и оптический коррелометр (второй интерферометр), оптическая разность хода которого может перестраиваться с высокой точностью. К преимуществам этого варианта следует отнести высокую постоянную чувствительность во всем диапазоне измеряемых оптических толщин, включая начальный этап роста пленки, возможность абсолютных измерений и универсальность, поскольку измерять можно и толщину, и температуру. При этом можно использовать практически любые подложки. Данная работа посвящена адаптации и применению указанного типа аппара-

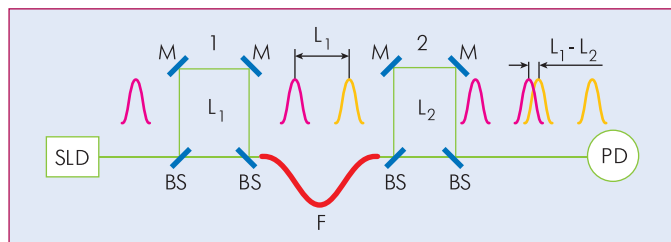


Рис. 1 Принципиальная схема низкокогерентного тандемного интерферометра. SLD – низкокогерентный источник, F – соединяющее оптическое волокно, PD – фотоприемник, $L_{1,2}$ – оптическая разность хода первого и второго интерферометров, соответственно, BS – делители света, M – зеркала

туры для мониторинга "in situ" температуры и толщины растущей структуры в условиях МОГФЭ на подложках GaAs, Si и сапфира.

ПРИНЦИП РАБОТЫ НИЗКОКОГЕРЕНТНОГО ТАНДЕМНОГО ИНТЕРФЕРОМЕТРА

Принципиальная схема низкокогерентного тандемного интерферометра изображена на рис.1. Устройство содержит низкокогерентный источник света и два интерферометра (линии задержки), связанных через оптическое волокно. Если оптические разности хода обоих интерферометров больше длины

когерентности источника света, ни один из них в отдельности не дает интерференционного сигнала. Однако в результате последовательного прохождения низкокогерентного света через обе линии задержки интерференция будет наблюдаться, если оптические разности хода L_1 и L_2 совпадут.

Первый интерферометр делит импульс когерентности на два неперекрывающихся импульса с задержкой между ними L_1 . Во втором интерферометре каждый из двух импульсов на входе делится еще на два. В результате на выходе второго интерферометра получаем четыре импульса. При условии

$$\Delta L = |L_2 - L_1| < L_{\text{кор}}$$

где $L_{\text{кор}}$ – длина когерентности источника, два из четырех импульсов будут перекрываться и интерферироваться.

Подстраивая длину одной из линий задержки (опорной) под положение максимума интерференционной картины на выходе устройства, можно определить оптическую толщину другой линии задержки (измеряемого объекта) и зафиксировать ее изменения, возникающие при росте или травлении исходного образца, а также при изменении температуры. Абсолютные точности измерения оптической толщины ограничиваются точностью отсчетного устройства, используемого для определения разности хода, возникающей в опорной ли-

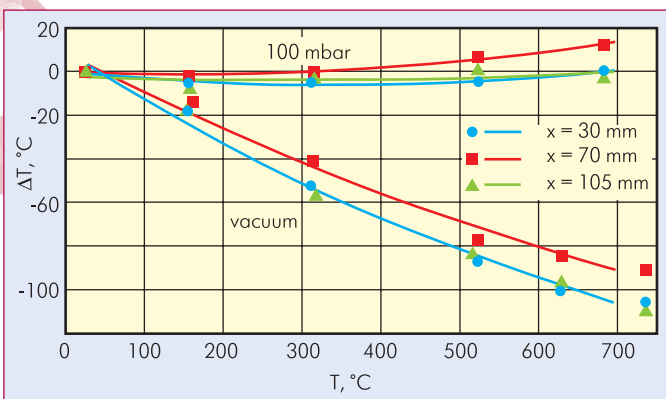


Рис.2 Разность температуры подложки и показаний термопары в зависимости от температуры, измеренной термопарой

нии задержки, а чувствительность к малым изменениям – его стабильностью.

Указанный принцип был использован авторами при создании системы оперативного технологического контроля толщины флотат-стекла на горячих стадиях его производства [12, 13].

Задача, которая должна быть решена в первую очередь, – это получение калибровочной зависимости изменения оптической толщины подложки D от температуры в рабочем диапазоне температур:

$$D(T) = n(T)d(T) = D_0(1 + f(T)),$$

где n – показатель преломления, d – геометрическая толщина, D_0 – оптическая толщина при некоторой исходной температуре T_0 .

Из экспериментальных данных следует, что

а) с точностью $\pm 1\text{K}$, которую определяет система поддержания температуры, степень легирования подложек Si не влияет на температурную зависимость их оптической толщины в исследованном диапазоне температур;

б) с указанной точностью температурная зависимость оптической толщины для Si в диапазоне 300–800K на длине волны 1550 нм описывается формулой

$$f_{\text{Si}}(T) = 3,486 \cdot 10^{-8} T^2 + 4,455 \cdot 10^{-5} T - 1,65 \cdot 10^{-2}, T_0 = 300\text{K};$$

в) с указанной точностью температурная зависимость оптической толщины для GaAs в диапазоне 300–600K на длине волны 1310 нм описывается формулой

$$f_{\text{GaAs}}(T) = 6,369 \cdot 10^{-8} T^2 + 7,407 \cdot 10^{-5} T - 2,795 \cdot 10^{-2}, T_0 = 300\text{K};$$

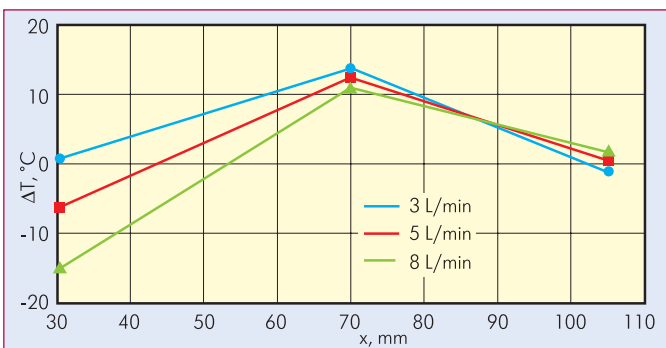


Рис.3 Разность температуры подложки и показаний термопары в зависимости от положения точки наблюдения вдоль подложкодержателя при $T=680^\circ\text{C}$

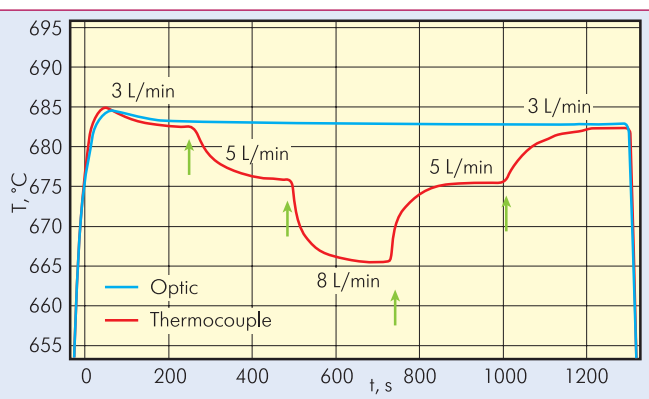


Рис.4 Зависимость температуры от времени, демонстрирующая изменения температуры подложки, расположенной в начале подложкодержателя, при изменениях расхода водорода

г) с указанной точностью температурная зависимость оптической толщины для сапфира в диапазоне 400–1400K на длине волны 1550 нм описывается формулой

$$f(T) = 4,08 \cdot 10^{-9} T^2 + 1,178 \cdot 10^{-5} T - 3,903 \cdot 10^{-3}, T_0 = 300\text{K}.$$

Поскольку измеряемой величиной является средняя по толщине температура подложки, необходимо оценить разность температур между передней (рабочей) и задней поверхностями ΔT . Оценки показали, что в условиях эксперимента она не превышает $\Delta T = 1,3\text{K}$.

ГОРИЗОНТАЛЬНЫЙ РЕАКТОР

Исследования технологических параметров горизонтального реактора проводились на установке Epiquip VP502-RP, имею-

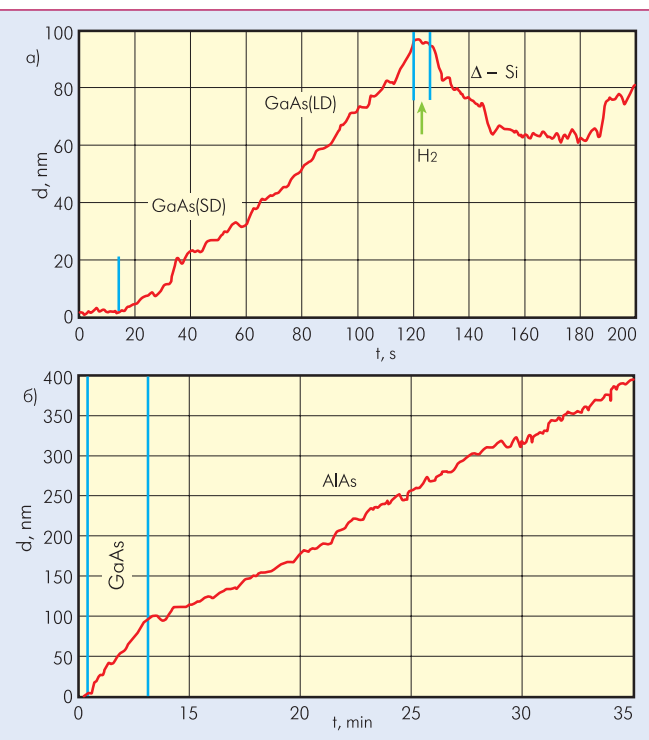


Рис.5 Изменение оптической толщины подложки GaAs в процессе эпитаксиального роста: а) при наращивании слоя GaAs толщиной 100 нм (стрелками показаны моменты начала и окончания роста); б) при эпитаксии гетероструктуры GaAs/AlAs

щей индукционный нагрев графитового подложкодержателя. Измерительная головка располагалась на высоте 30 см от подложки. Оптические измерения проводились в трех точках (начало, середина и конец подложкодержателя).

На рис.2 приведены разности температур подложек, расположенных в разных частях подложкодержателя, и показания термопары $\Delta T = T_{\text{под}} - T_{\text{т.п.}}$ при различной температуре в вакууме и в потоке водорода 3 л/мин при давлении 100 мбар. В вакууме показания термопары, закрепленной внутри подложкодержателя и включенной в систему обратной связи для автоматического поддержания его температуры, оказались сильно завышенными по сравнению с реальной температурой подложки, что, по-видимому, связано с отсутствием достаточно хорошего теплового контакта между подложкодержателем и подложкой. Наличие газа-носителя, водорода, приводит к улучшению теплового контакта и, соответственно, к уменьшению ΔT .

Самой горячей частью является центральная часть подложкодержателя, что, вероятно, связано с меньшей напряженностью электромагнитного поля, создаваемого индуктором вблизи краев и дополнительными потерями тепла на излучение с торцов подложкодержателя. При этом температурный градиент увеличивается с ростом температуры. Наблюдаемый "перегрев" центра подложкодержателя в при-

сутствии водорода мы связываем с тем, что спай термопары расположен в области с более низкой температурой в начале подложкодержателя.

Увеличение потока водорода с 3 до 8 л/мин приводит к изменению распределения температуры вдоль подложкодержателя (рис.3). Подложка, расположенная в начале подложкодержателя, становится почти на 16°C холоднее из-за дополнительного охлаждения набегающим потоком холодного газа-носителя. В то же время температура подложки, расположенной в конце подложкодержателя, наоборот увеличивается на 2°C. При этом система обратной связи поддерживает практически неизменной температуру подложкодержателя у спая термопары (рис.4, моменты переключения потоков показаны стрелками). Начальный этап графика отражает процесс установления рабочей температуры 683°C в присутствии потока водорода 3 л/мин.

Интересным представляется сравнение времен установления рабочей температуры различных типов подложек, особенно в условиях отсутствия достаточно хорошего теплового контакта между нагревателем и подложкой, например, в вакууме, когда подложки греются за счет поглощения теплового излучения. Поскольку сапфировые подложки считаются прозрачными, их задняя сторона нередко покрывается пленкой молибдена для увеличения коэффициен-

та поглощения в ИК-области и, следовательно, эффективности нагрева. Нагрев кремниевых и сапфировых подложек (мощность генератора 400 Вт) проводили в вакууме и при пониженном давлении 100 мбар. В вакууме установившаяся температура сапфировых подложек в 1,6 раза меньше, чем кремниевых (315°C против 505°C), и она сильно отличается от показаний термопары (550°C). При давлении 100 мбар теплоперенос осуществляется газом-носителем, и нарастание температуры обеих подложек происходит одинаково и совпадает с показаниями термопары.

На рис.5а представлены изменения оптической толщины эпитаксиальной структуры на подложке GaAs на первых этапах роста. Уменьшение оптической толщины структуры после прерывания роста связано с уменьшением температуры подложки примерно на 0,3°C из-за добавления потока силана в смеси с водородом (0,5 л/мин) для формирования δ -легированного слоя. Чувствительность аппаратуры (среднеквадратичное отклонение от среднего) к изменению толщины растущей пленки в данном процессе составила 2 нм, скорость роста – 54 нм/мин. На рис.5б представлены изменения оптической толщины подложки GaAs в процессе эпитаксиального роста гетероструктуры GaAs/AlAs. Чувствительность аппаратуры (среднеквадратичное отклонение от среднего) к изменению толщины растущей пленки в данном процессе составила 10 нм, скорость роста GaAs 13,5±2 нм/мин, AlAs – 37±2 нм/мин.

ВЕРТИКАЛЬНЫЙ РЕАКТОР

Исследования технологических параметров вертикального реактора проводились на самодельной установке, используемой для роста широкозонных материалов на основе GaN (схема экспериментальной установки приведена на рис.6).

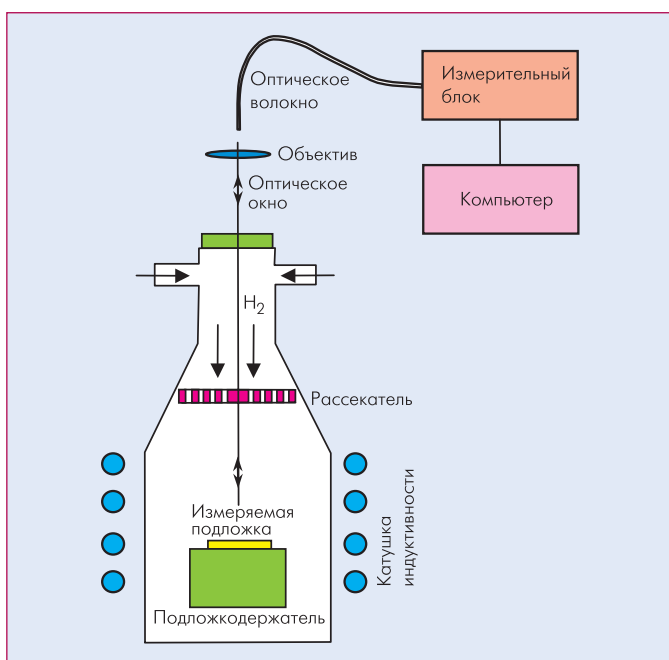


Рис.6 Схема эксперимента в вертикальном реакторе

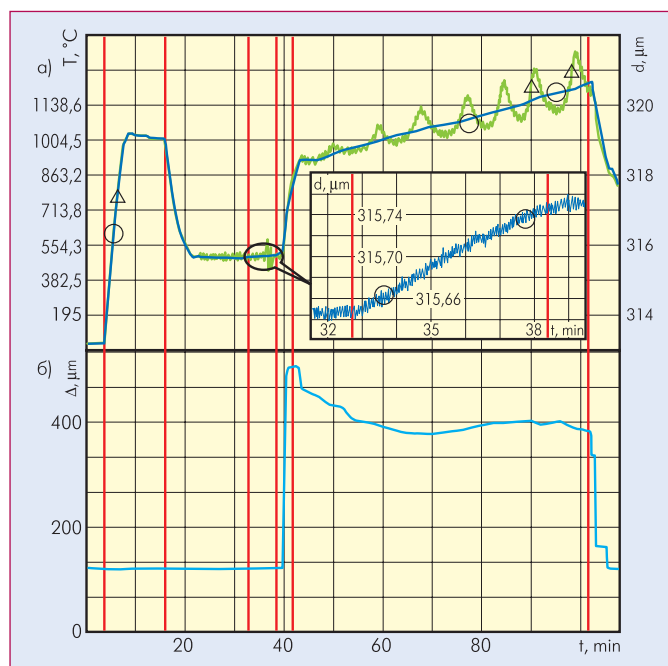


Рис.7 Finger-print технологического процесса роста пленки GaN на сапфировой подложке; а) измерения оптической толщины \circ "по фазе", Δ "по огибающей", б) изгиб подложки

Нагрев молибденового подложкодержателя осуществлялся индукционным методом. Измерительная головка располагалась на высоте 30 см от подложки. Ввод-вывод зондирующего излучения осуществлялся через кварцевое оптическое окно OW, расположенное в верхней части реактора.

На рис.7 представлены записи сигналов (finger-print) технологического процесса роста пленки GaN, начиная с нагрева и отжига сапфировой подложки при 1100°C (этап 1). Затем следуют этап нитридации при 550°C (этап 2), этап 3 роста буферного слоя GaN толщиной 100 нм при температуре 550°C (на вставке показаны изменения толщины "по фазе"), этап 4 нагрева подложки до 1050°C, этап 5 роста слоя GaN, и завершает процесс этап 6 – охлаждение. На графике этапы разделены вертикальными линиями.

На 13 минуте процесса (этап 1) видно уменьшение температуры на 12°C, связанное с охлаждением подложки за счет подачи аммиака (0,2 л/мин). На 24 минуте расход аммиака был увеличен до 2 л/мин, что привело к появлению нестационарности газового потока в реакторе и заметному увеличению шума при измерении оптической толщины подложки "по огибающей". Следует отметить, что при отсутствии рассекателя нестационарность возникает при значительно меньших расходах аммиака – с 0,4–0,5 л/мин. На 40 минуте, после завершения роста буферного слоя, проводился нагрев до рабочей температуры 1050°C, сопровождающийся скачкообразным изгибом подложки вверх. На графике видно резкое увеличение размера зазора между нижней поверхностью центра подложки и подложкодержателем почти на 400 мкм при диаметре подложки 2 дюйма. Следует отметить, что по мере остывания изгиб исчезает также скачкообразно. По ме-

ре увеличения толщины растущей пленки GaN становятся заметны различия в поведении оптической толщины объекта (подложка + пленка) "по фазе" и "по огибающей". Оптическая толщина "по фазе" изменяется практически линейно во времени, в то время как оптическая толщина "по огибающей" осциллирует. Эти осцилляции связаны с интерференцией зондирующего света внутри растущей пленки и приводят к искажению формы огибающей принимаемого сигнала, а именно к смещению максимума этой огибающей. По мере улучшения морфологии ростовой поверхности амплитуда осцилляций возрастает за счет выравнивания фазы зондирующего света, принимаемого от разных участков освещенного пятна на подложке. По количеству максимумов (минимумов) осцилляций, учитывая показатель преломления GaN ($n = 2,4$ на длине волны 1,55 мкм), получаем толщину выращенной пленки 2,68 мкм, что с хорошей точностью совпадает с измерениями "по фазе" 2,71 мкм.

На новых принципах регистрации оптической толщины прозрачных пластин была построена высокоточная аппаратура для непосредственного оптического контроля истинной температуры и изгиба подложек, а также толщины растущих слоев в процессах эпитаксиального роста гетероструктур на подложках из GaAs, Si и сапфира в условиях МОГФЭ и в вакууме. К настоящему времени на предприятиях России и

ближнего зарубежья установлены и успешно эксплуатируются несколько образцов разработанной системы.

Работа выполнена при поддержке Целевой научно-технической программы РАН "Разработка научно-исследовательских приборов и оборудования для учреждений РАН" и Фонда содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Schineller B. and Heuken M.** – Appl. Phys., 2007, A 87, p. 479–483.
2. **Harris J.J. et al.** – J. Crystal Growth, 2007, v.300, Iss.1, p. 194–198.
3. **Aspnes D.E.** – IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron. 1 (1995) 1054.
4. **Haberland K.** – Appl. Phys. A, 68 (1999) 309.
5. **Магунов А.Н.** Лазерная термометрия твердых тел. – М.: Физматлит, 2001.
6. **Sankur H. and Gunning W.** – Appl. Phys. Lett., 56 (26), 1990, p. 2651–2653.
7. **Лукьянов А.Ю. и др.** – Письма в ЖТФ, 1993 т, 19, вып. 1, с. 7.
8. **Habchi M.M. et al.** – Applied Surface Science, v. 253, Iss.1, 2006, p.275–278.
9. **Brunner F. et al.** – J. Crystal Growth, v.298, 2007, p. 202–206.
10. **Murphy D.F., Flavin D.A.** – Appl. Opt., v.39, №25, p. 4607–4615, 2000.
11. **Иванов В.В. и др.** Патент RU98102684.
12. **Волков П.В., Горюнов А.В., Тertyшник А.Д.** Патент RU2307318.
13. **Волков П.В., Горюнов А.В., Тertyшник А.Д.** – Стекло и керамика, 2006, № 5.