

УДК 621.315.592

## Оптический мониторинг технологических параметров в условиях молекулярно-пучковой эпитаксии

© П.В. Волков, А.В. Горюнов, А.Ю. Лукьянов<sup>¶</sup>, А.Д. Тертышник, А.В. Новиков, Д.В. Юрасов, Н.А. Байдакова, Н.Н. Михайлов\*, В.Г. Ремесник\*, В.Д. Кузьмин\*

Институт физики микроструктур Российской академии наук,  
603950 ГСП-105, Нижний Новгород, Россия

\* Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова Сибирского отделения Российской академии наук,  
630090 Новосибирск, Россия

(Получена 25 апреля 2012 г. Принята к печати 25 апреля 2012 г.)

Продemonстрирована возможность измерения температуры подложки в условиях молекулярно-пучковой эпитаксии при наклонном падении зондирующего света с помощью низкокогерентной тандемной интерферометрии. Исследованы температурные режимы установки выращивания гетероэпитаксиальных структур теллуридов кадмия и ртути „Обь-М“ и установки выращивания структур кремний–германий RIBER SIVA-21. Построены калибровочные кривые в диапазоне 0–500°С, связывающие показания штатной термопары, закрепленной внутри нагревателя, с истинной температурой подложки.

### 1. Введение

В настоящее время молекулярно-пучковая эпитаксия (МПЭ) является одним из способов формирования полупроводниковых тонкопленочных структур для производства микро- и нанoeлектронных элементов и приборов.

Непрерывное усложнение структур (увеличение количества слоев, уменьшение их толщины вместе с ужесточением требований на точность этих толщин и их воспроизводимость от процесса к процессу) привели к необходимости применения непрерывного мониторинга основных технологических параметров. Прежде всего такими параметрами являются температура подложки, скорость роста и потоки основных элементов и примесей, падающих на подложку. В условиях высокого вакуума измерение температуры ( $T$ ) подложки является, как правило, достаточно сложной задачей, поскольку для работы термопары необходимо обеспечить надежный тепловой контакт между подложкой и термопарой. Применение пирометров в некоторых случаях также бывает затруднительно из-за присутствия элементов, нагретых до высоких температур, приводящих к „засветке“ пирометра и искажению его показаний, а также из-за изменения излучательной способности многослойных структур в процессе их роста. Кроме того, при температурах подложки ниже 400°С интенсивность излучения становится слишком слабой для нормальной работы оптических пирометров (интенсивность теплового излучения пропорциональна  $T^4$ ). В литературе описаны и другие оптические методы контроля температуры: по измерению сдвига линий флуоресценции [1], по измерению сдвига края поглощения [2], лазерная оптическая термометрия [3–5].

Одновременно с температурой подложки необходимо контролировать скорость роста (толщину наращиваемой пленки) непосредственно в процессе формирования

структуры. Как правило, для этих целей используют эллипсометрию [6,7], спектроскопию анизотропного отражения [8], рефлектометрию широкополосного („белого“) света [9]. Последний метод хорошо работает на структурах с большим оптическим контрастом между материалом подложки и материалом пленки (например, структуры кремний-на-изоляторе, нитрид галлия на сапфире и др.) и оказывается практически неприменимым в обратном случае (например, при формировании сверхрешеток с малым оптическим контрастом).

К сожалению, каждый из указанных методов обладает рядом недостатков и ограничений, поэтому мониторинг технологических параметров в условиях реального производства по-прежнему остается достаточно сложной проблемой.

Данная работа посвящена применению метода тандемной низкокогерентной интерферометрии [10] для мониторинга технологических процессов в условиях МПЭ.

### 2. Принцип работы и теоретические оценки

Измерительный блок содержит низкокогерентный источник света (суперлюминесцентный диод) и опорный интерферометр (опорная линия задержки), разность длин плеч которого сканируется в заданном диапазоне. Контроль разности плеч осуществляется с помощью лазера со стабилизированной длиной волны. Образец играет роль второго интерферометра (измеряемая линия задержки). Связь между интерферометрами (линиями задержки) осуществляется через оптическое волокно. Интерференционный сигнал на выходе этой пары интерферометров будет наблюдаться, если разность оптических задержек (толщин) в интерферометрах меньше длины когерентности источника света. При этом максимум огибающей сигнала соответствует совпадению толщин (более подробное описание можно найти в [11,12]).

<sup>¶</sup> E-mail: luk@ipmras.ru

Таким образом, созданная установка измеряет абсолютное значение оптической толщины образца

$$D = 2nd, \quad (1)$$

где  $n$  — показатель преломления,  $d$  — толщина. Очевидно, что  $D$  зависит от температуры, причем для большинства полупроводниковых материалов основным механизмом изменения оптической толщины является изменение показателя преломления. Температурное расширение, как правило, значительно меньше. Например, для Si коэффициент линейного расширения составляет  $\alpha = 1/l \cdot \partial l / \partial T \approx 2.6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , а  $1/n \cdot \partial n / \partial T \approx 4 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ , для GaAs —  $\alpha \approx 5.7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , а  $1/n \cdot \partial n / \partial T \approx 4.4 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$  [5]. Для перерасчета изменений оптической толщины подложки в изменения ее температуры используются полученные ранее [12] калибровочные зависимости вида

$$f(T) = \frac{D(T) - D_0}{D_0}, \quad (2)$$

где  $D(T)$  — измеряемая оптическая толщина,  $D_0$  — оптическая толщина подложки при некоторой известной температуре  $T_0$ .

В ходе предыдущих экспериментов, проведенных нами по мониторингу процессов металло-органической газофазной эпитаксии [11,12] и плазмохимического травления [13], а также в работах других авторов [14,15], посвященных использованию низкокогерентной интерферометрии для мониторинга, использовалась геометрия нормального падения света на исследуемый образец. Однако во многих установках МПЭ обеспечить нормальное падение света на образец невозможно. Поэтому основная задача работы состояла в адаптации оптической системы под условия наклонного падения света.

Важным моментом является то, что при наклонном падении на образец разность хода между лучами, отраженными от верхней и нижней границ  $D_\varphi$ , оказывается несколько меньше „нормальной“ толщины образца (1):

$$D_\varphi = 2nd \sqrt{1 - \frac{\sin^2 \varphi}{n^2}}. \quad (3)$$

В результате измеряемая величина  $D_\varphi$  нелинейно зависит от показателя преломления и при использовании калибровочной кривой (2), полученной для нормального падения, возникает ошибка. Это является следствием того, что при изменении показателя преломления изменяется угол преломления света в образце. Несложно показать, что дополнительная поправка к температуре  $\Delta T_{\text{add}}$ , вызванная изменением угла преломления в образце, будет иметь вид

$$\Delta T_{\text{add}} = \frac{\sin^2 \varphi}{n^2} \Delta T, \quad (4)$$

где  $\Delta T$  — изменение температуры подложки. Для подложки Si и угла падения  $40^\circ$  поправочный коэффициент  $\Delta T_{\text{add}} / \Delta T$  будет равен 0.04, для подложки GaAs и угла падения  $70^\circ$  — 0.07. Таким образом, поправки в измерениях температуры могут достигать десятков градусов.

Оценим точность, с которой необходимо знать угол падения, чтобы обеспечить необходимую точность измерений. Если исходить из (4), выражение для предельной ошибки по углу имеет вид

$$\Delta \varphi = \frac{n_0^2 \Delta T_{\text{err}}}{\sin 2\varphi \Delta T_{\text{max}}}, \quad (5)$$

где  $\Delta T_{\text{err}}$  — максимально допустимая ошибка по температуре,  $\Delta T_{\text{max}}$  — полный диапазон рабочих температур. Видно, что (5) принимает минимальное значение при угле падения  $45^\circ$ . Если при этом задаться параметрами  $\Delta T_{\text{err}} = 1 \text{ K}$ ,  $\Delta T_{\text{max}} = 500 \text{ K}$ , то получим оценку снизу  $\Delta \varphi_{\text{min}} \approx 1.5^\circ$ . Для углов, отличных от  $45^\circ$ , требования на точность будут еще более мягкими.

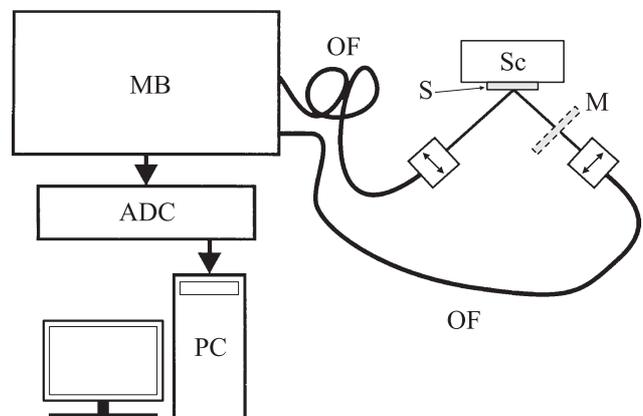
### 3. Результаты и обсуждения

Были проведены две серии экспериментов.

В первой серии мониторинг температурных режимов проводился на установке МПЭ RIBER SIVA-21 (ИФМ РАН, Нижний Новгород). В этой установке оптическое окно, через которое осуществлялись ввод-вывод зондирующего излучения, имелось только с одной стороны образца, поэтому в камере, на крышке масс-спектрометра, было установлено дополнительное зеркало М (рис. 1), возвращающее зондирующий свет. Угол падения зондирующего излучения на подложку составлял около  $40^\circ$ .

Исследовались температурные режимы нагрева подложек Si(001) с различной степенью легирования в диапазоне температур  $200\text{--}550^\circ\text{C}$ , который используется для формирования структур SiGe (рис. 2). Калибровочные кривые, связывающие реальную температуру подложки  $T_{\text{opt}}$ , измеряемую предлагаемым оптическим методом, и температуру, измеряемую термопарой  $T_{\text{tc}}$ , закрепленной внутри нагревателя, приведены на рис. 3.

Обнаружено следующее. 1) Различие между реальной температурой подложек и показаниями встроенной



**Рис. 1.** Схема экспериментов. МВ — измерительный блок, ADC — аналого-цифровой преобразователь, PC — компьютер, OF — оптическое волокно, S — подложка, Sc — нагреватель, М — зеркало.

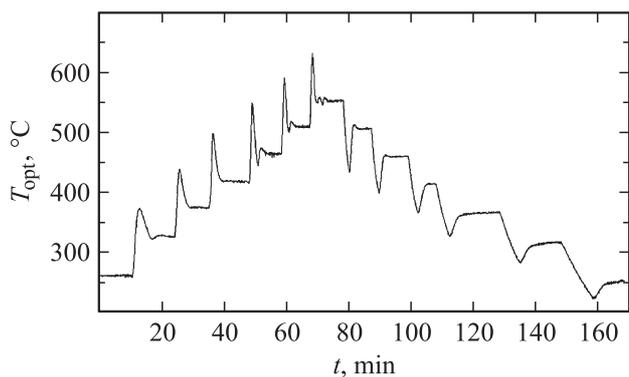


Рис. 2. Кривая нагрева/охлаждения подложки (КЭФ-1.5) при проведении калибровки в ростовой камере установки RIBER SIVA-21.

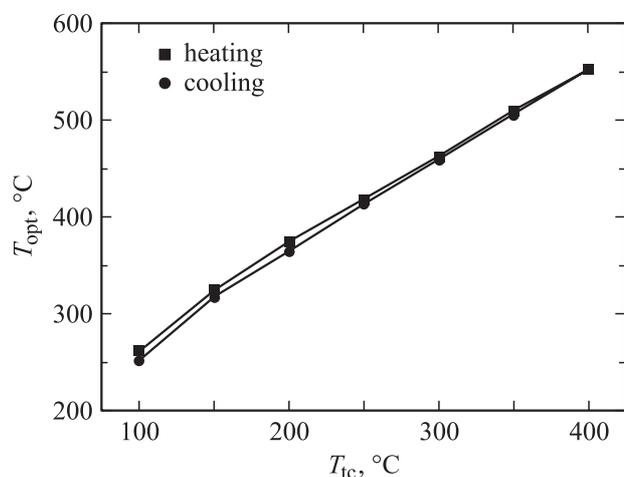


Рис. 3. Калибровочные кривые для Si-подложек КЭФ-1.5 (RIBER SIVA-21).

термопары в процессе нагрева подложек может превышать 100°C. 2) При быстром нагреве подложек процесс выхода температуры на заданную сопровождается сильным перегревом (более 100°C) подложки, о чем свидетельствуют всплески (рис. 2), возникающие после переключения регулятора температуры с одного значения на другое; при этом величина перегрева по показаниям термопары составляет единицы градусов; данный факт необходимо учитывать при росте структур, неустойчивых к высоким температурам. 3) Температура подложек не зависит от положения заслонок горячих источников, т.е. источники основных элементов и примесей, нагретые до температур > 1500°C, не оказывают существенного влияния на температуру подложки. 4) Калибровочная кривая не зависит от уровня легирования прозрачных подложек; при высоких концентрациях примеси (как в КДБ-0.1 и более высоких) подложки перестают быть прозрачными на зондирующей длине волны 1.5 мкм и предлагаемая методика измерений перестает работать.

Во второй серии экспериментов исследовались температурные режимы нагрева подложек из GaAs и структур

CdTe/GaAs на установке выращивания гетероэпитаксиальных структур теллуридов кадмия и ртути „Обь-М“ (ИП СО РАН, Новосибирск).

В этой установке оптические окна есть с обеих сторон рабочей камеры, поэтому свет, отраженный от образца, сразу направлялся на фотоприемник. Угол падения зондирующего излучения на подложку составлял около 68°.

Недостатком такой конфигурации является сдвиг интерферирующих пучков друг относительно друга, который уменьшает видимость интерференционной картины. Для тонких подложек (500 мкм) даже при больших показателях преломления (показатель преломления кремния равен 3.4) максимальный сдвиг (при угле падения 45°) составляет около 150 мкм. Чтобы он не влиял на видимость интерференционной картины, необходимо использовать слабо расходящиеся коллимированные пучки с диаметром порядка 1 мм. Это в свою очередь накладывает ограничения на оптическую разнотолщинность образцов, которая не должна превышать 0.1 от длины волны зондирующего света.

На рис. 4 приведены калибровочные кривые для полужондирующих GaAs-подложек и структур CdTe/GaAs. Толщина слоя CdTe составляет 5 мкм.

Обнаружено, во-первых, что температура структуры с пленкой CdTe заметно превышает температуру чистой подложки при одинаковых условиях нагрева. При этом калибровка, проведенная в термостате по стандартной методике [12], не выявила отличий между чистой подложкой GaAs и структурой CdTe/GaAs. Оценим влияние пленки на измерения температуры. Как было показано в работе [13], выражение для огибающей сигнала от подложки с пленкой имеет вид

$$G(z) = \sqrt{a_1^2 \exp\left(-\frac{(z-D)^2}{L_{coh}^2}\right) + a_2^2 \exp\left(-\frac{(z-(D+h))^2}{L_{coh}^2}\right) + 2a_1 a_2 \exp\left(-\frac{(z-D)^2 + (z-(D+h))^2}{2L_{coh}^2}\right) \cos kh}, \quad (6)$$

где  $D$  — оптическая толщина подложки,  $h$  — оптическая толщина пленки;  $a_1, a_2$  определяются коэффициентами отражения от границ. Из приведенного выражения следует, что наличие тонкой пленки (с толщиной меньше

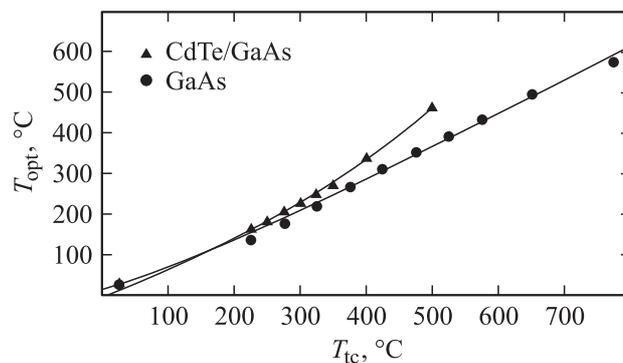
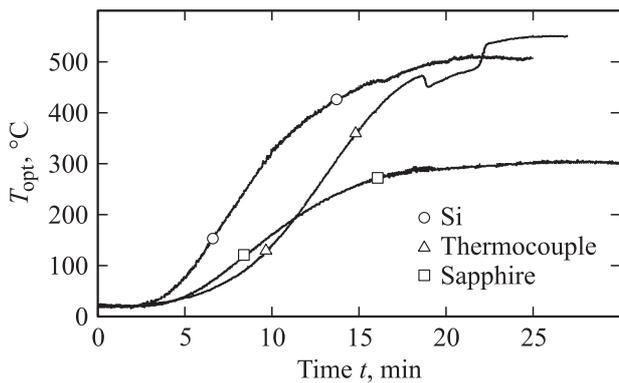
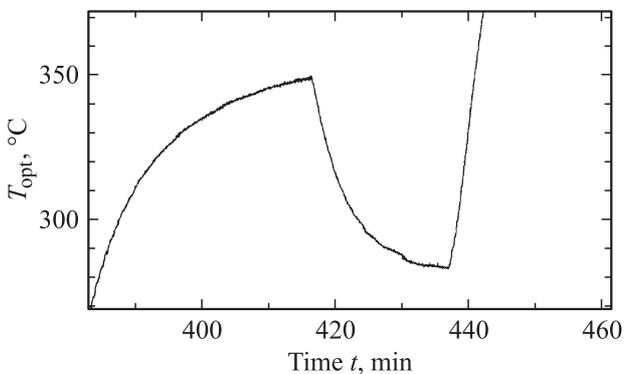


Рис. 4. Калибровочные кривые для GaAs-подложек и структур CdTe/GaAs в ростовой камере установки „Обь-М“.



**Рис. 5.** Кривые нагрева подложек Si и сапфира в вакууме при одинаковой постоянной мощности нагревателя, а также температура нагревателя, измеряемая термопарой.



**Рис. 6.** Изменение температуры образца в зависимости от положения заслонки в ростовой камере установки „Обь-М“. При  $t = 416$  мин заслонка была открыта, при  $t = 437$  мин заслонка была закрыта.

длины когерентности света) приводит к сдвигу максимума огибающей интерференционного сигнала. В данном случае общее изменение толщины пленки при ее нагреве на  $500^\circ\text{C}$  составляет порядка  $300\text{ нм}$  (для  $\text{CdTe}$   $n = 2.6$ ,  $1/n \cdot \partial n / \partial T \approx 4.4 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$  [16]). Согласно (6), это приводит к сдвигу положения максимума огибающей примерно на  $500\text{ нм}$ . В пересчете на изменение температуры это дает максимальную погрешность около  $3\text{ К}$ . Таким образом, интерференционные эффекты в пленке не обеспечивают расхождение в калибровочных кривых. Противоположная картина наблюдается в процессах роста структур  $\text{CdTe}/\text{GaAs}$ , которые проводятся при постоянной температуре. Температура в этих процессах поддерживается с помощью термопары, включенной в цепь обратной связи и закрепленной внутри нагревателя. В момент появления на поверхности подложки  $\text{GaAs}$  пленки  $\text{CdTe}$  мощность, потребляемая нагревателем, скачкообразно растет, пытаясь скомпенсировать уменьшение температуры подложки. Объяснение указанному противоречию пока не найдено. Здесь уместно отметить, что нагрев подложек в условиях вакуума происходит исключительно за счет излучения, даже в тех случаях, когда подложка лежит непосредственно на нагревателе.

Это подтверждается различием в температурах между подложками Si и сапфира (рис. 5), когда они нагреваются в вакууме в одинаковых условиях (при давлениях больше  $0.1\text{ Торр}$  различия исчезают).

Во-вторых, в противоположность первой серии экспериментов, положение заслонок горячих источников на данной установке (открыта–закрыта) влияет на температуру подложки.

В-третьих, температура образца зависит от положения заслонки, закрывающей образец (открыта–закрыта) (рис. 6), и от расстояния между образцом и заслонкой в положении „закрыта“.

В-четвертых, включение криопанелей и системы водяного охлаждения реактора заметно не влияет на температуру подложки.

В-пятых, в отличие от первой серии экспериментов не обнаружено режимов работы реактора, при которых температура подложки выходит на стационарный уровень (после 2-часового прогрева дрейф температуры превышает  $3^\circ\text{C}$  в час).

#### 4. Заключение

В работе продемонстрирована возможность измерения температуры подложки в условиях МПЭ при наклонном падении зондирующего света с помощью низкокогерентной тандемной интерферометрии. Исследованы температурные режимы установки выращивания гетероэпитаксиальных структур теллуридов кадмия и ртути „Обь-М“ и установки выращивания структур кремний–германий RIBER SIVA-21. Построены калибровочные кривые в диапазоне  $0\text{--}500^\circ\text{C}$ , связывающие показания штатной термопары, закрепленной внутри нагревателя, с истинной температурой подложки. Полученные результаты позволяют надеяться на широкое применение разработанной аппаратуры для мониторинга технологических процессов формирования полупроводниковых структур в условиях МПЭ.

Работа выполнена в рамках проектов ФЦП „Научные и научно-педагогические кадры инновационной России“ (госконтракт № 16.740.11.0271, госконтракт № 14.740.11.0337), проекта РФФИ 10-02-01193-а при поддержке Министерства образования и науки РФ (госконтракт № 16.552.11.7007).

#### Список литературы

- [1] I. Hussla, K. Enke, H. Grundwald, G. Lorentz, H. Stoll. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **20**, 889 (1987).
- [2] T.P. Pearsall, S.R. Saban, J. Booth, B.T. Beard, jr., S.R. Johnson. *Rev. Sci. Instrum.*, **66**, 4977 (1995).
- [3] A. Stafford, S.J.C. Irvine, M.U. Ahmed. *Semicond. Sci. Technol.*, **13**, 1407 (1998).
- [4] А.Ю. Лукьянов, М.А. Новиков, О.В. Сколотов, В.И. Шашкин. *Письма ЖТФ*, **19** (1), 7 (1993).
- [5] А.Н. Магунов. *Лазерная термометрия твердых тел* (М., Физматлит, 2001).

- [6] E. Langereis, S.B.S. Heil, H.C.M. Knoop, W. Keuning, M.C.M. van de Sonden, W.M.M. Kessels. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **42**, 073 001 (2009).
- [7] G.M.W. Kroesen, G.S. Oehrlein, T.D. Bestwick. *J. Appl. Phys.*, **69**, 3390 (1991).
- [8] P. Weightman, D.S. Martin, E.J. Cole, T. Farrell. *Rep. Progr. Phys.*, **68**, 1252 (2005).
- [9] E. Tyrone. *Semicond. Sci. Technol.*, **18**, 212 (2003).
- [10] Yu. Rao, D.A. Jackson. *Meas. Sci. Technol.*, **7**, 981 (1996).
- [11] P.V. Volkov, A.V. Goryunov, V.M. Daniltsev, A.Yu. Luk'yanov, D.A. Pryakhin, A.D. Tertyshnik, O.I. Khrykin, V.I. Shaskin. *J. Cryst. Growth*, **310**, 4724 (2008).
- [12] П.В. Волков, А.В. Горюнов, В.М. Данильцев, А.Ю. Лукьянов, Д.А. Прякин, А.Д. Тertyshnik, О.И. Хрыкин, В.И. Шашкин. *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, № 8, 5 (2008).
- [13] П.В. Волков. *Микроэлектроника*, **40** (5), 331 (2011).
- [14] T. Ohta, C. Koshimizu, K. Kawasaki, K. Takeda, M. Ito. *J. Appl. Phys.*, **105**, 013 110 (2009).
- [15] K. Takeda, Y. Tomekawa, T. Shiina, M. Ito, Y. Okamura, N. Ishii. *Jpn. J. Appl. Phys.*, pt 1, **43**, 7737 (2004).
- [16] J.E. Kiefr, A. Yariv. *Appl. Phys. Lett.*, **15**, 26 (1969).

Редактор Л.В. Беляков

## Optical monitoring of the technological parameters during molecular beam epitaxy

*P.V. Volkov, A.V. Goryunov, A.Yu. Lukyanov, A.D. Tertyshnik, A.V. Novikov, D.V. Yurasov, N.A. Baidakova, N.N. Mikhailov\*, V.G. Remesnik\*, V.D. Kuzmin\**

Institute for Physics of Microstructures,  
Russian Academy of Sciences,  
603950 Nizhny Novgorod, Russia

\* Rzhanov Institute of Semiconductor Physics,  
Siberian Branch of Russian Academy of Sciences,  
630090 Novosibirsk, Russia

**Abstract** This work demonstrates ability to measure the substrate temperature during the MBE process at oblique incidence of probing light using a low coherent tandem interferometry technique. The temperature conditions were studied in two semiconductor manufacturing plants: „Ob'-M“ for growth of heteroepitaxial structures based on cadmium and mercury tellurides and RIBER SIVA-21 for growth of the Si-Ge structures. Calibration curves connecting the readings of onboard thermocouple mounted inside the heater with veritable substrate temperature were plotted in the range of 0–500°C.