

07;12

Использование эллипсометрических измерений для высокочувствительного контроля температуры поверхности

© М.В. Якушев, В.А. Швец

Институт физики полупроводников СО РАН, Новосибирск

Поступило в Редакцию 26 марта 1999 г.

Рассмотрена возможность создания высокочувствительного эллипсометрического метода контроля температуры поверхности образцов в сверхвысоком вакууме. Метод основан на зависимости фазовой толщины исследуемого слоя от температуры. Проведенные измерения на слоях ZnTe показывают, что коэффициенты чувствительности для эллипсометрических углов ψ и Δ составляют 0.1 и 0.5° соответственно на градус температуры. Это более чем на порядок превышает чувствительность традиционно используемых эллипсометрических методов измерения температуры.

Надежный контроль температуры образцов в условиях сверхвысокого вакуума является актуальной проблемой технологии. При лучистом теплообмене в отсутствие теплового контакта с нагревателем температура образца может существенно отличаться от показаний термодпары, особенно в процессе нагрева или охлаждения. Поэтому особый интерес представляют оптические методы контроля [1], и в частности метод эллипсометрии [2–5], поскольку в этом случае измеряется непосредственно температура исследуемой поверхности.

Эллипсометрический контроль основан на зависимости от температуры оптических постоянных материалов при фиксированной длине волны или энергетического положения особых точек в спектрах диэлектрических функций. Чувствительность в обоих случаях составляет 0.001 – 0.005° измеряемого эллипсометрического параметра ψ на 1°C , что позволяет измерять температуру с относительной погрешностью 5 – 10% .

В настоящей работе рассматривается возможность создания модифицированного эллипсометрического метода контроля температуры, в основу которого положена температурная зависимость фазовой толщи-

ны полупроводникового (или другого исследуемого) слоя, нанесенного на подложку. Эллипсометрические параметры ψ , Δ такой системы можно записать символически в виде [6]:

$$\operatorname{tg} \psi \cdot e^{i\Delta} \equiv \rho = F(N_s, N_f, \beta), \quad (1)$$

где N_s , N_f — комплексные показатели преломления подложки и пленки соответственно, а

$$\beta = 2\pi(d/\lambda)\sqrt{N_f^2 - \sin^2 \varphi} \quad (2)$$

— фазовая толщина пленки. Здесь использованы общепринятые обозначения: d — толщина пленки, λ и φ — длина волны и угол падения света. Дифференцируя обе части уравнения (1) по температуре, получим:

$$d\rho/dT = (\partial F/\partial N_s) \frac{dN_s}{dT} + (\partial F/\partial N_f) \frac{dN_f}{dT} + (\partial F/\partial \beta) \frac{d\beta}{dT}. \quad (3)$$

Первые два слагаемых в правой части (3) обусловлены температурной зависимостью коэффициентов Френеля, третье же слагаемое — это вклад в производные эллипсометрических параметров от температурной зависимости фазовой толщины. Производную от фазовой толщины представим в виде

$$\frac{d\beta}{dT} = 2\pi(1/\lambda)\sqrt{N_f^2 - \sin^2 \varphi} \frac{dd}{dT} + \frac{2\pi N_f d/\lambda}{\sqrt{N_f^2 - \sin^2 \varphi}} \frac{dN_f}{dT}. \quad (4)$$

Первое слагаемое в (4) обусловлено термическим расширением пленки и в большинстве практически важных случаев пренебрежимо мало. Второе слагаемое определяется температурной зависимостью оптических постоянных пленки, при этом существенно, что оно прямо пропорционально произведению температурной чувствительности показателя преломления dN_f/dT на толщину d . Это означает, что чувствительность эллипсометрических параметров к изменению температуры теоретически можно сделать неограниченно большой, увеличивая толщину пленки.

Отсюда следуют основные требования к материалу пленки, которые должны быть выполнены для достижения максимальной чувствительности: во-первых, материал должен быть прозрачен в области длин волн зондирующего излучения, чтобы можно было проводить измерения

на достаточно толстых пленках; во-вторых, температурная зависимость показателя преломления пленки должна быть по возможности большой.

Эти два условия накладывают отчасти взаимно противоречивые требования. Действительно, в первом приближении для твердого тела можно считать, что зависимость N_f от температуры обусловлена температурным сдвигом энергетического положения E_i ближайшей к энергии фотона $\hbar\omega$ критической точки. Тогда

$$dN_f/dT \approx (dE_i/dT)(dN_f/d(\hbar\omega)). \quad (5)$$

Для большинства полупроводниковых и диэлектрических материалов величина dE_i/dT находится в узком интервале значений $(3 - 6) \cdot 10^{-4}$ eV/grad, поэтому максимальное значение dN_f/dT будет в области наибольшей дисперсии, т.е. вблизи критических точек в зоне Бриллюэна. Но именно в этой области наблюдается и сильное поглощение света, что ограничивает применение толстых пленок. Компромисс может быть найден, если использовать области энергий фотона, несколько меньших ширины запрещенной зоны. В этом случае можно добиться, чтобы поглощение было пренебрежимо мало и при этом дисперсия показателя преломления оставалась достаточно большой.

В частности, излучение HeNe лазера ($\hbar\omega = 1.96$ eV), которое используется обычно в монохроматических эллипсометрах, попадает в область оптимальной чувствительности для таких полупроводников как $\text{Cd}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Te}$ ($x \leq 0.1$), $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ ($x = 0.5 - 0.6$) и других с шириной запрещенной зоны в диапазоне 2.0–2.3 eV. Для остальных полупроводниковых материалов оптимальные условия легко достигаются использованием спектральной эллипсометрической аппаратуры.

Чувствительность метода иллюстрируют результаты измерений на пленках ZnTe различной толщины. Пленки выращивались на подложке GaAs (001) методом молекулярно-лучевой эпитаксии. Нагреватель подложки был прокалиброван по точкам плавления In, Sn и Pb и позволял контролировать температуру образца с точностью $\pm 10^\circ$. Толщины выращенных пленок определялись *in situ* автоматическим эллипсометром ЛЭФ-701 ($\lambda = 632.8$ nm, $\varphi = 67.5^\circ$) и лежали в диапазоне 0.14–2.6 μm .

На рис. 1 показаны изменения эллипсометрических параметров, наблюдаемые в процессе остывания образцов от 350°C до комнатной температуры. Для сравнения на рисунке представлена также расчетная зависимость ψ и Δ от толщины пленки для 350°C, которая циклически

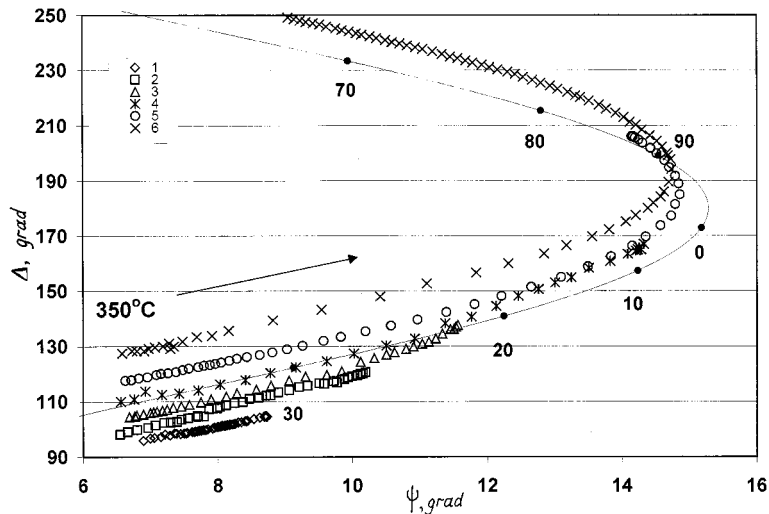


Рис. 1. Изменения эллипсометрических параметров при остывании образцов ZnTe/GaAs от 350°C до комнатной температуры. Стрелкой показано направление изменений. Экспериментальные точки сдвинуты по оси Δ на: -10 (1), -5 (2), 0 (3), $+5$ (4), $+10$ (5), $+15$ (6). Толщины образцов: 1 — 0.14, 2 — 0.25, 3 — 0.46, 4 — 0.89, 5 — 1.75, 6 — 2.60 μm . Сплошная линия — расчетная кривая для системы ZnTe/GaAs, прокалиброванная по толщине слоя в nm.

повторяется с периодом $d_0 = 107$ nm. Для удобства экспериментальные точки на рисунке сдвинуты по оси Δ друг относительно друга. Видно, что в процессе остывания параметры ψ и Δ смещаются вдоль расчетной кривой. Величина этого смещения различна для всех образцов и в единицах фазовой толщины пропорциональна абсолютной толщине пленки d . Для пленки с максимальной толщиной 2,6 μm чувствительность эллипсометрических углов к температуре достигает 0.5 и 0.1° на 1°C для Δ и ψ соответственно. Это на 1–2 порядка превосходит аналогичные параметры чувствительности при измерениях на однородных подложках GaAs и Si [2].

Из эксперимента можно оценить коэффициент температурной зависимости показателя преломления. С учетом неравенства $N_f^2 \gg \sin^2 \varphi$ из (2) следует, что $\delta\beta/\beta \approx \delta N_f/N_f$, где δN_f и $\delta\beta$ — изме-

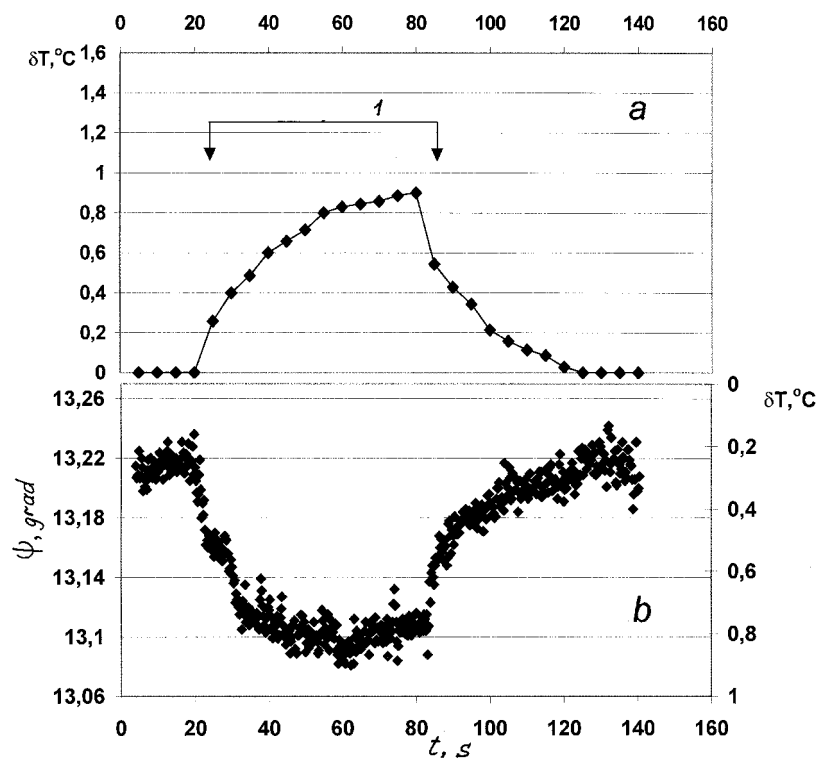


Рис. 2. Зависимость температуры спая термопары (а) и параметра ψ (b) от времени при нагреве поверхности образца импульсом теплового излучения (1 — существование теплового импульса).

нения показателя преломления и фазовой толщины при остывании. Используя экспериментально полученное отношение $\delta\beta/\beta$, находим $(\delta N_f/\delta T)/N_f = (9.3 \pm 0.3) \cdot 10^{-5} \text{ grad}^{-1}$. Эта величина характеризует усредненное в интервале 20–350 $^{\circ}\text{C}$ значение коэффициента температурной зависимости показателя преломления и оказывается несколько выше значения $7.2 \cdot 10^{-5} \text{ grad}^{-1}$, полученного в работе [1] из интерферометрических измерений. Следует, однако, отметить, что выращенные в

цитируемой работе слои ZnTe имели аномально низкий показатель преломления 2.51 для $\lambda = 632.8$ nm, который отличался от общепринятого $N_f \approx 3$ [7]. В любом случае для привязки эллипсометрических углов к температурной шкале необходимо тщательное измерение коэффициента dN_f/dT как функции T .

Остановимся на вопросе предельно обнаружимой величины изменения температуры. Она зависит от чувствительности эллипсометрических углов $\alpha_\psi = d\psi/dT$ и $\alpha_\Delta = d\Delta/dT$ и погрешности измерения самих углов $\delta\psi$ и $\delta\Delta$. С увеличением толщины пленки параметры чувствительности α_ψ и α_Δ неограниченно растут, однако при этом увеличиваются и погрешности их измерения. Поэтому ответ на поставленный вопрос можно получить только в эксперименте. Такой эксперимент был проведен *ex situ* для образца ZnTe/GaAs с толщиной пленки $d = 4.5 \mu\text{m}$. Измерения проводились на автоматическом эллипсометре ЛЭФ-8 МИКРОСКАН. Для повышения точности измерений размер зондирующего пятна был уменьшен до $10 \times 20 \mu\text{m}$. К образцу была прижата термопара, спай которой был смочен каплей жидкого Ga и имел тепловой контакт с образцом. В процессе измерений к поверхности образца подносили разогретую спираль нагревателя. Полученные результаты представлены на рис. 2. Показания термопары пересчитаны в изменения температуры. С учетом найденного значения температурной зависимости показателя преломления была рассчитана чувствительность α_ψ и шкала ψ проградуирована также по температуре.

Изменения температуры, измеренные двумя способами, качественно повторяют друг друга. Наблюдаемые отличия в абсолютных значениях в 1.5 раза могут быть связаны с различной динамикой прогрева поверхности образца и спаев термопары в условиях нестационарного теплового потока. Из статистического разброса параметра ψ можно оценить погрешность измерений: $\delta\psi \approx 0.01^\circ$ и, следовательно, предельно обнаружимое изменение температуры составляет $\sim 0.1^\circ\text{C}$. Повидимому, эта величина может быть еще уменьшена, однако для достижения большей точности потребуются оптимизация условий измерения и должны предъявляться более жесткие требования как к качеству самого образца, так и к стабильности измерительной аппаратуры.

Таким образом, в работе продемонстрирована высокая чувствительность эллипсометрических измерений к температуре поверхности слоистых структур на примере ZnTe/GaAs, позволяющая обнаружить изменения температуры в 0.1° .

Список литературы

- [1] *Glanner G.J., Sitter H., Faschinger W., Herman M.A.* // Appl. Phys. Lett. 1984. V. 65. N 8. P. 998–1000.
- [2] *Tomita T., Kinoshita T., Yamashita T.* et al. // Jap. Journ. Appl. Phys. 1986. V. 25. N 11. P. L925–L927.
- [3] *Sampson R.K., Massoud H.Z.* // J. Electrochem. Soc. 1993. V. 140. N 9. P. 2673–2678.
- [4] *Svitashev K.K., Shvets V.A., Mardezhov A.S.* et al. // Mater. Sci. Engin. 1997. V. B44. P. 164–167.
- [5] *Jiang Z.T., Jamaguchi T., Aoyama M., Hayashi T.* // Jap. Journ. Appl. Phys. Part 1. 1998. V. 37. N 2. P. 479–483.
- [6] *Аззам Р., Башара Н.* Эллипсометрия и поляризованный свет. М.: Мир, 1981. 583 с.
- [7] *Properties of Narrow Gap Cadmium-Based Compounds* / Ed. by P. Gapper. INSPEC, Infra-Red Limited, London, UK, 1994. 618 с.