

05;06;07;12

## Устройство пирометрического контроля температуры подложки GaAs для установки молекулярно-лучевой эпитаксии

© С.Е. Александров,<sup>1</sup> Г.А. Гаврилов,<sup>1</sup> А.А. Капралов,<sup>1</sup> Г.Ю. Сотникова,<sup>1</sup> Д.Ф. Черных,<sup>1</sup>  
А.Н. Алексеев,<sup>2</sup> А.Л. Дудин,<sup>2</sup> И.В. Коган,<sup>2</sup> А.П. Шкурко<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,  
194021 Санкт-Петербург, Россия  
e-mail: gga\_holo@mail.ru

<sup>2</sup> Закрытое акционерное общество Научное и технологическое оборудование,  
198103 Санкт-Петербург, Россия

(Поступило в Редакцию 14 января 2003 г. В окончательной редакции 3 июня 2003 г.)

Рассматривается оптический пирометр, специально разработанный для прецизионного контроля температуры GaAs подложки во время эпитаксиального роста в условиях молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ). Особенностью разработанного устройства является возможность его калибровки на некоторую характерную абсолютную температуру, определяемую визуально по изменению картины дифракции быстрых электронов (ДБЭ). Это позволяет рассчитать абсолютную температуру подложки с учетом ее излучательной способности и свести к минимуму погрешности определения температуры по излучению, связанные с запылением пирометрического окна установки ростовыми материалами.

### Введение

Определение температуры поверхности подложки во время эпитаксиального роста в условиях молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) является одной из основных проблем этого метода получения полупроводниковых гетероструктур. Технологическая необходимость вращения образца во время роста для обеспечения однородности выращиваемых гетероструктур исключает возможность установки какого-либо температурного датчика на держатель подложки в непосредственной близости от поверхности роста. Термопара, которая обычно устанавливается в блоке нагрева подложки, как правило, помещается с тыльной стороны держателя в системе экранов и, таким образом, находится в физических условиях, заметно отличающихся от состояния подложки. Относительная температура, которую она измеряет, может при этом на десятки градусов отличаться от реальной температуры внешней (ростовой) поверхности подложки и служит в основном в качестве сигнала обратной связи в канале нагрева подложки.

Точность определения абсолютной температуры поверхности растущей эпитаксиальной пленки во многом определяет качество гетероструктур и в конечном счете полупроводниковых приборов на их основе. Как правило, в условиях МЛЭ существуют достаточно узкие (20–30°C) технологические температурные интервалы, при которых тот или иной материал получается оптимального качества с точки зрения либо оптических, либо электрических характеристик. Этот интервал может быть уже при росте тройных и четверных полупроводниковых соединений. В частности, AlGaAs с содержанием алюминия 25–70%, который используется, например, в качестве волноводных и эмиттерных слоев гетероструктур для мощных полупроводниковых лазеров, получается оптимального оптического и кристалли-

ческого качества при температуре роста 710–720°C [1]. При такой высокой для арсенидной системы температуре становится уже заметной десорбция галлия с растущей поверхности. Поддержание и воспроизводимость от эпитаксии к эпитаксии стабильного состава слоя, толщина которого может составлять несколько микрон при типичной скорости роста  $\sim 1 \mu\text{m}$  в час, требуют текущего определения температуры подложки с точностью не хуже  $\pm 3^\circ\text{C}$ . Другой проблемой является последовательный рост материалов с заметно различающейся оптимальной температурой роста, например InAlGaAs (550–570°C) на AlGaAs (710–720°C). При этом быстрая динамика изменения температуры подложки также не может быть зафиксирована термопарой. Это приводит к фактическому отсутствию контроля реальной температуры растущей поверхности в динамике эпитаксиального роста.

Одним из наиболее распространенных методов дополнительного контроля температуры подложки является использование оптической пирометрии [2–4]. В отличие от термопары пирометр наряду с общепринятой в МЛЭ дифракцией быстрых электронов на отражение (ДБЭ) позволяет получать *in situ* информацию о состоянии растущей поверхности. Выпускаемые промышленностью пирометры калибруются на излучение абсолютно черного тела (АЧТ), поэтому измеряют так называемую радиационную температуру, которая существенно отличается от истинной температуры объекта, так как обычно неизвестно точное значение его излучательной способности. Значение коэффициента излучения подложки GaAs определяется, как правило, в дополнительных экспериментах, например по привязке к температуре слона окисла, которая регистрируется визуально по изменению картины ДБЭ. Комбинация пирометра с ДБЭ позволяет обеспечить необходимую степень точности измерения температуры подложки.

Особенностью разработанного устройства для прецизионного контроля температуры поверхности GaAs подложки является возможность его калибровки по реперным температурам непосредственно в процессе технологического роста полупроводниковых соединений в системе InAlGaAs/GaAs методом МЛЭ. Это позволяет определить излучательную способность подложки и рассчитать ее истинную температуру по измеренному излучению.

## Основные технические характеристики разработанного устройства

Диапазон измеряемой температуры 450–850°C; расчетная точность измерения температуры в диапазоне 500–600°C не хуже  $\pm 3^\circ\text{C}$ , в диапазоне 600–850°C не хуже  $\pm 2^\circ\text{C}$ ; количество измерительных фотоприемников — 1; оптическая схема рассчитана на измерение температуры подложки, находящейся на расстоянии  $65 \pm 2$  см от внешней поверхности пирометрического окна; диаметр области на подложке, на которой измеряется температура, — 2–3 мм; система имеет возможность настройки фотоприемника в точку измерения образца с помощью юстировочного устройства и окуляра с перекрестием; устройство предусматривает его калибровку на заданную температуру, определяемую пользователем, что позволяет проводить измерения истинной температуры объекта с учетом его излучательной способности и пропускания оптических элементов установки; частота отсчетов значений температуры и представления данных — не менее двух раз в секунду; представление результатов измерений — значения истинной температуры поверхности (в градусах Цельсия) выводятся на шестиразрядный светодиодный индикатор, а также могут передаваться в компьютер.

В настоящей работе рассмотрены принцип действия, конструкция прибора, а также приведены результаты его использования на установке молекулярно-пучковой эпитаксии ЭП1203.

## Особенности измерения температуры GaAs подложки в процессе роста на установке молекулярно-лучевой эпитаксии

Радиационные методы измерения температуры основаны на измерении интенсивности излучения тела в узком спектральном интервале, в котором его излучательная способность остается постоянной в диапазоне измеряемых температур. Такой подход позволяет для вычисления истинной температуры использовать закон излучения абсолютно черного тела (АЧТ) — закон Планка [5], устанавливающий связь спектрального распределения энергетической яркости излучения с температурой нагретого тела. С учетом излучательной

способности реальных тел имеем

$$R_{\lambda,T}^0 = \varepsilon(\lambda, T) \frac{c_1}{\lambda^5} \frac{1}{\exp(c_2/\lambda T) - 1}, \quad (1)$$

где  $c_1$  и  $c_2$  — константы излучения;  $T$  — истинная температура тела;  $\varepsilon(\lambda, T)$  — коэффициент излучения реального тела.

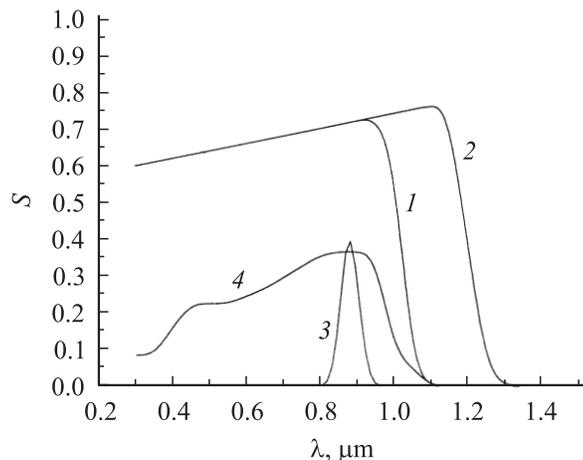
Значения  $\varepsilon(\lambda, T)$  реальных тел известны приближенно и зависят не только от состава материала, но и от качества обработки его поверхности. Именно поэтому в пирометрии определяется не истинная температура тела, а так называемая яркостная температура, соответствующая температуре АЧТ, излучающего на заданной длине волны с энергетической яркостью, равной энергетической яркости реального объекта (в формуле (1) значение  $\varepsilon(\lambda, T)$  полагается равным 1). Очевидно, что яркостная температура оказывается меньше реальной. Величина поправки измерения  $\Delta T$  оценивается выражением

$$\Delta T \approx T^2 \frac{\lambda \ln(\varepsilon)}{c_2}. \quad (2)$$

Видно, что для введения поправки необходимо экспериментально определить  $\varepsilon(\lambda, T)$ .

В установке МЛЭ температура подложки GaAs регулируется изменением тока нагревательного элемента, установленного непосредственно за подложкой, температура которого, как правило, на 200–250°C выше, чем температура измеряемой поверхности подложки (рассматривается вариант „безиндиевого“ держателя подложки, когда задняя ее сторона экспонируется напрямую на нагревательный элемент). Расчеты по формуле (1) показывают, что в заданном температурном диапазоне 450–850°C спектральная плотность излучения нагревателя будет на 2–3 порядка превышать спектральную плотность мощности излучения подложки.

Существенно ослабить проходящее излучение нагревателя позволяет проведение измерений в спектральном интервале, в котором это излучение максимально ослабляется самим образцом. На рис. 1 представлены взятые из работы [4] спектры поглощения арсенида галлия при двух значениях температуры (кривая 1,  $T = 400^\circ\text{C}$ ; кривая 2,  $T = 700^\circ\text{C}$ ), из которых видно, что они имеют резкую границу, которая смещается при увеличении температуры в длинноволновую область. Экспериментальные исследования поглощения подложек толщиной 350–400  $\mu\text{m}$ , используемых в технологическом процессе для выращивания гетероструктур, показали, что на длине волны 0.63  $\mu\text{m}$  их коэффициент пропускания составляет величину порядка  $10^{-5}$  и можно ожидать, что он будет уменьшаться по мере увеличения длины волны вплоть до 1  $\mu\text{m}$ . С учетом этого факта интенсивность измеряемого излучения поверхности подложки GaAs превысит интенсивность проходящего излучения нагревателя не менее чем в 250 раз при температуре 450°C и не менее чем в  $10^3$  раз при температуре 850°C. Таким образом, для рассматриваемого температурного



**Рис. 1.** Спектральные зависимости поглощения GaAs (1 — 400, 2 — 700°C), пропускания интерференционного фильтра (3) и чувствительности фотоприемника (4).

диапазона в спектральной области до 1  $\mu\text{m}$  GaAs подложка, с одной стороны, оказывается непрозрачной для излучения нагревателя, а с другой стороны (по данным работы [4]), имеет практически постоянное значение коэффициента излучательной способности  $\epsilon(\lambda, T)$ .

С учетом вышеизложенного для измерений были выбраны узкополосный интерференционный фильтр на длину волны 0.88  $\mu\text{m}$  (полуширина спектра пропускания 50 nm; кривая 3 на рис. 1), обеспечивающий пропускание еще достаточно сильной спектральной составляющей интенсивности теплового излучения, и кремниевый фотодиод со спектральной характеристикой, имеющей максимум чувствительности в этой области (кривая 4 на рис. 1).

Серьезной практической проблемой, связанной с определением температуры подложки по ее излучению, является изменение коэффициента пропускания окна установки, через которое ведется наблюдение, вследствие постепенного запыления окна ростовыми материалами. Устранить его влияние на измеряемую температуру позволяет процедура периодической привязки (калибровки) показаний измерительного устройства к некоторой фиксированной температуре. В качестве такой „реперной“ точки была выбрана температура сгона окисла арсенида галлия, которая в условиях МЛЭ хорошо известна и составляет 580°C. Поверхность GaAs должна быть при этом правильно приготовлена (иметь тонкий плотный окисел), а нагрев подложки должен осуществляться со скоростью не более 10°C/min, так как температура сгона регистрируется визуально по изменению картины ДБЭ [6].

В качестве дополнительной точки, позволяющей производить уточнение калибровки непосредственно в ходе роста тестовой структуры, может быть выбрана граница на фазовой диаграмме поверхности AlAs в статических условиях. Согласно данным работы [7], фазовый переход от реконструкции поверхности 3  $\times$  2 к 5  $\times$  2, наблюдаемый с помощью ДБЭ при плавном нагреве подложки,

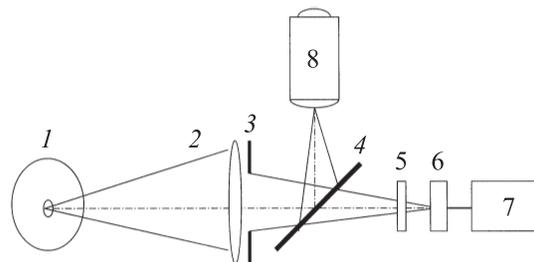
в рабочем интервале потоков мышьяка происходит при неизменной температуре  $\sim 700^\circ\text{C}$ .

## Конструкция устройства

Прибор состоит из оптического блока, в котором излучение GaAs подложки преобразуется в электрический сигнал, и блока обработки сигнала, соединенных между собой кабелем. Конструкция оптического блока предусматривает его закрепление на фланец ДУ40CF пирометрического окна установки ЭП1203. Схема оптического блока прибора приведена на рис. 2. Линза с фокусным расстоянием 183.5 mm, диаметром 45 mm формирует в плоскости фотоприемника изображение участка GaAs подложки с двукратным уменьшением. Входная диафрагма позволяет плавно уменьшать интенсивность падающего на фотоприемник излучения до 50 раз. Фокусировка изображения обеспечивается возможностью перемещения линзы и диафрагмы относительно фотоприемника от  $-15$  до  $+26$  mm. С помощью двухкоординатной подвижки фотоприемник может перемещаться на  $\pm 8$  mm влево-вправо и вверх-вниз, обеспечивая таким образом возможность фокусировки на различные участки пластины. Окуляр служит для удобства визуального прицеливания и юстировки измерительного фотоприемника.

Электронная схема фотоприемника формирует электрический сигнал, пропорциональный освещенности фотодетектора, а также осуществляет его предварительную обработку, суть которой сводится к преобразованию аналогового сигнала в импульсный, модулированный по длительности.

Блок обработки осуществляет вычисления значений температуры по поступающему от фотоприемника сигналу, индикацию данных и передачу их в компьютер. На передней панели блока расположен шестиразрядный светодиодный индикатор для отображения температуры (в градусах Цельсия) и необходимой служебной информации. Схема измерения длительности импульсов выполнена на программируемой логической матрице. Вычисление истинных значений температуры, расчет калибровочных коэффициентов и программирование режимов работы (например, точность вычислений тем-



**Рис. 2.** Схема оптической части прибора: 1 — объект, 2 — линза, 3 — диафрагма, 4 — полупрозрачное зеркало, 5 — интерференционный фильтр, 6 — фотодиод, 7 — схема обработки сигнала, 8 — окуляр.

пературы, определяемая числом знаков после запятой) осуществляются микропроцессором.

Интерфейс связи с компьютером обеспечивает передачу данных в стандарте RS232. Информация передается с той точностью, с которой она отображается на индикаторе. К устройству прилагается программа вывода графика зависимости температуры от номера отсчета (времени) и индикации текущего значения температуры на экране монитора.

## Порядок расчета истинной температуры и калибровка прибора

Для выбранной спектральной линии  $\lambda = 0.88 \mu\text{m}$  и заданного диапазона изменения температуры выполняется условие  $\lambda T < 3000 \mu\text{m} \cdot \text{K}$ , при котором можно воспользоваться приближением формулы Планка (1), известным как закон Вина [5] для спектрального распределения плотности энергетической яркости тела с учетом его излучательной способности,

$$R_{\lambda,T} = \varepsilon(\lambda, T) \frac{c_1}{\lambda^5} \exp\left(-\frac{c_2}{\lambda T}\right). \quad (3)$$

Из (3) вытекает теоретическая зависимость для определения температуры тела по его энергетической яркости

$$1/T = -\frac{\lambda}{c_2} \ln \frac{R_{\lambda,T} \lambda^5}{c_1 \varepsilon(\lambda, T)}. \quad (4)$$

В выражении (4) неизвестны точное значение излучательной способности подложки  $\varepsilon(\lambda, T)$  и коэффициент пропорциональности между истинным значением энергетической яркости спектральной линии объекта и измеряемой величиной. Процедура калибровки позволяет исключить необходимость измерения неизвестных величин и получить окончательное выражение для расчета температуры образца.

Для регистрации энергетической яркости спектральной линии объекта используется кремниевый фотодиод, выходной ток которого связан с искомой величиной  $R_{\lambda,T}$  соотношением

$$I(T) = k R_{\lambda,T}, \quad (5)$$

где  $k$  — коэффициент пропорциональности, учитывающий характеристики оптической схемы устройства и коэффициенты преобразования электронной части.

Подстановка (5) в (4) дает выражение для расчета температуры подложки

$$1/T = -\frac{\lambda}{c_2} \left[ \ln \left( \frac{\lambda^5}{c_1 \varepsilon(\lambda, T) k} \right) + \ln(I(T)) \right]. \quad (6)$$

Первое слагаемое в квадратных скобках является величиной, определяемой при калибровке. Оно учитывает оптические свойства поверхности объекта ( $\varepsilon(\lambda, T)$ ) и величину  $k$ . Процесс калибровки заключается в определении значения  $I_0$ , соответствующего некоторой известной

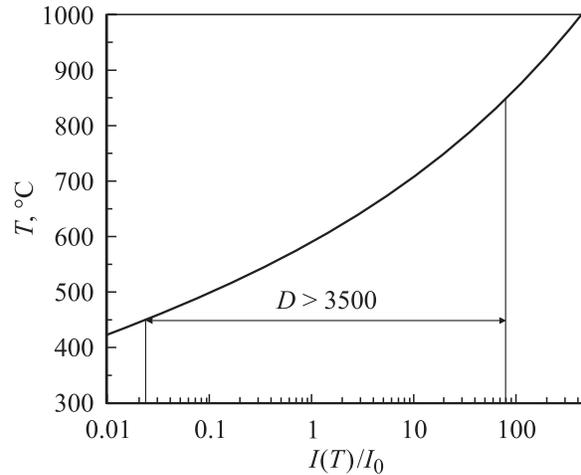


Рис. 3. Зависимость температуры от относительной величины сигнала фотодиода.

температуре  $T_0$

$$\ln \left( \frac{\lambda^5}{c_1 \varepsilon(\lambda, T_0) k} \right) = -\frac{c_2}{\lambda T_0} - \ln(I_0) = -A(T_0) - \ln(I_0), \quad (7)$$

где  $A(T_0)$  — постоянная, зависящая от температуры калибровки.

Окончательная формула для расчета истинной температуры объекта, связывающая ток фотоприемника с температурой подложки, имеет вид

$$\begin{aligned} 1/T &= \frac{\lambda}{c_2} \left[ A(T_0) - \ln(I(T)) + \ln(I_0) \right] \\ &= \frac{\lambda}{c_2} \left[ A(T_0) - \ln \left( \frac{I(T)}{I_0} \right) \right], \end{aligned} \quad (8)$$

где  $I(T)$  — результат текущих измерений.

На рис. 3 представлена зависимость отношения токов фотодиода, соответствующих измеряемой и калибровочной температурам, от измеряемой температуры, построенная в соответствии с выражением (8) для  $\lambda = 0.88 \mu\text{m}$ . Из графика вытекают требования к динамическому диапазону детектора излучения ( $D$ ), который должен регистрировать сигнал интенсивности теплового излучения подложки, изменяющийся более чем в 3500 раз при изменении ее температуры от 450 до 850°C.

## Заключение

Разработанное устройство пирометрического контроля температуры было испытано при изготовлении лазерных гетероструктур (ЛГС) на основе AlGaAs/GaAs с активной областью  $\text{In}_{0.1}\text{Ga}_{0.9}\text{As}$  методом МЛЭ [8]. Благодаря оптимизации технологии роста и профиля легирования, а также активному использованию разработанного устройства выращенные ЛГС продемонстрировали низкий порог лазерной генерации ( $J_{\text{th}}^0 = 70 \text{ A/cm}^2$ ),

высокий внутренний квантовый выход ( $\eta_{\text{int}} = 98\%$ ) и низкие оптические потери ( $\alpha_{\text{int}} = 1.5 \text{ cm}^{-1}$ ). На основе таких ЛГС изготовлены мощные (1 W) лазерные диоды с длиной волны генерации 945 nm для накачки твердотельных лазеров на основе ионов  $\text{Yb}^{3+}$ , имеющие высокую дифференциальную квантовую эффективность ( $\eta > 65\%$ ), низкую плотность порогового тока ( $J_{\text{th}} = 100 \text{ A/cm}^2$ ) и время жизни более 10 000 h. Использование устройства пирометрического контроля позволило в контрольной серии из трех ЛГС, выращенных подряд, получить разброс длины волны генерации лазерных диодов на уровне  $\pm 2 \text{ nm}$  от структуры к структуре. Это свидетельствует о высокой воспроизводимости показаний прибора в пределах ростовой серии. Температура роста In-содержащей активной области выбиралась в начале диапазона, где уже заметной становится десорбция индия с поверхности. Соответственно, заметное ( $> 3^\circ\text{C}$ ) изменение ростовой температуры приведет к изменению состава активной области и, как следствие, длины волны генерации.

Основным достоинством и отличительной способностью разработанного устройства пирометрического контроля является то, что прибор учитывает характерные особенности конкретного полупроводникового материала — арсенида галлия и позволяет *in situ* измерять истинную температуру поверхности в широком диапазоне (450–850°C), с высокой точностью, обеспечиваемой привязкой к реальной температуре, фиксируемой по ДБЭ. Устройство, таким образом, выгодно отличается от существующих аналогов и может широко использоваться в МЛЭ соединениях на основе AlGaAs/GaAs. Кроме того, принципы, на основе которых разработано устройство, могут использоваться для адаптации прибора к любому другому материалу подложки, с учетом его излучательных характеристик.

## Список литературы

- [1] Chaly V.P., Demidov D.M., Fokin G.A. et al. // J. Crystal Growth. 1995. Vol. 150. P. 1350–1353.
- [2] Strite S., Kamp M., Meier H.P. // J. Vac. Sci. Technol. B. 1995. Vol. 13 (2). P. 290–292.
- [3] Boebel F.G., Moller H., Hertel B. et al. // J. Crystal Growth. 1995. Vol. 150. P. 54–61.
- [4] Green S. // European Semiconductor. 2000. Vol. 22. N 1. P. S-35–S-37.
- [5] Вольф Борн. Основы оптики. М.: Наука, 1970. 856 с.
- [6] Cho A.Y., Tracy J.C. U.S. Patent 3969164.
- [7] Dabrian A.M., Cohen P.I. // J. of Crystal Growth. 1995. Vol. 150. P. 23–27.
- [8] Александров С.В., Алексеев А.Н., Демидов Д.М. и др. // Письма в ЖТФ. 2002. Т. 28. Вып. 16. С. 71–78.