

Pomiary in-situ jednorodności temperatury i ex-situ grubości osadzonej warstwy w systemie epitaksjalnym AIXTRON CCS 3 x 2''

Streszczenie. W pracy przedstawiono sposób kalibracji temperatury procesu epitaksji w systemie AIXTRON CCS 3x2''. Kalibrowany system pirometryczny umożliwia monitorowanie in-situ temperatury podłoża na 5'' grafitowej podstawie, w zakresie temperatur od 400 °C do 1300 °C z dokładnością do 2 °C. Również przedstawiono stanowisko i metodę pomiarową z wykorzystaniem interferencji do określania grubości wytworzonej warstwy. Jako źródło światła wykorzystano ciało doskonale czarne rozgrzane do temperatury 1060 °C i heterostrukturę AlGaIn/GaN/Al₂O₃. Pomiar grubości warstwy zostały wykonane ex-situ, lecz z powodzeniem mogą zostać wykonane in-situ.

Abstract. The paper presents the method of temperature calibration of the epitaxy process in the AIXTRON CCS 3x2'' system. The pyrometric system calibrated allows to monitor in-situ the temperature of the substrate on a 5'' graphite base, within the temperature range from 400 °C to 1300 °C with an accuracy of 2 °C. Also the stand and the measurement method with the use of interference to determine the thickness of the created layer are presented. As a light source, a black body heated to 1060 °C and heterostructure AlGaIn/GaN/Al₂O₃ were used. Layer thickness measurements were taken ex-situ, but can be successfully done in-situ. **The method of temperature calibration of the epitaxy process in the AIXTRON CCS 3x2'' system**

Słowa kluczowe: in-situ, ex-situ, heterostruktura AlGaIn/GaN, A_{III}N
Keywords: in-situ, ex-situ, heterostructure AlGaIn/GaN, A_{III}N

Wstęp

Kontrola temperatury in-situ podczas procesu epitaksji z fazy gazowej z zastosowaniem związków metaloorganicznych (MOVPE) może dostarczyć informacje o warunkach wzrostu. Pomiary temperatury in-situ podstawy grafitowej są wykorzystywane do określania jednorodności temperaturowej, które są kluczowe dla powtarzalnego wytwarzania jednorodnych przyrządowych heterostruktur półprzewodnikowych. Pomiary temperatury można wykonać przy użyciu termopary, pirometru lub spektrofotometru. Klasycznie stosowane w reaktorach epitaksjalnych pomiary wykonane z wykorzystaniem termopary są obciążone dużym błędem ze względu na umiejscowienie termopary i konstrukcję reaktora. Inną metodą jest pomiar temperatury z użyciem pirometrów np. monochromatycznych. Niestety pomiary takie są obciążone dużym błędem ze względu na zmianę emisyjności podłoża oraz zmiany transmisyjności w osłódki. Wpływ wymienionych czynników można wyeliminować wykorzystując pirometrię wielobarwną, która sprowadza się do analizy spektrum promieniowania podstawy grafitowej. Uzyskiwanie jednorodnych warstw półprzewodnikowych wytwarzanych na potrzeby przyrządów elektronicznych takich jak np. lateralne tranzystory AlGaIn/GaN HEMT lub tranzystory wertykalne AlGaIn/GaN VHEMT wymaga dokładnej kontroli temperatury, która bezpośrednio wpływa na warunki wzrostu osadzonej warstwy. W przyrządach opartych na związkach A_{III}N osadzanych na sieciowo niedopasowanych podłożach (Si, SiC i Al₂O₃) wymagane jest osadzanie grubych i jednorodnych warstw buforowych w celu wyeliminowania wpływu warstw przewodzących krystalizujących na heteroepitaksjalnym podłożu oraz poprawy jakości krystalograficznej rosnącej wielowarstwy. Wykorzystując promieniowanie podstawy grafitowej rozgrzanej do temperatury około 1000 °C przechodzącej przez osadzaną heterostrukturę, można oceniać grubość rosnącej warstwy na podstawie kolejnych interferencji i współczynnika załamania światła materiału.

W pracy przedstawiono sposób kalibracji temperatury stanowiska pomiarowego przeznaczonych do pomiarów pirometrycznych trzech stref grzejnych reaktora AIXTRON CCS 3 x 2''. Obliczono gradient temperatury na

podłożu oraz różnice temperatur pomiędzy temperaturą podstawy grafitowej, a punktem przemiany fazowej Al/Si. Przeprowadzono pomiary ex-situ grubości osadzonej warstwy z wykorzystaniem promieniowania ciała doskonale czarnego, którym był piec kalibracyjny. Wyznaczono dokładność pomiarową oraz wpływ cienkiej warstwy AlGaIn (22 nm) osadzonej na warstwie GaN (2800 nm) na wynik pomiaru grubości warstwy.

Opis stanowisk pomiarowych Pomiary temperatury in-situ

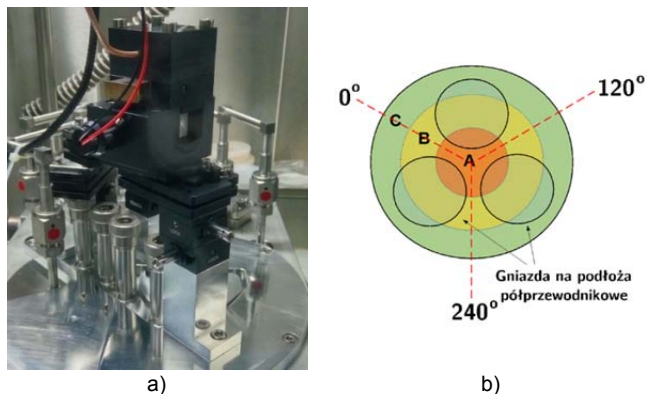
W badaniach stosowano reaktor epitaksjalny systemu MOVPE AIXTRON CSS 3 x 2'' wyposażony w cztery porty optyczne umożliwiające prowadzenie pomiarów optycznych w trzech strefach grzejnych podstawy grafitowej. Na podstawie o rozmiarze 5'' możliwe jest umieszczenie trzech podłoży o średnicy 2''. Poniżej podstawy grafitowej umieszczone są trzy niezależnie sterowane grzejniki wolframowe umożliwiające profilowanie temperatury na powierzchni podstawy grafitowej. W centralnym punkcie grzejnika umieszczona jest termopara kontrolująca temperaturę procesu. Należy zaznaczyć, że w czasie procesu podstawa grafitowa obraca się wraz z umieszczonymi na niej podłożami półprzewodnikowymi.

Stanowisko do pomiarów in-situ temperatury zostało wyposażone w pirometry dwubarwne firmy METIS M322 pracujące w zakresie temperatury od 300 do 3300 °C z dokładnością 0,5 %. Urządzenia zostały wyposażone w światłowody kwarcowe wraz z układem optycznym. Justowanie układu optycznego odbywa się za pomocą precyzyjnych manipulatorów. Pirometry zajmują trzy porty, natomiast czwarty port wykorzystywany jest do pomiarów reflektometrycznych (pomiar szybkości wzrostu warstwy). Na rysunku 1 a) przedstawiono zdjęcie stanowiska wraz z uchwytami optyki od pirometrów, na rysunku 1 b) podstawę grafitową z zaznaczonym trójstrefowym grzejnikiem wolframowym.

Pomiary ex-situ grubości osadzanych warstw

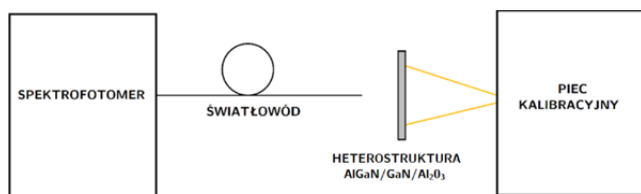
W pracy autorzy prezentują koncepcję i wyniki pomiarów grubości osadzanych warstw metodą transmisyjną z wykorzystaniem promieniowania ciała doskonale czarnego, którym jest piec kalibracyjny firmy

INSTRON CL1192B. Warunki panujące podczas zaprezentowanej metodzie pomiarowej, zbliżone są do



warunków panujących podczas procesu epitaksji MOVPE. Rys. 1 Reaktor systemu MOVPE AIXTRON CCS 3x2'' z zaprojektowanym układem justowania optyki pirometrów a) oraz podstawa grafitowa z zaznaczonymi strefami grzejnymi A, B, C oraz gniazdami, w których umieszcza się trzy 2'' podłoża b)

W trakcie eksperymentu analizowano spektrum promieniowania ciała doskonale czarnego przechodzącego przez heterostrukturę AlGaIn/GaN na podłożu szafirowym. W badanej strukturze, na skutek różnic współczynnika załamania światła poszczególnych warstw, obserwowana jest interferencja konstruktywna dla długości fali spełniających warunek Bragga. Wykorzystując wynik pomiarów spektralnych można określić długości fali, dla których następuje interferencja konstruktywna i destruktywna. Na podstawie uzyskanych wyników, można obliczyć grubość osadzonej warstwy. Pomiarów spektralnych wykonano z wykorzystaniem spektrofotometru MicroHR z kamerą CCD. Na rysunku 2 przedstawiono stanowisko pomiarowe.



Rys. 2 Stanowisko do pomiarów ex-situ grubości warstwy

Opis eksperymentów oraz wyników

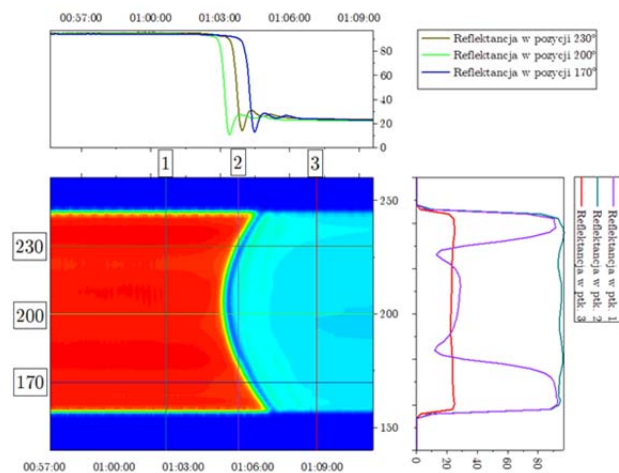
Pomiary in-situ temperatury

Kalibracje pirometrów dwubarwnych wykonano z wykorzystaniem zmiany fazy Al/Si, która zachodzi w temperaturze 577 °C [1]. Wykorzystana metoda jest metodą pozwalającą na bardzo dokładne określenie temperatury z dokładnością do 1 °C. Warstwę glinu o grubości 100 nm osadzono techniką PVD na 2'' podłożu krzemowym o orientacji (111). Następnie podłoże z warstwą Al wygrzano w reaktorze AIXTRON 3 x 2'' ze stałym narostem temperatury (3 °C/min) w zakresie od 400 °C do 600 °C. Pomiarów in-situ wykonano przy pomocy reflektometru pracującego na długości fali 635 nm. Reflektancja warstwy glinu w temperaturze pokojowej wynosi ~90 % dla długości fali 635 nm [2], natomiast krzemu ~30 % [3]. Proces wygrzewania rejestrowano w zakresie temperatur 400 – 600 °C. Na rysunku 3 przedstawiono reflektancje dla jednego podłoża w funkcji czasu i profile zmian reflektancji przed i po przejściu przez punkt eutektyki.

Na podstawie uzyskanej mapy reflektancji określono gradient temperatury pomiędzy skrajnym zewnętrznym, a centralnym punktem na podłożu, który wynosi 8,5 °C. Na rysunku 4 przedstawiono zarejestrowane wyniki pomiarów in-situ temperatury termopary, temperatury na powierzchni podstawy grafitowej oraz reflektancji w funkcji czasu. Temperatura podstawy grafitowej została obliczona z wykorzystaniem równania (1).

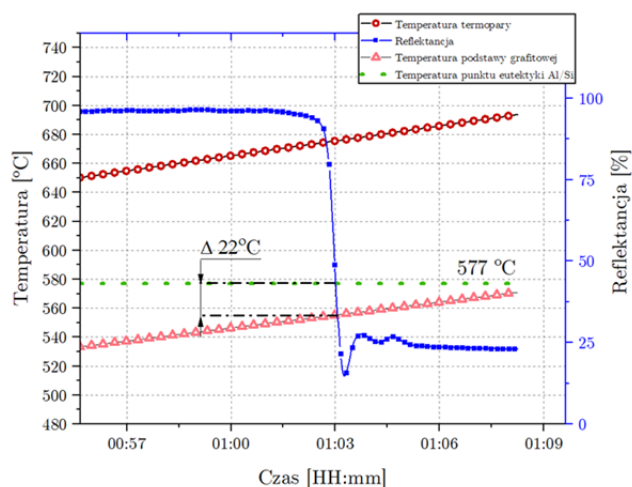
$$(1) \quad t_{\text{podstawy grafitowej}} = \frac{t_{\text{termopary}} - 35,06}{1,1535} \text{ [}^\circ\text{C]}$$

Współczynniki funkcji liniowej zostały wyznaczone podczas wcześniejszego procesu kalibracyjnego oraz temperatury odczytanej z termopary znajdującej się poniżej centralnego punktu podstawy grafitowej.



Rys. 3. Charakterystyka zależności zmiany reflektancji w funkcji czasu wraz z pomiarem reflektancji dla różnych miejsc na podłożu oraz zmian reflektancji przed, w trakcie i po przejściu przez punkt eutektyki

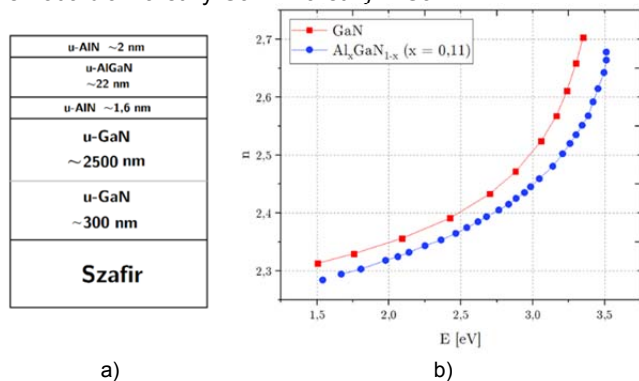
Wartość reflektancji pokazana na rysunku 4 jest wartością odpowiadającą środkowej pozycji na podłożu 2'' struktury Al/Si. Na podstawie uzyskanych wyników wyznaczono różnice temperatur między obliczoną temperaturą na powierzchni podstawy grafitowej (555 °C), a punktem eutektyki (577 °C), która wynosiła 22 °C. Uzyskana różnica temperatur wynika z długoczasowego zużycia stref grzejnych.



Rys. 4. Zarejestrowane in-situ wartości reflektancji i temperatury w funkcji czasu

Pomiary grubości warstwy

Do pomiarów grubości heterostruktur AlGaIn/GaN wykorzystano promieniowanie pieca kalibracyjnego nagrzanego do 1060 °C. Heterostruktura AlGaIn/GaN została wykonana na 2" podłożu szafirowym o orientacji typu C metodą epitaksji z fazy gazowej z wykorzystaniem związków metaloorganicznych (MOVPE). Na rysunku 5 a) przedstawiono skład badanej heterostruktury oraz współczynnik załamania światła w temperaturze pokojowej (rys. 5 b) obliczone na podstawie danych literaturowych [4, 5]. Heterostruktura składa się z następujących warstw u-AlIn (2nm), u-AlGaIn (22 nm), u-AlIn (1,6 nm), u-GaN (2500 nm), u-GaN (300 nm). Schematyczny układ osadzonych warstw przedstawiono na rysunku 5 a). Na rysunku 5 b) przedstawiono współczynniki załamania światła dla warstwy GaN i warstwy AlGaIn.



Rys. 5. Budowa badanej heterostruktury a) współczynnik załamania światła dla niedomieszkowanej warstwy GaN i warstwy AlGaIn b)

Grubość heterostruktury wytworzonej na podłożu szafirowym została wyznaczona dla AlGaIn(22 nm)/GaN(2800 nm) poprzez określenie względnego współczynnika załamania światła dla kolejnych zachodzących interferencji. Na rysunku 6 przedstawiono pomiar widma promieniowania ciała doskonale czarnego z zachodzącymi interferencjami. Grubość warstwy została wyznaczona na podstawie równania (2) [4, 6].

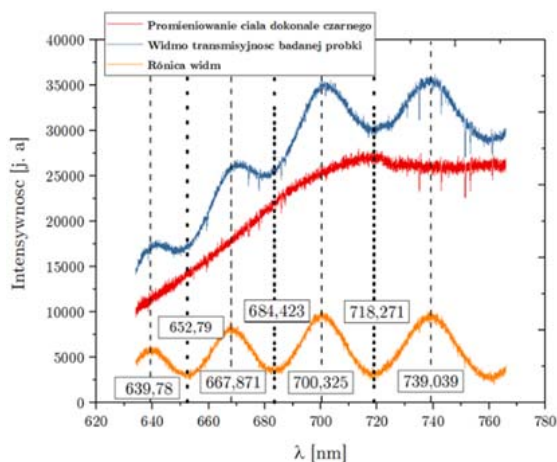
$$(2) \quad d = \frac{\lambda_1 \cdot \lambda_2}{4 \cdot (n_{eff} \cdot \lambda_1) \cdot (n_{1eff} \cdot \lambda_2)}$$

gdzie: λ – długość fali interferencji konstruktywnej i destruktywnej, n_{eff} – efektywny współczynnik załamania światła dla $\frac{GaN+AlGaIn}{2}$.

Współczynnik załamania światła został określony z uwzględnieniem i bez uwzględnienia warstwy AlGaIn, a następnie obliczono grubość warstwy. Oszacowano błąd względny prezentowanej metody w stosunku do pomiarów z wykorzystaniem interferometru (sumaryczna grubość heterostruktury obliczona z wykorzystaniem interferometru wynosiła 2825,6 nm). Wyniki obliczeń zostały zamieszczone w tabeli 1.

Tabela. 1. Zestawienie wyników pomiarowych (Δx_W – błąd względny, d_{inter} – grubość warstwy z wykorzystaniem interferometru, $d_{spektro}$ – grubość warstwy wyznaczona na podstawie spektrum promieniowania ciała doskonale czarnego)

| Skład | Interferencje [nm] | | n_{1eff} | n_{2eff} | d [nm] | Δx_W (GaN/AlGaIn) [%] | Δx_W ($d_{inter}/d_{spektro}$) [%] |
|------------|--------------------|---------|------------|------------|--------|-------------------------------|--|
| GaN | 639,79 | 652,78 | 2,33038 | 2,32325 | 2997,6 | 2,18 | -5,75 |
| AlGaIn/GaN | | | 2,31584 | 2,3129 | 2932,2 | | |
| GaN | 667,87 | 684,423 | 2,2782 | 2,2737 | 2806,8 | 0,26 | 0,64 |
| AlGaIn/GaN | | | 2,32274 | 2,31919 | 2799,4 | | |
| GaN | 700,33 | 718,271 | 2,2691 | 2,2644 | 2856,2 | -0,89 | -1,09 |
| AlGaIn/GaN | | | 2,32975 | 2,32655 | 2882,1 | | |



Rys. 6. Widmo promieniowania ciała doskonale czarnego, widmo z interferencjami oraz różnica widm

Obliczone wyniki pomiarów grubości warstwy w nieznaczny sposób odbiegają od uzyskanych wyników z wykorzystaniem komercyjnego stanowiska do pomiarów grubości warstw. Obecność cienkiej warstwy AlGaIn wpływa w niewielkim stopniu na obliczone grubości warstwy. Różnice pomiędzy wyznaczonymi grubościami warstw mogą wynikać z niedokładnego wyznaczenia interferencji konstruktywnej i destruktywnej oraz występujących chropowatości na interfejsie.

Wnioski

Na podstawie pomiarów in-situ wyznaczono gradient temperatury na powierzchni podłoża półprzewodnikowego w stanowisku AIXTRON CCS 3x2". Zaprojektowane stanowisko do pomiarów pirometrycznych umożliwi krótko i długoczasową kontrolę in-situ temperatury procesu, kontrole jednorodnych osadzonych warstw epitaksjalnych oraz heterostruktur.

Zaprezentowano nową metodę pomiarową pozwalającą na określanie grubości osadzonych warstw. Najistotniejszym parametrem, który należy wyznaczyć jest dokładna wartość maksimum i minimum interferencji. Na pomiar grubości w pomijalny sposób wpływała obecność cienkiej warstwy o innym współczynniku załamania światła (błąd ten wynosił około 2%). Porównując przedstawioną metodę z pomiarem wykonanym przy pomocy interferometru, gdzie błąd względny wynosił około 4%, można stwierdzić, że zaproponowana metoda pozwala na zwiększenie dokładności pomiaru. Przedstawiona metoda pomiarowa można zostać wykorzystana do wyznaczania grubości warstw epitaksjalnych o od pojedynczych do dziesiątek mikrometrów.

Podziękowania

Praca była współfinansowana w ramach projektu Narodowego Centrum Badań i Rozwoju TECHMATSTRATEG nr 1/346922/4/NCBR/2017, projektu Narodowego Centrum Nauki nr DEC-2015/19/B/ST7/02494, badań statutowych Politechniki Wrocławskiej oraz słowacko-polskiego programu współpracy międzynarodowej.

Jej powstanie było możliwe dzięki wskaźnikom produktu i wskaźnikom rezultatu osiągniętym w ramach projektów współfinansowanych przez Unię Europejską w ramach Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego, poprzez dotację z Innowacyjnej Gospodarki (POIG.01.01.02-00-00-008/08-05) oraz w ramach projektu Narodowego Centrum Badań i Rozwoju w ramach Programu Badań Stosowanych nr 178782 oraz LIDER nr 027/533/L-5/13/NCBR/2014. Badań Stosowanych nr 178782 oraz LIDER nr 027/533/L-5/13/NCBR/2014.

Autorzy: mgr inż. Piotr Pokryszka, dr inż. Mateusz Wośko, prof. dr hab. inż. Regina Paszkiewicz, Wydziałowy Zakład Mikroelektroniki i Nanotechnologii, Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki, Politechnika Wroclawska, ul. Wybrzeże Wyspiańskiego 27, 50-370 Wrocław, Polska, email: piotr.pokryszka@pwr.edu.pl

LITERATURA

- [1] T. Schenk, J. Zilian, B. Henninger, and M. Binetti, "(12) United States Patent," vol. 2, no. 12, 2013.
- [2] A. D. Rakic, "Algorithm for the determination of intrinsic optical constants of metal films: Application to aluminum", *Applied Optics*, vol. 34, pp. 4755–4767, 08 1995.
- [3] D. E. Aspnes and 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," *Phys. Rev. B*, vol. 27, pp. 985–1009, Jan 1983.
- [4] A. You, M. A. Y. Be, and I. In, "Refractive index study of grown on sapphire substrates films," vol. 2980, no. August, 2003.
- [5] N. A. Sanford, "Refractive index study of Al_xGa_{1-x}N films grown on sapphire substrates", *JOURNAL OF APPLIED PHYSICS* vol. 94, no. 5, pp. 2980–2991, 2003.
- [6] C. Li, X. Bao, J. Xu, Y. Zhang, X. Li, C. Li, X. Bao, J. Xu, Y. Zhang, and X. Li, "Optical characterization of GaN/AlGaN bilayer by transmission and reflection spectra", *JOURNAL OF APPLIED PHYSICS*, vol. 063104, no. 2010, 2013.