

ЛАЗЕРНАЯ ТЕРМОМЕТРИЯ ПЛАЗМЫ, ГАЗОВ И КОНДЕНСИРОВАННЫХ СРЕД

часть 2*

А.Магунов, д.ф.-м.н.,
НИИ перспективных материалов и технологий МГИЭМ,
almag@mail.ru

Не только в научных и технологических исследованиях, но даже в рутинном технологическом контроле распространены методы лазерной термометрии. В этой части обзора внимание уделено измерению температуры кристаллов и стекол в условиях плазменной, электронно- и ионно-лучевой обработки материалов.

ЛАЗЕРНАЯ ТЕРМОМЕТРИЯ ТВЕРДЫХ ТЕЛ

В 1980-е годы началась разработка методов лазерной термометрии твердых тел (ЛТТТ). ЛТТТ опирается на методы и модели оптики и спектроскопии полупроводников, диэлектриков и металлов. Сейчас ЛТТТ – сложившееся направление [27], его быстрое развитие связано с ростом требований к диагностике в микро- и нанотехнологии. Температура является критическим параметром многих технологических операций. Известно более 10 методов ЛТТТ, из них половина широко применяется в исследованиях, в технологическом контроле, температурной диагностике интегральных микросхем и полупроводниковых лазеров. Опубликовано около 500 статей, более десятка обзоров. По производительности, помехозащищенности и точности температурных измерений достигнут уровень, характерный для оптических методов диагностики.

Широкое развитие методы ЛТТТ получили почти через 30 лет после создания лазеров, хотя первые работы появились уже в конце 1960-х годов. Специалисты в области микротехнологий долго сохраняли уверенность в том, что традиционными методами термометрии можно изме-

рять температуру кристаллов и стекол в условиях плазменной, электронно- и ионно-пучковой обработки материалов. Однако с помощью термопар и пирометров не удалось ни провести систематические исследования, ни обеспечить технологический контроль таких процессов, как вакуумное нанесение тонких пленок, ионная имплантация полупроводников, плазмохимическое травление структур и осаждение пленок. Приклеивать термопары к каждому образцу невозможно в технологическом контроле, поскольку количество подложек, обрабатываемых за день (например, в установке плазмохимического травления) достигает 300–1000. Пирометр обычно регистрирует излучение не кристалла, а плазмы и нагретых элементов реактора.

После длительных и безуспешных попыток адаптировать традиционные методы термометрии твердых тел к задачам микротехнологии наступил этап разработки новых специализированных методов, при этом трудность их создания компенсировалась удобством проведения измерений. Решение проблемы термометрии подложек, микроприборов и наночастиц было достигнуто после создания нескольких методов активной оптической термометрии твердых тел. По масштабам применения в настоящее время методы ЛТТТ все еще

уступают лазерной термометрии газов и плазмы.

ЛАЗЕРНАЯ ИНТЕРФЕРЕНЦИОННАЯ ТЕРМОМЕТРИЯ (ЛИТ)

Метод ЛИТ наиболее чувствительный и наиболее простой из всех методов ЛТТТ. Предложен в 1960-е годы для термометрии стеклянных подложек с помощью лазера видимого диапазона [28]. Из-за кажущейся сложности (по сравнению с традиционными методами) его не использовали, и он был забыт. Но в 1990 году он был заново разработан одновременно несколькими группами для термометрии кристаллов Si и GaAs с помощью лазеров ИК-диапазона. И сегодня автоматизирован и широко распространен в регистрации и обработке интерферограмм при измерении температуры кристаллов (Si, GaAs, InP, LiNbO₃) и стекол [29, 30]. Для зондирования применяются He-Ne-лазеры, а также полупроводниковые лазерные диоды. Адаптация метода для термометрии SiC, GaP, AlN и других перспективных материалов не представляет трудностей. На рис.1 показан лазерный интерференционный термометр, включающий He-Ne-лазер ЛГН-118-3В, стандартные оптические элементы и фотоприемник ФД-7Г.

Метод ЛИТ основан на том, что прозрачная или полупрозрачная плоскопараллельная

* Часть 1 см.: Фотоника, 2010, №3.

пластинка является для зондирующего светового пучка эталоном Фабри-Перо, оптическая толщина (nh) которого изменяется с температурой (здесь n – показатель преломления, h – геометрическая толщина). В выражение для коэффициентов отражения и пропускания монохроматического света пластинкой оптическая толщина входит в виде аргумента тригонометрической функции $\cos(2nkh)$, где $k = 2\pi/\lambda$ – волновое число, λ – длина волны зондирующего света. При монотонном изменении температуры подложки во времени наблюдаются периодические

осцилляции интенсивности отраженного и проходящего света, т.е. сдвиг полос интерферограммы (см. рис.1). Амплитуда осцилляций при нагревании уменьшается из-за поглощения света в кристалле. При работе на фиксированной длине волны измерять можно только нестационарную температуру. Обработка интерферограммы позволяет найти зависимость температуры кристалла от времени после начала нагрева или остывания (рис.2), если известны температурные зависимости показателя преломления $n=f(T)$ и толщины $h=f(T)$.

Температурная чувствительность ЛИТ примерно на два порядка выше, чем чувствительность термопар и термометров сопротивления. При изменении температуры монокристалла Si толщиной 0,5 мм на 1К интенсивность отраженного света ($\lambda = 1,15$ мкм) изменяется в среднем по периоду на 80% (чувствительность в пределах периода осциллирует с удвоенной частотой и изменяется от нуля в интерференционных экстремумах до максимума в точках перегиба кривой). При зондировании кристалла GaAs чувствительность оказывается еще выше. Методом ЛИТ исследованы температурные режимы полупроводниковых кристаллов и стекол в плазмохимических реакторах, кинетика и механизмы нагрева, включая каталитическое тепловыделение и тепловые эффекты плазмохимических реакций на поверхности [31].

Основные препятствия к применению метода ЛИТ связаны с существенными отклонениями пластины от плоскопараллельности, шероховатостью ее поверхностей или изменением толщины во времени (например, при травлении).

СДВИГ КРАЯ ПОГЛОЩЕНИЯ КРИСТАЛЛА

Метод предложен в 1980-е годы, а широко применяется только со следующего десятилетия. Измерение температуры проводят как на фиксированной длине волны (по пропусканию света в области края поглощения), так и путем регистрации всего края поглощения (в этом случае облучение проводят перестраиваемым лазером или лампой с непрерывным спектром). В основе метода лежит изменение поглощения света веществом в области межзонных переходов при изменении температуры. Для большинства кристаллов край межзонного поглощения сдвигается при нагревании в длинноволновую область. При зондировании монохроматическим излучением коэффициент пропускания уменьшается с температурой [32]. Для монокристалла Si (ширина запрещенной

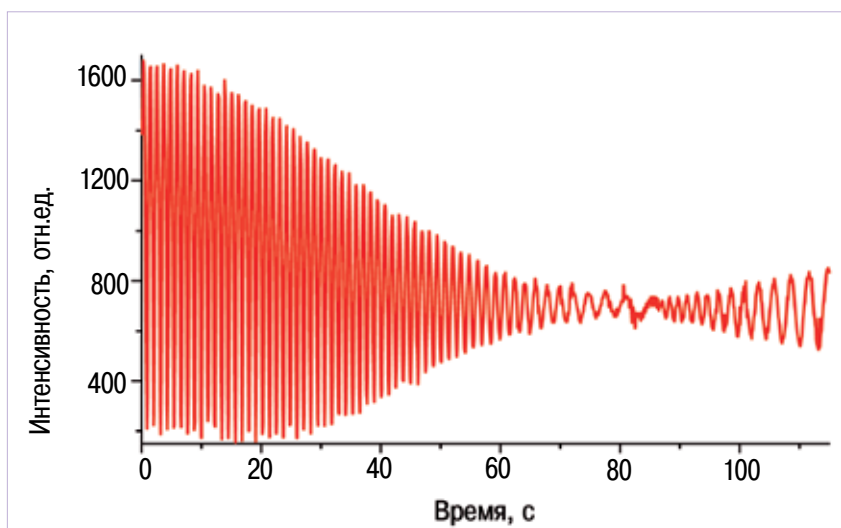


Рис.1. Интерферограмма в отраженном свете ($\lambda = 1,15$ мкм) при нагревании монокристалла Si в плазме ВЧ-разряда и остывании в газе после выключения разряда (при $t = 86$ с)

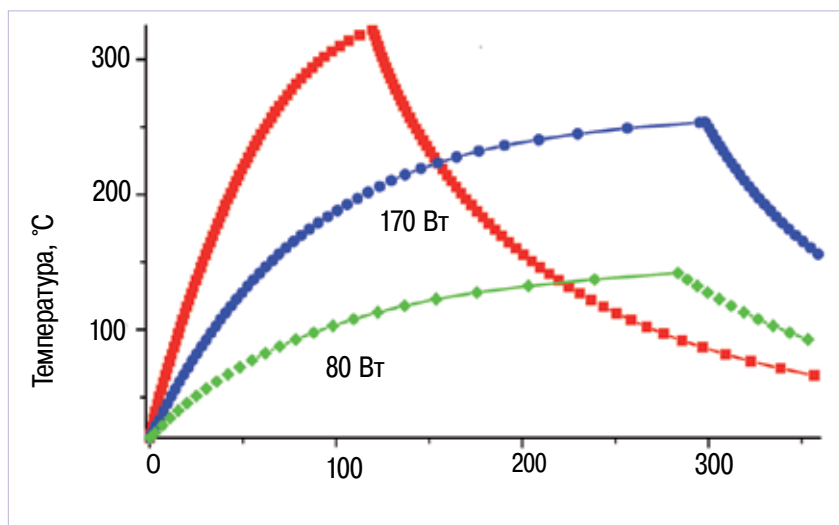


Рис.2. Зависимость температуры монокристалла кремния от времени после зажигания и выключения ВЧ-разряда в азоте при давлении 50 Па

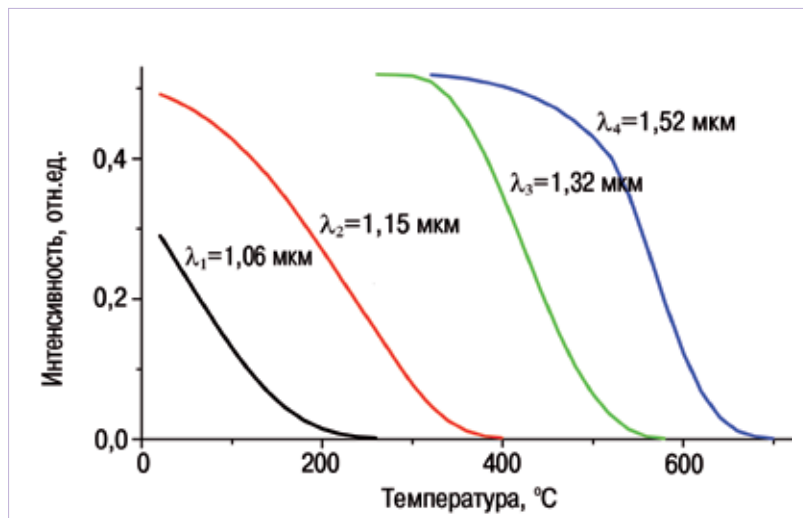


Рис.3. Пропускание света монокристаллом Si

зоны $E_g \approx 1,1$ эВ) проводится зондирование излучением с длиной волны $\lambda \approx 1,1$ мкм, для GaAs ($E_g \approx 1,4$ эВ) $\lambda \approx 0,9$ мкм, для GaP ($E_g \approx 2,24$ эВ) $\lambda \approx 0,55$ мкм. Взаимодействие света с пластинкой должно происходить в некогерентном режиме, т.е. при наличии многократных внутренних отражений без интерференции. Подавление интерференции достигается несколькими способами. На рис.3 видно, как изменяется пропускание монокристалла Si при нагревании вещества на разных лазерных линиях. Для термометрии распространенных в технологии полупроводниковых подложек с шероховатой тыльной поверхностью разработан метод спектроскопии диффузного отражения: регистрируют спектр (в области края поглощения) отражения света от пластины с шероховатой тыльной поверхностью и определяют ширину запрещенной зоны кристалла, которая и является температурно-зависимым параметром [33].

Сдвиг края поглощения используют для измерения температуры монокристаллов (Si, InP, GaAs, SiC, GaSb и др.) в молекулярно-лучевой эпитаксии и быстрых термических процессах микротехнологии. Выпускаются автоматизированные приборы для термометрии кристаллов. Погрешность измерений температуры монокристаллов Si, InP, GaAs в диапазоне температур 300–1000K не превышает ± 2 К. Для широ-

козонных кристаллов (ZnO, GaN, SiC) измерения проводят до 1600K.

ФОТОЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ (ФЛ)

Этому методу термометрии поверхности почти 30 лет, опубликовано почти 100 статей. Термометрическим телом, люминесценцию которого возбуждают с помощью лазерного излучения, служит прямозонный полупроводниковый монокристалл (GaAs, InP, CdTe и др.), стекло, полимер, люминофор, нанесенный на исследуемую поверхность. В качестве термочувствительных люминофоров применяются органические красители или неорганические кристаллофосфоры: ZnS:Cu (сульфид цинка, легированный медью), ZnS:Mn и др. Температурно-зависимыми параметрами, измеряемыми в эксперименте, являются интенсивность, время затухания или положение максимума полосы ФЛ. При нагревании образца падает интенсивность ФЛ, сдвигается в длинноволновую сторону максимум полосы, уменьшается постоянная времени высвечивания [34]. Для возбуждения ФЛ применяется лазер с длиной волны, лежащей в области межзонного поглощения полупроводника или в полосе поглощения люминофора. Для термометрии GaAs (рис.4) применяется, например, вторая гармоника лазера YAG:Nd- ($\lambda = 532$ нм) или Ar-лазер ($\lambda = 488$ и 514 нм). Для возбуждения ФЛ-красителей и кристаллофосфоров ис-

пользуют третью ($\lambda = 355$ нм) или четвертую ($\lambda = 266$ нм) гармоники этого же лазера.

Погрешность измерений температуры методом ФЛ, по данным ряда авторов, не превышает ± 1 К. Пространственное разрешение ФЛ-термометрии составляет доли микрона. Методом ФЛ проводили локальные измерения температуры в биологических системах (многослойные липидные мембраны), максимум ФЛ сдвигается от 440 нм при 296K до 490 нм при 328K, достигается разрешение по температуре 0,1K [35]. Возможны измерения температуры от криогенной области до области вблизи 1000K. Дальнейшее повышение температуры приводит к тому, что по сравнению с температурным излучением нагретого тела интенсивность ФЛ становится малой. С помощью ФЛ проводили измерения температуры полупроводниковых подложек, гетероструктур, полимерных пленок, микро- и наночастиц в плазме и газовых потоках, лопаток турбин. Единственное измерение температуры в области ионного трека при облучении твердого тела проведено методом ФЛ [36].

КОМБИНАЦИОННОЕ РАССЕЙЯНИЕ (КР)

Для термометрии твердых тел широко применяют рассеяние света на колебаниях решетки, относящихся к оптической ветви. Такое рассеяние называется комбинационным (или рамановский). При КР света возникают линии, смещенные по частоте относительно линии падающего излучения. Смещение стоксовой и антистоксовой линий и отношение их интенсивностей зависят от температуры.

При изменении температуры происходит изменение частоты оптических фононов, участвующих в КР. Частота оптического фонона уменьшается с температурой, т.е. при увеличении температуры длина волны рассеянного света приближается к длине волны лазера. Например, если при комнатной температуре смещение стоксовой линии относительно линии лазера при рассеянии в алмазе составляет

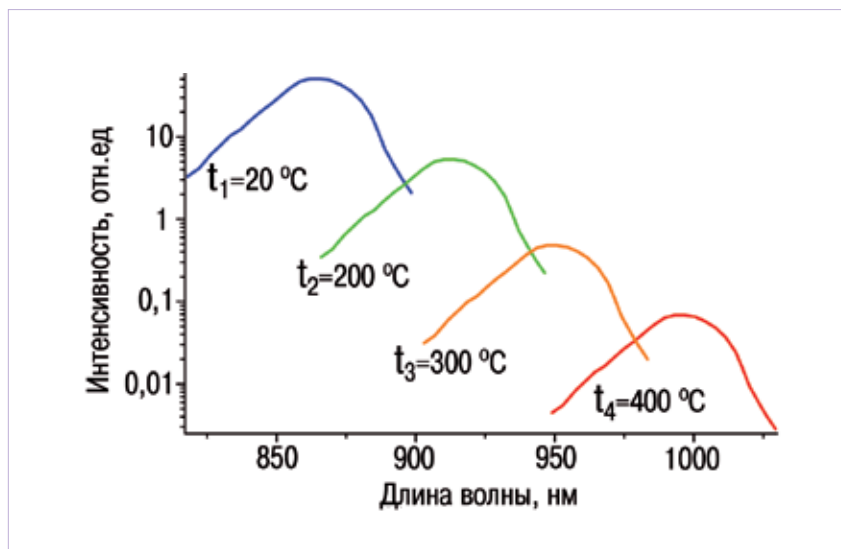


Рис.4. Спектры фотолюминесценции монокристалла GaAs, возбужденной излучением Ag-лазера ЛГН-502 ($\lambda = 488 \text{ нм}$)

1332 см^{-1} , то при нагревании кристалла до 1500 К смещение уменьшается до 1300 см^{-1} .

Интенсивность стоксовой компоненты I_S , смещенной в сторону длинных волн, при комнатной температуре намного выше ин-

тенсивности антистоксовой компоненты I_{AS} , смещенной в коротковолновую сторону. Отношение I_S/I_{AS} уменьшается экспоненциально с температурой. При рассеянии излучения аргонового лазера ($\lambda=514,5 \text{ нм}$) на поверхности

кремния $I_S/I_{AS} \approx 10$ при температуре $T=300 \text{ К}$ и $I_S/I_{AS} \approx 3,6$ при $T=500 \text{ К}$. Для алмаза эти же отношения интенсивностей существенно выше: $I_S/I_{AS} \approx 344$ при $T=300 \text{ К}$ и $I_S/I_{AS} \approx 27$ при $T=500 \text{ К}$. С уменьшением массы атома и увеличением частоты оптического фона увеличивается отношение I_S/I_{AS} и производная $d(I_S/I_{AS})/dT$. Для кристалла Ge изменение I_S/I_{AS} при нагревании (температурная чувствительность сигнала) почти в четыре раза ниже, чем для кремния. Достоинством метода КР (как и метода ФЛ) является отсутствие каких-либо требований к форме образца и качеству поверхности. КР света происходит на и на полированной, и на шероховатой поверхностях, на прозрачных и на непрозрачных материалах, при облучении образцов любых размеров, включая микро- и наночастицы. Метод термометрии КР применяют для диагностики работающих интегральных микросхем и полупроводниковых лазеров [37, 38], при

этом достигается субмикронное пространственное разрешение [39]. С помощью одного лазерного пучка проводят одновременное селективное измерение температур нескольких компонентов в смеси порошков, нагреваемых микроволновым излучением [40]. Из-за малой интенсивности рассеянного излучения необходимо длительное время накопления сигнала. Поэтому такая термометрия возможна в основном в случае стационарной температуры исследуемого объекта, нестационарные температурные режимы этим методом изучать трудно.

ОТРАЖЕНИЕ ОТ ПОВЕРХНОСТИ

Наименее чувствительным из всех, но при этом наиболее чаще применяемым является метод термометрии по отраженному от нагреваемой поверхности свету. Коэффициент отражения света определяется температурно-зависимыми частями (действительной и мнимой) комплексного показателя преломления. Поскольку точные измерения коэффициента отражения более сложны, чем регистрация его изменений, этот метод удобен для определения быстрых температурных изменений (например, при импульсном нагреве) и для визуализации распределения относительной температуры по площади. Небольшие изменения температуры поверхности можно определить, измеряя относительное изменение зеркального отражения. Из соотношения $\Delta T = (1/\beta_R)(\Delta R/R_0)$, где R_0 – коэффициент отражения при температуре T_0 , $\Delta T = T - T_0$, $\Delta R = R - R_0$, $\beta_R = (1/R_0)(\partial R/\partial T)T_0$ – коэффициент термоотражения (принимает значения от 10^{-5} до $10^{-3}K^{-1}$ в зависимости от материала, длины волны зондирования, начальной температуры).

Метод термоотражения используют для изучения температурных полей в электронных микросхемах [41, 42]. Измеряя температуру поверхности кристалла или проводящей дорожки, можно анализировать состояние интегральной схемы во время работы. Созданы автоматизиро-

ванные установки для температурной диагностики микросхем методом термоотражения. Температурная диагностика микроприборов – второе по количеству работ направление ЛТТТ (больше всего работ по термометрии в технологических процессах). Метод термоотражения обеспечивает субмикронное пространственное и субнаносекундное временное разрешение. Время, в течение которого образец прогревается на глубину, превышающую глубину формирования отраженной волны, определяет инерционность измерений. В поглощающей среде отраженная волна формируется в слое толщиной, сравнимой с α^{-1} , где α (cm^{-1}) – коэффициент поглощения света. Для кремния при комнатной температуре на длине волны $0,633 \mu m$ $\alpha \approx 4 \times 10^3 cm^{-1}$. Отсюда время прогрева, т.е. мера инерционности измерения, $\tau \sim 10$ нс. С уменьшением длины волны растет коэффициент поглощения и падает время прогрева слоя толщиной α^{-1} . Для металлов глубина проникновения и инерционность существенно меньше.

При падении света на поверхность не по нормали, а под углом пучки, поляризованные по-разному в плоскости падения (р-поляризация) и в плоскости поверхности образца (s-поляризация) отражаются тоже по-разному. Различаются также скачки фазы электромагнитной волны для этих поляризаций. При отражении от поверхности линейно поляризованный свет может стать эллиптически поляризованным, а эллиптически поляризованный может превратиться в линейно-поляризованный. Анализ изменений поляризации при отражении света лежит в основе метода эллисометрии, достаточно широко применяемого для измерения температуры поверхности полупроводниковых кристаллов (Si, GaAs, GaP, ZnTe), аморфных полупроводниковых сплавов, металлов (Hf, Ir, Mo, Pd, Ta, Nb, V) [43, 44].

ДРУГИЕ МЕТОДЫ

Иногда применяется метод термометрии по тепловому расши-

рению периодической структуры, нанесенной на поверхность, а также нелинейно-оптические методы. Частота их применения невелика по сравнению с методами ЛИТ, КР и ФЛ, поскольку необходима либо дополнительная операция (создание миниатюрной дифракционной решетки на поверхности), либо более сложная схема измерений.

ЛАЗЕРНАЯ ТЕРМОМЕТРИЯ ЖИДКОСТЕЙ

За последние 20 лет разработаны и применяются различные лазерные методы термометрии жидкостей, основанные на тех же принципах, что и лазерная термометрия твердых тел, т.е. на преломлении и поглощении, упругом и неупругом рассеянии света, флуоресценции жидкостей. Специфическим является только метод радужной термометрии, основанный на дифракции света на каплях [45]. Разработке и применению лазерных методов термометрии жидкостей посвящено почти 100 статей. Методы перспективны для исследований в области метеорологии, микроволновой химии в растворах, биохимии. С помощью лазерных методов измеряется температура капель в парогазовой среде (в дожде или при распылении и горении жидкого топлива), температурные поля в жидкости. В частности, можно визуализировать трехмерное температурное поле в сосуде с жидкостью, подвергаемой микроволновому нагреву (при этом максимум температуры локализован не на стенке, а в глубине сосуда, поскольку нагрев имеет объемный характер, и температура обычно превышает температуру кипения растворителя, что увеличивает скорости химических реакций в десятки раз).

В области новых технологий (плазменных, лазерных, микроволновых, радиационных и др.) термометрия развита недостаточно. Высокая точность традиционных методов, достигаемая в метрологических лабораториях, недостижима в реальных экспериментах, и применение термопар

или яркостных и цветовых пирометров часто бывает неэффективно или невозможно. Из-за трудностей при измерении температуры подложек в реакторах примерно половина опубликованных работ, выполненных с помощью традиционных методов, содержит грубые ошибки, которые иногда достигают сотен градусов [31]. В исследованиях плазмы при измерении температуры до создания методов ЛТ возникали самые большие ошибки – в некоторых случаях более чем в 100 раз. Появление и развитие лазерной термометрии было обусловлено необходимостью преодолеть эти трудности и повысить точность измерений. При этом возникают новые проблемы. Каждый лазерный метод, в отличие от универсальной радиационной пирометрии, обладает весьма узкой областью применимости, и для компенсации этой уязвимости разработано большое количество разнообразных новых методов. Пока что не решена метрологическая задача согласования результатов, получаемых с помощью разных методов. Методическая проработка ЛТ фрагментарна и далека от завершения. Например, трудности переноса методов ЛТТТ в новые области связаны с тем,

что отсутствует как справочная литература по методам и технике измерений, так и точные данные по температурным зависимостям оптических свойств большинства материалов. Каждый из методов ЛТ вначале выглядел сложным и был нацелен на получение новых знаний. Впоследствии сложности преодолелись, область применения расширялась, и в настоящее время ряд методов используется не только в научных и технологических исследованиях, но даже в рутинном технологическом контроле.

ЛИТЕРАТУРА

27. Магунов А. Лазерная термометрия твердых тел. – М.: Физматлит, 2001.
28. Насман Д. – Optik., 1968, v.28, N.2, p.115.
29. Постников А., Косолапов И., Куприянов А. и др. – ПТЭ, 2008, №2, с.173.
30. Волков П., Данильцев В., Лукьянов А. и др. – Наноиндустрия, 2008, №2, с.20.
31. Магунов А. Теплообмен неравновесной плазмы с поверхностью. – М.: Физматлит, 2005.
32. Sturm J., Schwartz P., Garone P. – Appl.Phys.Lett, 1990, v.56, N°10, p.961.
33. Johnson S., Lavoie C., Tiedje T., Mackenzie J. – J. Vac. Sci. Technol. B, 1993, v.11, N°3, p.1007.

34. Zhang Z. – Ann. Rev. of Heat Transfer, C.L.Tien (ed.), v.XI, Ch.6. Begell House, New York, 2000, p.351.
35. Liu Y., Cheng D., Sonek G. et al. – Appl. Phys. Lett, 1994, v.65, p.919.
36. Koshimizu M., Shibuya K., Asai K., Shibata H. – Radiat. Phys. Chem, 2003, v.66, p.35.
37. Aubry R., Dua C., Jacquet J.-C. et al. – Eur. Phys. J. Appl. Phys, 2005, v.30, N°2, p.77.
38. Harima H, Hosoda T, Nakashima S. – J. Electron. Mater, 1999, v.28, N°3, p.141.
39. Beechem T., Graham S., Kearney S. et al. – Rev. Sci. Instrum, 2007, v.78, N°6, 061301.
40. Vaucher S., Catala-Civera J., Sarua A. et al. – J. Appl. Phys, 2006, v.99, N°11.
41. Tessier G., Polignano M.-L., Pavageau S. et al. – J. Phys. D: Appl. Phys, 2006, v.39, p.4159.
42. Claeys W., Dilhaire S., Jorez S., Patico-Lopes L.-D. – Microel. J, 2001, v.32, p.891.
43. Conrad K.A., Sampson R.K., Massoud H.Z., Irene E.A. – J.Vac. Sci.Technol. B, 1993, v.11, N°6, p.2096.
44. Якушев М.В., Швец В.А. – Автометрия, 2002, N°1, с.95.
45. Vetrano M.R., Gauthier S., van Beek J., et al. – Experiments in Fluids, 2006, v.40, p.15.



Айхлер Ю., Г.-И. Айхлер

Лазеры. Исполнение, управление, применение.

Москва: Техносфера, 2008 г. ISBN 978-5-94836-167-3 Объем 440 стр., пер. 7БЦ, формат 70x100/16 Ст.-8 шт.

Лазеры играют важнейшую роль в сфере технических измерений, информационных технологий, обработки материалов, медицине и других областях науки. В книге дается обзор наиболее распространенных типов лазеров с описанием их многочисленных применений. Рассматриваются основы лазерной оптики, оборудование для анализа лазерного излучения, приводятся характеристики лазерных материалов. Заключительные главы посвящены рассмотрению наиболее важных областей применения лазерных установок и перспектив их дальнейшего развития.

Простота и доступность изложения делает книгу прекрасным пособием для студентов вузов, преподавателей, учителей и школьников.

Как заказать книги?

По почте: 125319, Москва, а/я 91

По тел./факсу: (495) 956-3346,

234-0110

E-mail: knigi@technosphera.ru

sales@technosphera.ru