



Atelier « Mesures in situ pour la croissance épitaxiale », LAAS, Toulouse, 1-3 oct. 2018

# Mesure de température pendant la croissance épitaxiale

Antoine Ronda



Institut Matériaux Microélectronique Nanosciences Provence



# Mesure de température pendant la croissance épitaxiale

*Quelques éléments sur les problématiques,*

*Antoine Ronda, utilisateur (MBE)...non expert en thermométrie...*

*Questions >> réponses...*

*Exemples (surtout) MBE*

*Multiplicité des techniques, matériaux et procédés*

*exposé non exhaustif!...*

# Plan

- Introduction
- Le système de mesure « standard »: thermocouple + pyromètre
- Variations autour du système pyromètre
- Méthodes optiques alternatives: spectroscopie« band-edge »
- Conclusion

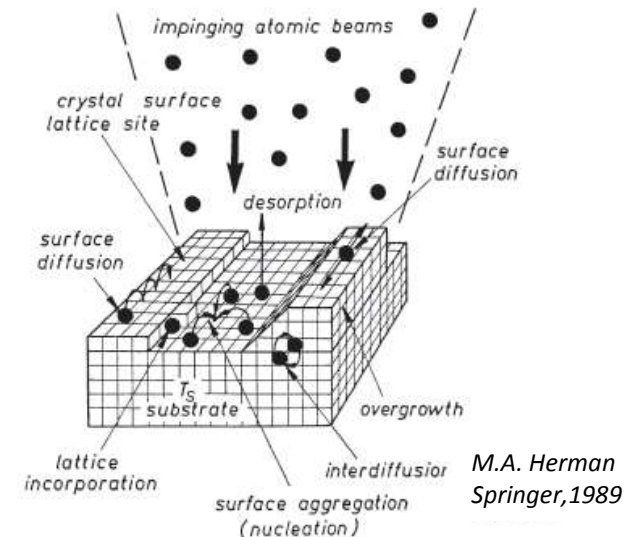
# Introduction

## Température du substrat:

Paramètre critique pour la croissance des structures et leurs propriétés résultantes

### *Forte dépendance en T :*

- Processus atomiques de surface
- Qualité cristalline
- Morphologie de surface, interfaces
- Mécanismes de relaxation
- Dopants (ségrégation, diffusion, ...)
- ...



### *Feed-back sur la croissance*

=> mesure en temps réel (et avec précision et reproductibilité dans la mesure)

# Introduction

Mesure T in situ en temps réel en épitaxie : les contraintes

## **1. Environnement de mesure**

- ✓ Compatibilité avec la géométrie des réacteurs:

*Géométrie des dépôts => dispositif de mesure non invasif*

- ✓ Réacteurs sous vide /ultra-vide :

*Limitations: accès, positionnement des composants de mesure, nature des composants in situ,...*

- ✓ Perturbations potentielles:

*Vibrations, dérives thermiques, rotation des substrats, lumières/chaleurs parasites,...*

# Introduction

Mesure T in situ en temps réel en épitaxie : les contraintes

## **2. Contraintes sur les procédés**

- ✓ Forte dépendance en T des procédés: => précision de la mesure (+ reproductibilité)
- ✓ Feed-back sur la croissance => rapidité de la mesure
- ✓ Variété des procédés et matériaux:
  - Gammes de température variables : ~ RT - >1000°C
  - Substrats et couches de nature variable (propriétés optiques, radiatives,...)
  - Evolution pendant la croissance: substrat, substrat + couche, substrats + multicouches,...

=> *versatilité*

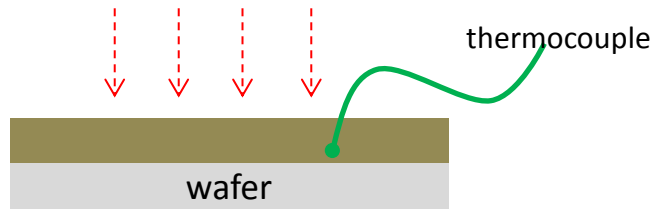
**3. Simplicité, Fiabilité, Coût, ...**

# dispositif « usuel » THERMOCOUPLE

? Mesure de T : simple, précise, large gamme de T régulation, faible coût...  
=> **thermocouple**

Quand c'est possible...

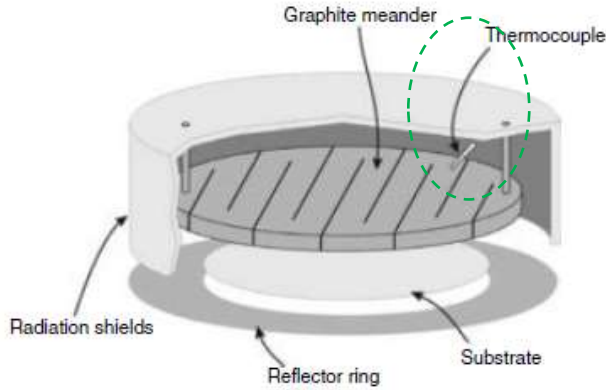
(i.e. si pas de contamination induite, si bon contact thermique )



Wafer sur support: ex collage In sur Mo  
Bon contact thermique

➤ « In free »:

=> Chauffage direct

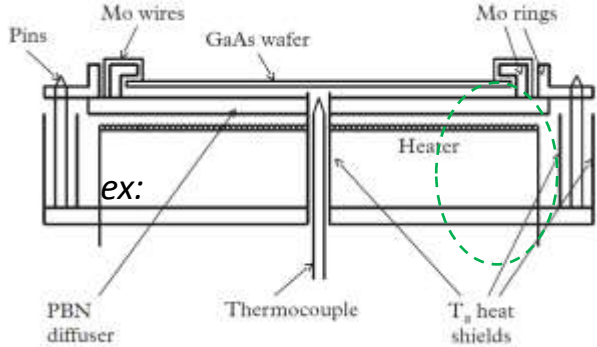
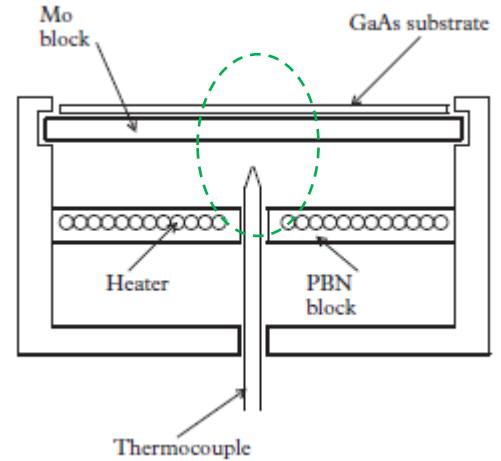


SiGe and Si strained-layer epitaxy for silicon heterostructure devices / editor, John D. Cressler. p. cm.

➤ Rotation des substrats :

➡ Contact direct avec le Tc

➡  $\Delta: T_{wafer} T_{tc}$



Molecular Beam Epitaxy  
A Short History  
John Orton and Tom Fessenden

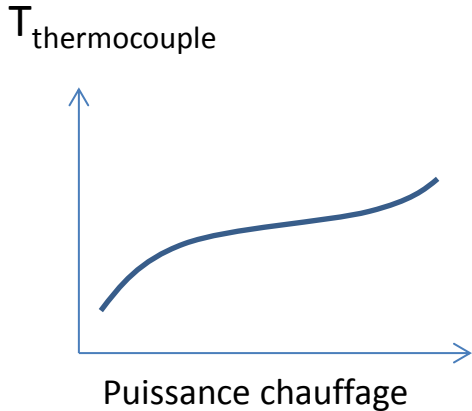
Optimisations:

$\Delta: T_{wafer} T_{tc}$

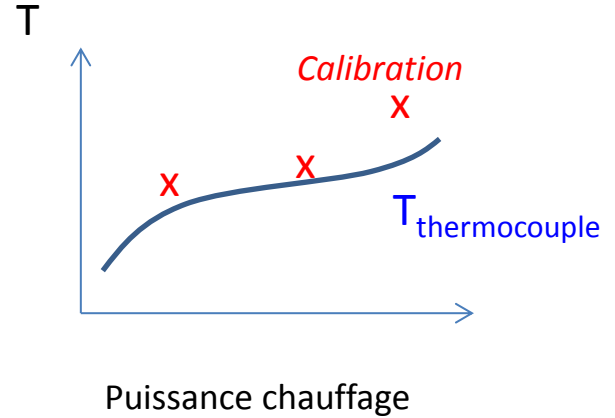
~ 1° - >100°C

# THERMOCOUPLE

Régulation du chauffage du substrat sur la mesure du tc => **connaître  $\Delta T$  est critique**



$\Delta: T_{\text{wafer}} - T_{\text{tc}}$   $\Delta=? \Rightarrow$  Calibration

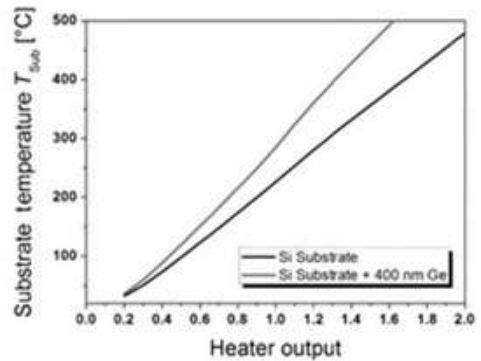


- Calibration :**
- Par observation de phénomènes physiques à T « connue »
    - *Changement de reconstruction de surface*
    - *T désoxydation*
    - *Point de fusion d'eutectiques*
  - Par utilisation d'autres techniques de mesure (ex pyrometre optique)



- Précision
- Existence de phénomènes observables selon le matériau ?
- Calibration limitée à certaines T ou sur une certaine gamme de T => **extrapolation** +/- satisfaisante
- ? Reproductibilité (ex porte-échantillon)
- ? Validité de la calibration en fonction du déroulé des expériences : dopage substrat (basse T), dépôts (émissivité  $\neq$ , courbure,...) chaleurs parasites (cellules, ...)

dopage

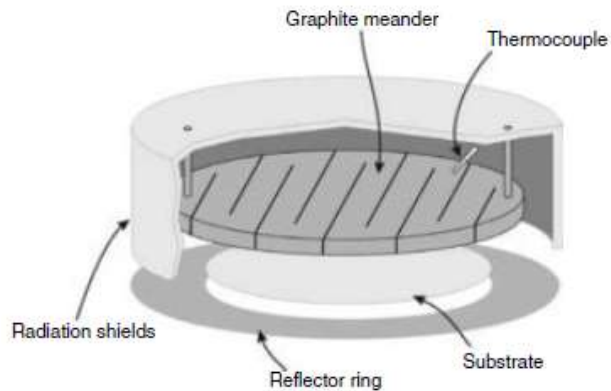


From E Kasper



# THERMOCOUPLE

## Calibration



## Réponse du thermocouple :

**Substrat + :**

*Élément chauffant*

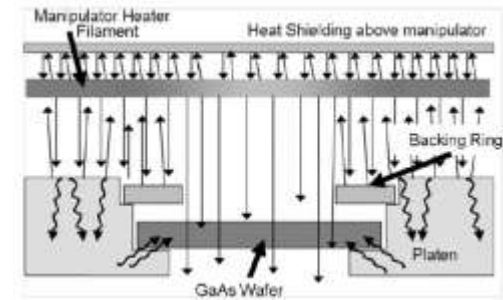
*porte-substrat*

*Ecrans*

*Rayonnements autres (cellules)*

...

Radiation + conduction



T.J. Rogers et al. / Journal of Crystal Growth 311 (2009) 1676–1679

Ex:

*Lee et al, J.C.Growth 1991 : MBE GaAs*

à lecture Ttc cste : observation  $\Delta T$  « réelle »  $\sim 10\text{-}15$  °C :

*selon état de surface porte-substrat (avec/sans dépôt GaAs) ; selon porte-substrats (nominalement identiques) ; selon ouverture cache cellule HT*

- ➡ « Température » du substrat  
Comparaison absolue délicate, d'un équipement/système/(publi) à l'autre

## Uniformité

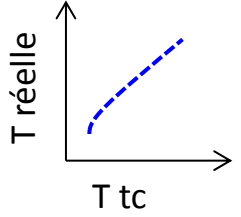
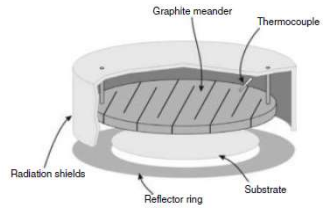
Dans sa configuration usuelle, tc => mesure « globale ».

Pas d'information directe (i.e. pendant les procédés) sur l'uniformité en T

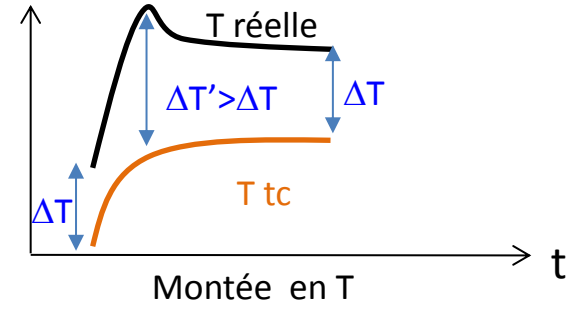
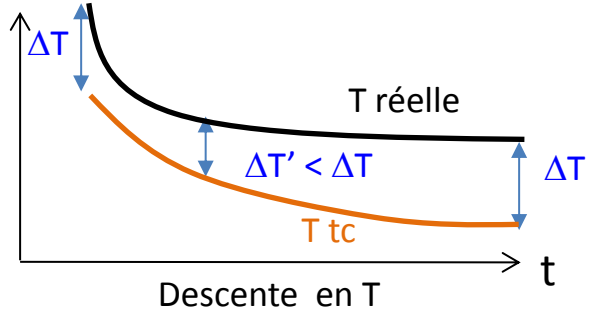
# THERMOCOUPLE

Sans contact :

- =>  $\Delta T$  (à « l'équilibre »)
- => temps de réponse (pour atteindre l'équilibre)



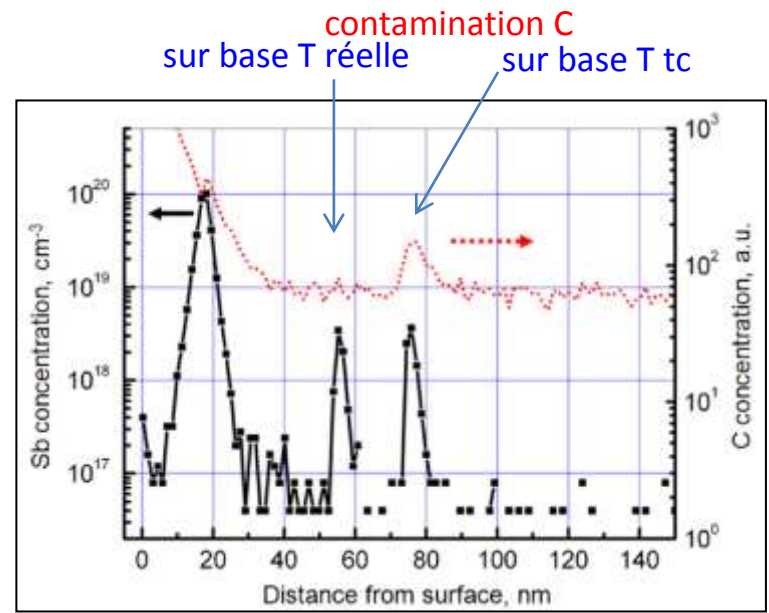
Calibration à l'éq. =>  $\Delta T$   
( $\Delta T = f(T)$ )



- Pb :
- Processus rapides
- Contrôle fenêtre de T (overshoot)
- Interruption de croissance

$T_c \sim$  ok pour mesures en état  $\sim$  stationnaire  
(ou rampes T faibles)

Ex: Interruption de croissance pour dopage basse T:



# METHODES DE MESURES ALTERNATIVES/COMPLEMENTAIRES AU Tc

## ❑ Contraintes environnement et procédés

*Non-invasive, sans contact, temps réel, ...*



Méthodes optiques

Multiplicité des techniques et méthodes



❖ *Cf autres exposés de l'atelier*

❖ *I.P. Herman*

*Optical Diagnostics for Thin Film Processing,  
San Diego, CA : Academic, 1996*

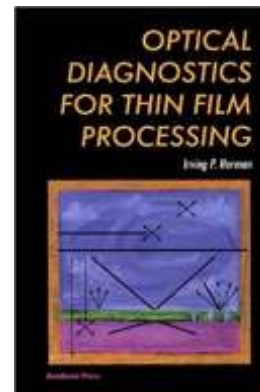


Table 1.5 Optical Diagnostics for Temperature Measurements\*

| Method   |
|--|
| <b>Gas-phase species*</b>                        |
| Optical emission spectroscopy (OES)              |
| Laser-induced fluorescence (LIF)                 |
| Infrared absorption                              |
| Ultraviolet/visible absorption                   |
| Interferometry and photography                   |
| Raman scattering (rotational)                    |
| Coherent anti-Stokes Raman scattering (CARS)     |
| Resonant-enhanced multiphoton ionization (REMPI) |
| <b>Wafers</b>                                    |
| Transmission                                     |
| Reflectometry at an interface                    |
| Reflection interferometry                        |
| Photoreflectance                                 |
| Ellipsometry                                     |
| Interferometry across the wafer                  |
| Imaging  |
| Optical diffraction interferometry               |
| Speckle interferometry                           |
| Raman scattering (phonons)                       |
| Pyrometry  |
| Photoluminescence (PL)                           |

# DISPOSITIF USUEL : PYROMETRE OPTIQUE IR

Planck : Rayonnement corps noir

Radiance spectrale corps noir :

$$L_{bb}(\lambda, T) = C_1 \lambda^{-5} / [\exp(C_2/\lambda T) - 1]$$

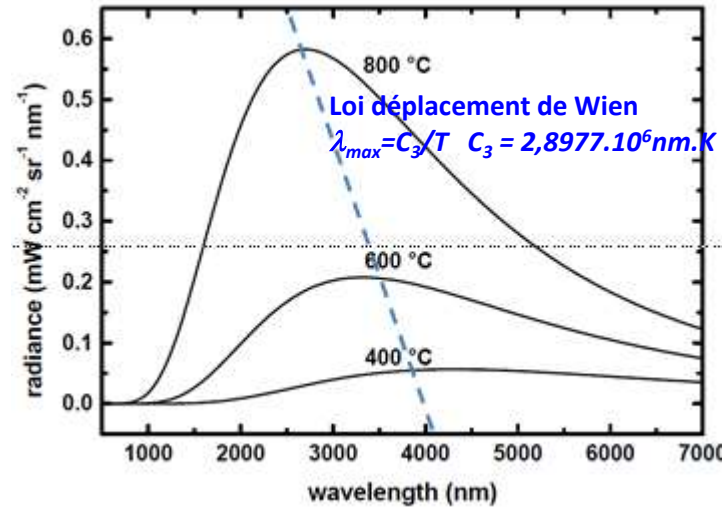
Watt.cm<sup>-2</sup>ster<sup>-1</sup>μm<sup>-1</sup> C1, C2 constantes

$$L_{bb}(\lambda, T) \approx C_1 \lambda^{-5} / \exp(C_2/\lambda T)$$

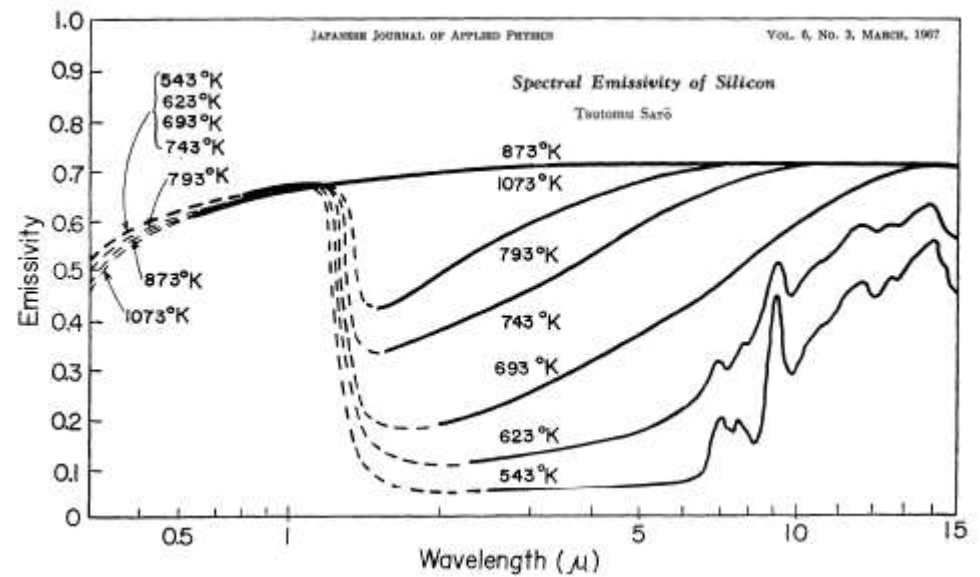
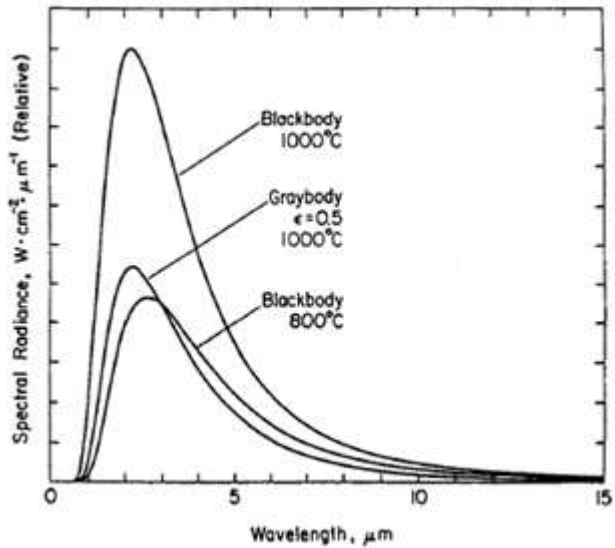
émissivité:

Corps noir: émissivité, ε<sub>bb</sub> = 1 (∀λ)

Objets réels, radiance L: ε(λ) < 1, ε = L/L<sub>bb</sub>

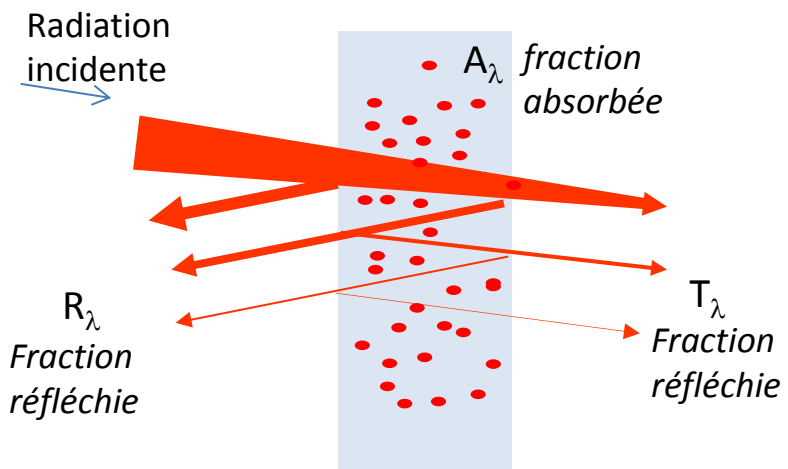


Radiance spectrale corps noir



D'après : Tenney (1988), in Theory and Practice of Radiation Thermometry, John Wiley & Sons, Inc.

# PYROMETRE OPTIQUE IR



$$R_\lambda + T_\lambda + A_\lambda = 1$$

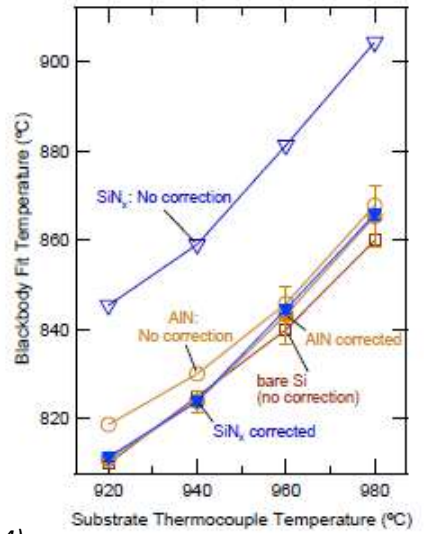
À l'éq. Therm; Kirchhoff :  $A_\lambda = \epsilon_\lambda$

$$\epsilon_\lambda = 1 - T_\lambda - R_\lambda$$



« correction » de l'émissivité à partir de mesures de R

*R ex situ et input/correction dans les mesures pyro*

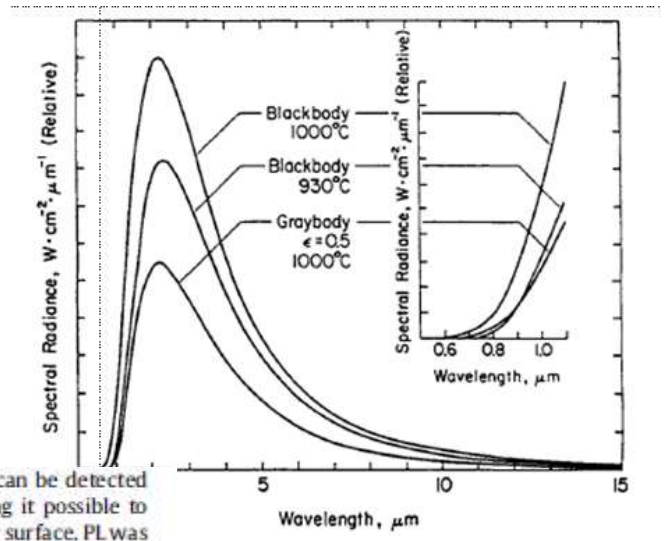


Correction in situ ? (à suivre...)

## Choix de la longueur d'onde de travail du pyromètre

Compromis :

- Vers les grandes  $\lambda$  : signal (radiance)  $\nearrow$
- Vers les courtes  $\lambda$  : sensibilité à  $\Delta T$   $\nearrow$
- Absorption ( $\epsilon$ ) élevée du substrat à  $\lambda$  ( $\sim$ seuil du gap)
- Transmission des fenêtres de mesures

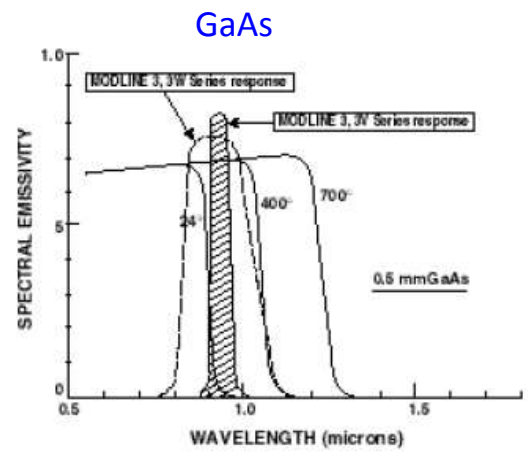
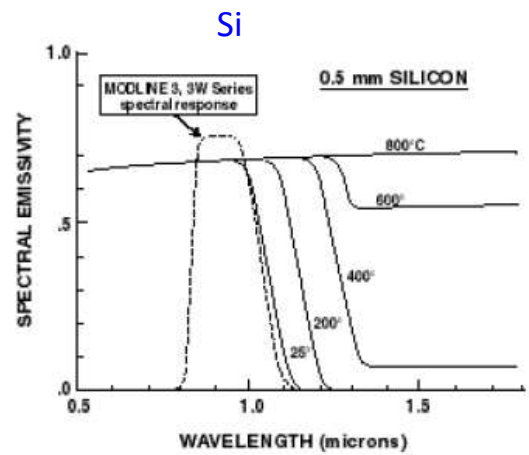


The 400 nm emission from the GaN can be detected if the layer thickness exceeds 2–3  $\mu m$  making it possible to measure the real temperature at the wafer surface. PL was

D'après : Tenney (1988), in Theory and Practice of Radiation Thermometry, John Wiley & Sons, Inc.



proche IR  $\sim 1 \mu m$  (Si, GaAs, InP, ...)



GaN/Sapphire  
transparent ds proche IR

.Near UV pyrometry (GaN bandgap shift à hte T)  
Creighton et al J.C. Growth (2006)

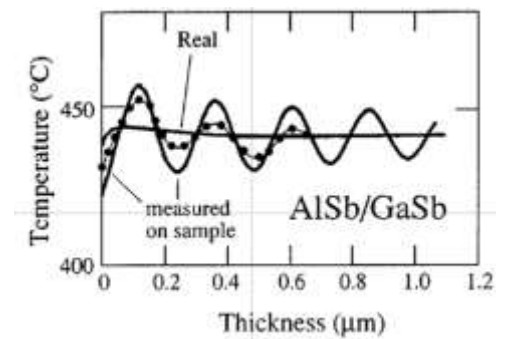
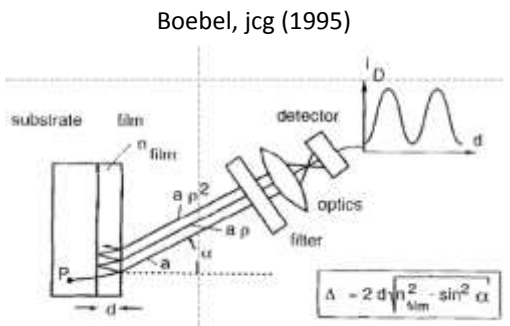
UV 400nm pyrometry (si GaN épaisseur suffisante pour signal, > qqes  $\mu m$ )

## Difficultés (SC)

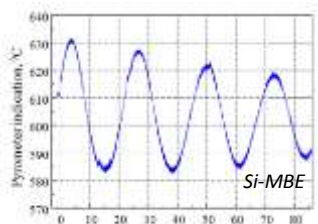
❖ Transparence substrat : interférences avec la radiation de l'élément chauffant ; limites à basse T

## ❖ Émissivité :

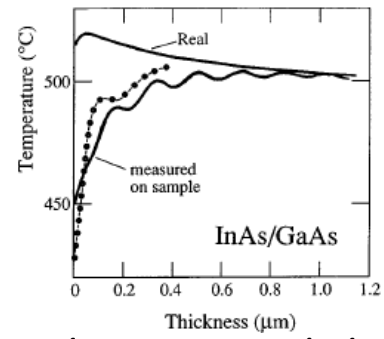
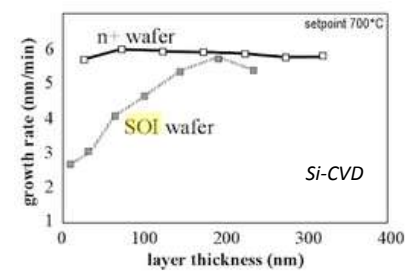
- Détermination/précision ; modélisation
- $\epsilon(T) \sim \text{cste} ??$  (band-gap shifts)
- évolution avec les dépôts
  - Interférences : indices films déposés/substrat  $\neq$  : *oscillation du signal de mesure, à T « cste ».*  
*détection si réel refroidissement radiatif ?*
  - Absorption : gap films déposés/substrat  $\neq$   
*changement dans l'absorption(émission)*  
 $\Rightarrow \Delta T$  possible



Leveque et al, Eur. Phys. J. AP (1998)



Volkov jcg 20015



- *émissivité « extrinsèque » : rayonnement « parasites », transmission (coating) hublots, ...*

Pyromètre « bichromatique »

Solution (élégante) pour le pb émissivité ??

Rapport des mesures de radiance à  $\lambda_1$  et  $\lambda_2$  proches , avec  $\epsilon_{\lambda_1} = \epsilon_{\lambda_2} = \epsilon$  (hypothèse du corps gris)

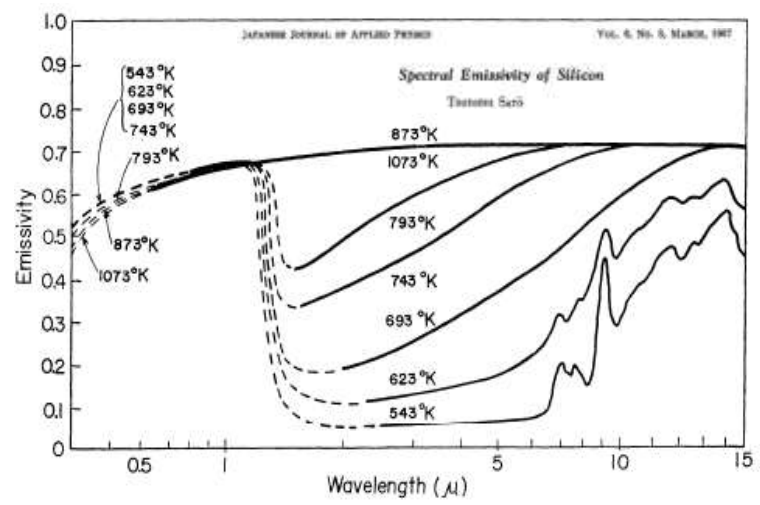
$L_1(\lambda_1, T) = \epsilon C_1 \lambda_1^{-5} / [\exp(C_2 / \lambda_1 T)]$

➔ L2/L1 indépendant de  $\epsilon$

$L_2(\lambda_2, T) = \epsilon C_1 \lambda_2^{-5} / [\exp(C_2 / \lambda_2 T)]$

En pratique ?...

- Vrai corps gris ??
- ajustement ratio nécessaire, ratio data base?
- pb chgt d'émissivité pendant dépôt (interferences,...)
- ~ OK pb dépôts hublot (si diélectriques =>interferences possibles...)



(Coates, Metrologia 1981)



# Pyrométrie corrigée par Reflectance

$$L(\lambda, T) = \varepsilon L_{bb}(\lambda, T) = \varepsilon C_1 \lambda^{-5} / [\exp(C_2/\lambda T) - 1]$$

si substrat opaque  $\rightarrow \varepsilon_\lambda = 1 - R_\lambda$

$$R_\lambda + T_\lambda + A_\lambda = 1 \quad \varepsilon_\lambda = A_\lambda$$

$\Rightarrow$  Compensation de l'émissivité

*In situ* : Mesures combinées signaux pyro,  $I^P$  et réflectance,  $I^R$  à la même longueur d'onde

$$T(t) = \frac{C_2}{\lambda} \ln \left[ 1 + \frac{e^{C_2/\lambda T_0} - 1}{\frac{I^P(t)}{I_0^P} \frac{1 - R_0}{1 - R_0 I^R(t)/I_0^R}} \right]^{-1}$$

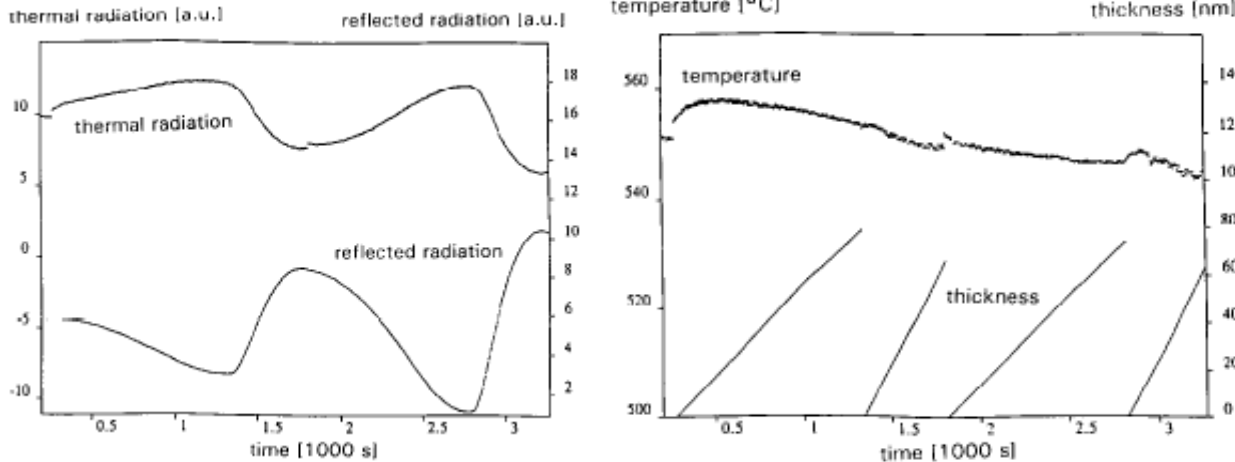
$I_0^P, R_0, T_0$  valeurs initiales  
 $\rightarrow$  calibration

Evolution de T pendant dépôt

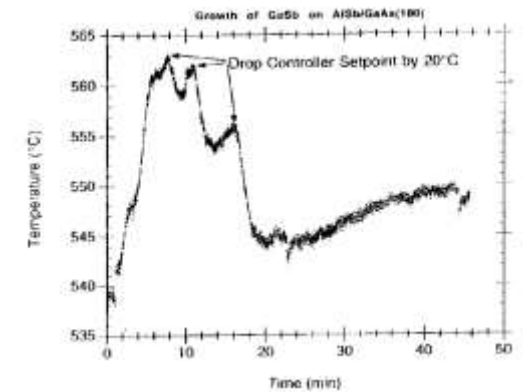
Boebel et al J.C.G; 150(1995)

Boebel et al J.C.G; 150(1995)

GaAs/GaAlAs (mesure à  $\lambda=950\text{nm}$ )



GaSb- AlSb/GaAlAs)



Heater power cste  $\Rightarrow$

Variation de T  $\Leftrightarrow$  \*variation d'émissivité (chauffage ou refroidissement radiatif)  
 \* chauffage induit par cellules ( $\nearrow$  pour petit matériau petit gap)

$\hookrightarrow$  1+R :ok,  
 $\Rightarrow$  T (+/-1°C) & t (+/1nm) data

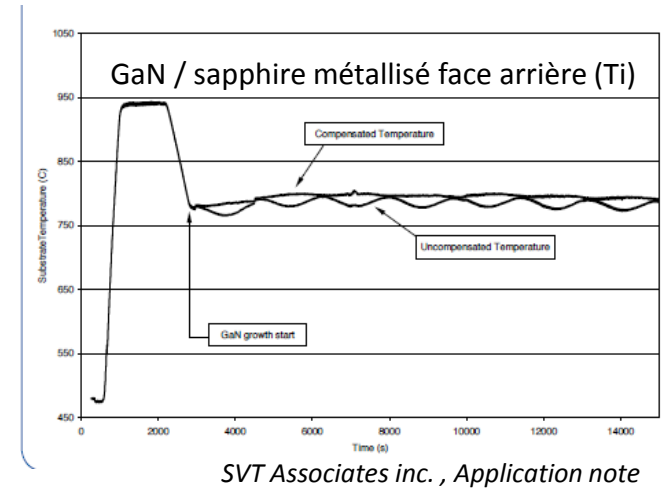
## Conditions :

Substrat opaque : ( $T > \sim 450^\circ\text{C}$  pour SC « usuels »)

Surface peu rugueuse (Mesure en spéculaire, « plus facile » sous UHV)

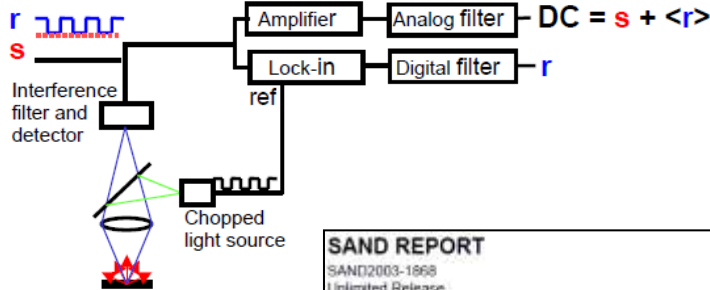
Surface homogène (correlation spatiale mesures R & pyro)

## Substrats transparents



## Set-up

### Reflectance-correcting Pyrometer Instrument



**SAND REPORT**  
 SAND2003-1868  
 Unlimited Release  
 Printed June 2003

**Reflectance-Correcting Pyrometry in Thin Film Deposition Applications**

W. G. Breiland

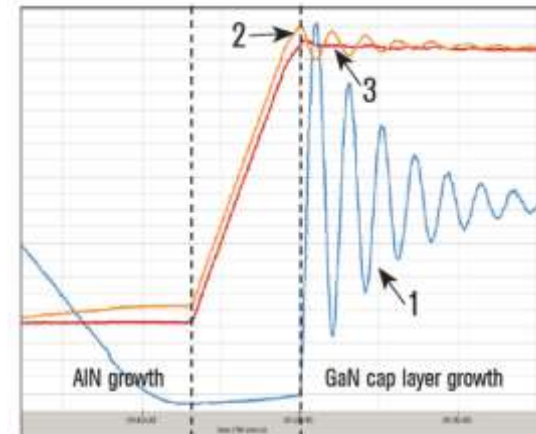
Prepared by  
 Sandia National Laboratories  
 Albuquerque, New Mexico 87185 and Livermore, California 94550

Sandia is a multiprogram laboratory operated by Sandia Corporation,  
 a Lockheed Martin Company, for the United States Department of  
 Energy under Contract DE-AC05-84-OR21400.

Approved for public release; further dissemination unlimited.

Sandia National Laboratories

- $\epsilon$  correct. Mid- IR, III-N MOCVD, *Creighton et al* , jcg 2018
- $\epsilon$  correct. ,near-UV, III-N OMVPE, *Creighton et al* , jcg 2006



**Fig. 1:** Pyro 400 Gen3 on Veeco Epik 700:  
 (1) – UV reflectance (broad band) for Emissivity Corrected Pyrometry (ECP); (2) – Pyro 400 raw data with FPOs; (3) – Pyro 400 Gen3 temperature signal with basically no remaining FPO artifacts in the temperature signal.

UV pyrométrie  
 « corrigée »

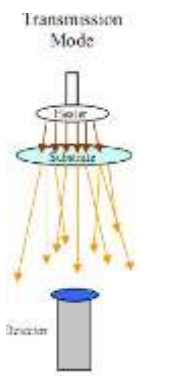
# BAND-GAP EDGE THERMOMETRIE

Transparence des substrats ?  
Basse température ?

Mesure optique de la variation en T du seuil du band gap



## Transmission IR

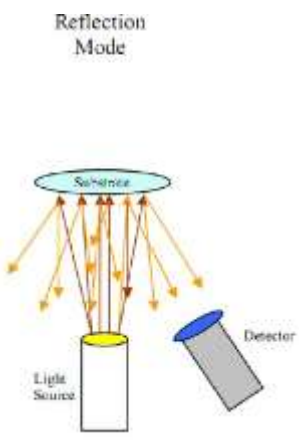


### INFRA-RED TRANSMISSION SPECTROSCOPY OF GaAs DURING MOLECULAR BEAM EPITAXY

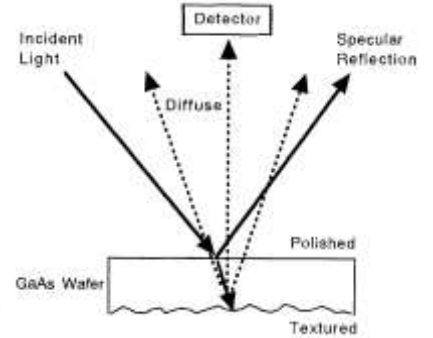
E.S. HELLMAN and J.S. HARRIS, Jr.  
Stanford Electronics Laboratory, Stanford University, Stanford, California 94305, USA  
Journal of Crystal Growth 81 (1987) 38-42

Heater (+) (-)

## Réflexion (diffuse DRS)



A new optical temperature measurement technique for semiconductor substrates in mole  
Can. J. Phys. 69, 422 (1991)  
M. K. WEI  
Department of Physics, University of British Columbia, Vancouver, B. C., Canada V6T 2A6  
T. THEBE  
Department of Physics and Department of Electrical Engineering, University of British Columbia, Vancouver, B.C., Canada V6T 2A6  
AND  
T. VAN BUREN AND LI XU  
Department of Physics, University of British Columbia, Vancouver, B. C., Canada V6T 2A6



Varshni, Y. P. 1967 Physica 34 149-154

### TEMPERATURE DEPENDENCE OF THE ENERGY GAP IN SEMICONDUCTORS

by Y. P. VARSHNI

Department of Physics, University of Ottawa, Ottawa, Canada

**Synopsis**

A relation for the variation of the energy gap ( $E_g$ ) with temperature ( $T$ ) in semiconductors is proposed:

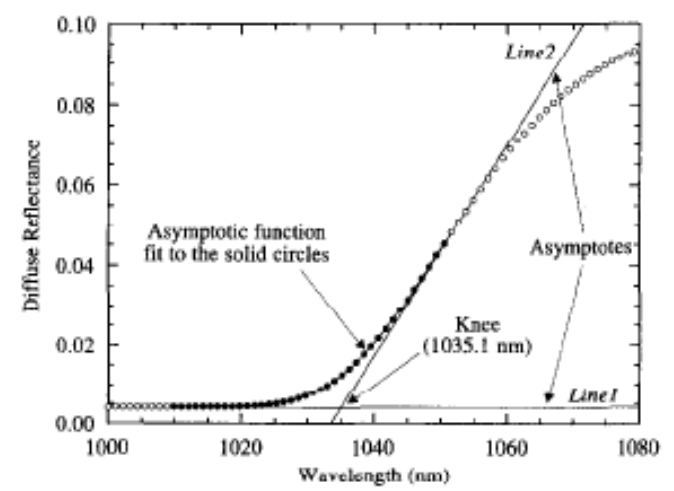
$$E_g = E_0 - \alpha T^2 / (T + \beta)$$

where  $\alpha$  and  $\beta$  are constants. The equation satisfactorily represents the experimental data for diamond, Si, Ge, 6H-SiC, GaAs, InP and InAs.

In the present note we wish to suggest the following relation for the temperature dependence of the energy gap in semiconductors:

$$E_g = E_0 - \alpha T^2 / (T + \beta) \quad (1)$$

where  $E_g$  is the energy gap which may be direct ( $E_{gd}$ ) or indirect ( $E_{gi}$ ),  $E_0$  is its value at 0°K, and  $\alpha$  and  $\beta$  are constants.



Cut-off (« knee ») => T

# bandgap/T :

- Mesure fiable, précise, reproductible
- À relativement basse T (vs pyro IR)

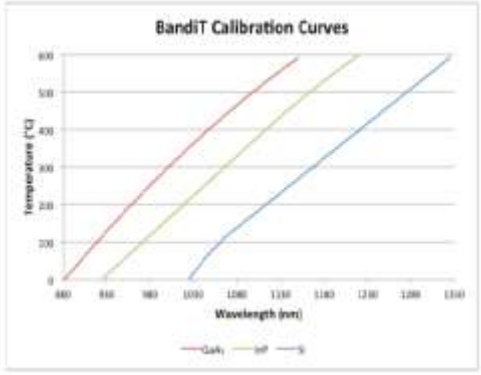
⇒ Si relation band-gap /T est précise ...



## Courbes bandgap/T:

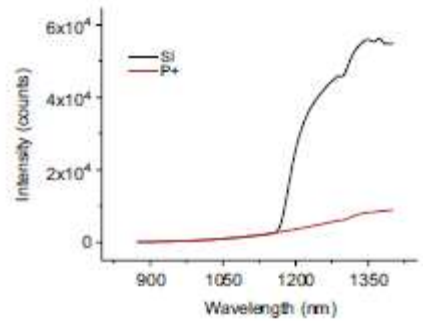
Empiriques (fournisseur ou utilisateur)

=> Matériau, dopage, réponse instrumentale,...



Nouvel échantillon => Bibliothèque ?

## Echantillons dopés



Fort dopage : ~absence de gap

GaAs Si : mesure ok -> ~700°C  
? Dopage : 550° C ?

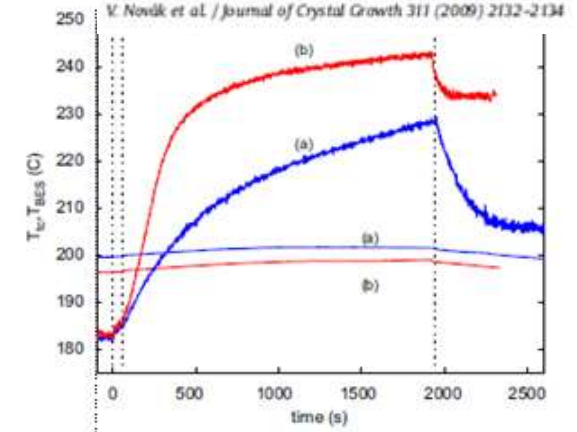
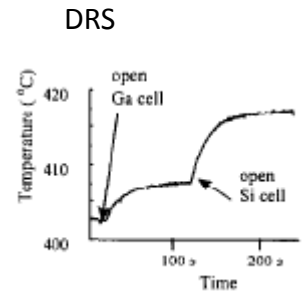
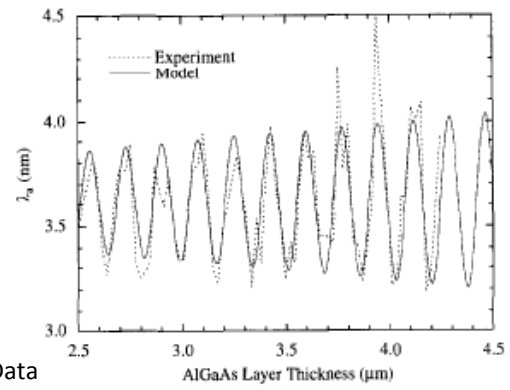
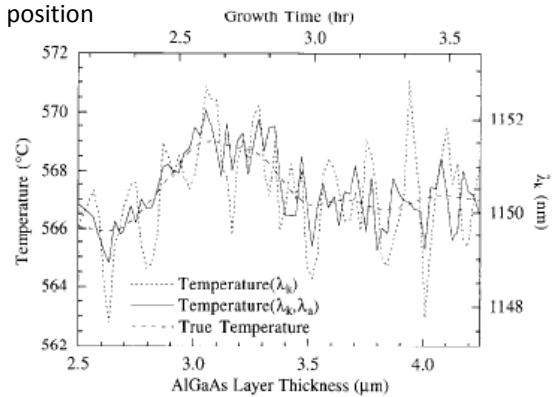


Fig. 1. Substrate temperatures measured by the thermocouple (thin lines) and the band-edge spectroscopy (thick lines). The grown layers differ by the Mn flux, corresponding to Mn contents of 2.5% (curve a), and 7% (curve b). Times  $t = 0$  (opening the Ga source),  $t = 60$  s (opening the Mn source), and  $t = 1950$  s (closing Ga and Mn sources) are indicated by dotted vertical lines.

## Perturbations par interférences



Compensation : Data processing sur la position du « knee »



*Band-edge :*

~ Basse T ; Complémentarité pyro (corrigé)- Band-Edge (outil proposé par les fournisseurs)

? *Retours utilisateurs*

? Fournisseurs (K Space, SVT,...) : large palette sur les différents matériaux : du proche IR (ex GaAs) au visible (ex SiC)

? *Retours d'expérience ?? (silicium?)*

## CONCLUSION

- ❑ Balayage très partiel de quelques unes des nombreuses techniques implémentées. (Avec un critère majeur sur la possibilité associée d'un feed-back en temps réel sur la croissance)
- ❑ Dans un contexte très varié (et exigeant) en termes de matériaux et procédés, le pyromètre/tc reste a minima un outil de base,
- ❑ développement des techniques optiques complémentaires (comme notamment le band-edge, l'interferométrie ,...)
- ❑ Pas de technique universelle mais , dispositifs modulaires de plus en plus complets proposés à l'épitaxieur