

УДК 533.924 :536.5

ЛАЗЕРНАЯ ТЕРМОМЕТРИЯ ТВЕРДЫХ ТЕЛ В ПЛАЗМЕ (обзор)

© 2000 г. А.Н. Магунов

Институт общей физики РАН

Россия, 117942, Москва, ГСП-1, В-333, ул. Вавилова, 38

Поступила в редакцию 21.06.99 г.

Рассматриваются принципы, особенности и ограничения ряда новых бесконтактных методов определения температуры твердого тела. Термометрия основана на дистанционном измерении температурно-зависимых параметров твердого тела с помощью зондирующего светового пучка. Обсуждаются задачи и условия измерения температуры поверхности в газовых разрядах, способы проверки влияния плазмы на оптические параметры твердого тела. Методы оцениваются по ряду критериев, важных при практическом применении в условиях электромагнитных помех, оптического излучения разряда, частой смены исследуемых образцов. Диапазон измеряемых температур для некоторых методов превышает 1000 К, различные градации температуры составляют обычно $0.1 \div 1$ К. Относительная чувствительность большинства лазерных методов не ниже, а в некоторых случаях в $10 \div 100$ раз выше, чем традиционных методов термометрии. Приведены результаты, имеющие методическое значение для развития температурной диагностики процессов на границе раздела плазма-поверхность. Обозначены нерешенные проблемы нового направления термометрии.

Введение

Цель обзора - дать представление о состоянии, проблемах и перспективах быстро развивающихся методов бесконтактной термометрии твердого тела применительно к измерениям в газоразрядной плазме. Процессы с применением плазмы составляют примерно 50% технологических операций при создании интегральных схем. При изготовлении каждого микропроцессора для компьютера обработка плазмой поверхности кристалла происходит $30 \div 100$ раз. Диагностика взаимодействия плазмы с поверхностью является ключевой проблемой в плазменной и плазмохимической микротехнологии [1]. Переход от технологии, как суммы эмпирических приемов, к понятной и полностью управляемой последовательности физико-химических процессов, может осуществиться только с помощью диагностической системы, в которой одно из важных мест занимает термометрия *in situ*.

Температурные измерения позволяют судить о скорости и других особенностях теплообмена и, тем самым, изучать в реальном времени взаимодействие плазмы с твердым телом [2]. Для технологического контроля при нанесении пленок и травлении микроструктур в плазме термометрия является одним из важнейших методов [3], поскольку от температуры поверхности зависят состав [4], структурные и оптические свойства наносимых пленок [5], скорости травления [6] и осаждения [7]. Однако, с помощью традиционных методов (термопар, термометров сопротивления, фоторегистрации теплового излучения подложек и структур) за несколько десятилетий не удалось разработать надежную термометрию поверхности в плазме: как и 30 лет назад [8], измерение температуры является трудной задачей.

Ряд проблем и ограничений, свойственных традиционным методам при измерениях температуры поверхности в плазме, удастся преодолеть с помощью лазерной термометрии, основанной на зондировании твердого тела с целью измерить какой-либо из температурно-зависимых оптических параметров. Для физики газового разряда и низкотемпературной плазмы появление новых методов термометрии заметно расширило круг явлений, доступных для исследований, включив в него процессы, сопровождающиеся поглощением или выделением энергии на поверхности.

Для каждого из методов лазерной термометрии будем рассматривать принцип измерения, особенности и ограничения, а также следующие характеристики, важные при практическом применении термометрии: температурную чувствительность и помехозащищенность сигнала, диапазон измеряемых температур, инерционность измерения, производительность метода, сложность оптической схемы. Для некоторых методов будут приведены примеры измерений в плазме и полученные результаты, имеющие значение для развития температурной и тепловой диагностики.

Задачи и проблемы температурных измерений в плазме

Основные предпосылки создания и применения новых методов термометрии заключаются в необходимости исследовать плазмохимические реакции на поверхности, наблюдать температурные режимы в плазменной микротехнологии, а в перспективе - управлять этими режимами. Известно, что химические превращения сопровождаются выделением или поглощением тепла в зоне реакции, поэтому плазмохимическую кинетику можно изучать по скорости изменения температуры [9]. В последние годы теплообмен неравновесной плазмы с поверхностью активно изучается [10-12].

Основная проблема при выяснении механизмов плазмохимических процессов на поверхности состоит в разделении эффектов, вызываемых разными частицами [13]. Вероятно, развитие метода диагностики плазмохимических процессов, аналогичного термическому анализу [14], позволит селективно регистрировать реакции разных частиц по их тепловыделению. В частности, корреляция между скоростью тепловыделения на поверхности и изменением концентрации каких-либо частиц в объеме разряда может дать способ идентификации химически активных частиц.

Препятствием для осуществления тепловой диагностики плазмохимических реакций на поверхности являлось в течение многих лет практическое отсутствие методов термометрии твердого тела в плазме. Традиционная контактная термометрия поверхности оказалась неэффективной в условиях сильных электромагнитных полей, высоких электрических потенциалов на поверхности образца и держателя, частой смены исследуемых образцов [15-17]. Применение радиационной термометрии затруднено вследствие низкой излучательной способности ряда материалов (металлов, оптически тонких полупроводников), присутствия фонового неравновесного излучения плазмы, отражений света от стенок реактора и поверхности образца, влияния интерференции в тонких поверхностных пленках на спектр теплового излучения [18].

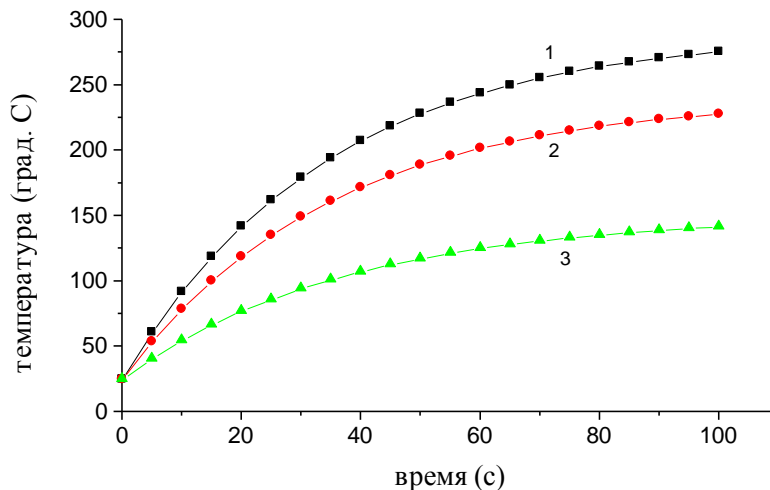


Рис.1. Зависимость температуры кварцевой пластинки (толщина 1 мм, диаметр 10 см) на водоохлаждаемом ВЧ-электроде от времени после зажигания разряда в кислороде при давлении 10 Па. Межэлектродное расстояние 7 см. Вкладываемая мощность, Вт: 380 (1), 300 (2), 200 (3). Измерения проведены методом лазерной интерференционной термометрии.

Температура поверхности во многих работах не является независимой переменной, которую задают извне. В большинстве исследовательских и промышленных установок микротехнологии температура после зажигания разряда является неизвестной функцией

времени. Часто без достаточных оснований полагают, что температура подложки в разряде не отличается от температуры массивного плоского держателя, на котором она свободно лежит. Такая гипотеза, как показано неоднократно [19-21], неверна: при низких давлениях (~1 Торр или ниже) отличие температур термостатированного держателя и образца увеличивается во времени после зажигания разряда, и через 30 ÷ 300 с обычно достигает десятков или сотен градусов (рис. 1).

В обзорах [22-25], посвященных методическим вопросам диагностики в плазменной микротехнологии, термометрия не обсуждается. Систематические исследования в этом направлении не проводились, поэтому надежно установленных фактов, содержащихся в большинстве работ, недостаточно для анализа и выводов. Измерения температуры поверхности образца в плазме и определение температурных зависимостей в плазмохимических процессах на поверхности проводятся с помощью традиционных методов в сотни раз реже, чем спектральные, зондовые, микроволновые измерения параметров разряда или эллипсометрические измерения скоростей травления и осаждения пленок на подложках. Это означает, что традиционные методы термометрии не сочетаются по производительности, трудоемкости и надежности измерений с современными средствами диагностики плазмы и поверхности. Методы и возможности этой диагностики постоянно совершенствуются, и разрыв между ними и традиционной термометрией увеличивается. Вероятность проведения в будущем систематических исследований в области взаимодействия плазмы с поверхностью с помощью контактной или радиационной термометрии практически отсутствует.

В настоящее время остаются неизученными такие принципиальные вопросы, как взаимодействие и конкуренция термической и нетермической активации плазмохимических реакций на поверхности, влияние плазмы на макрокинетику каталитических тепловых процессов (в частности, возможность ионно-стимулированного теплообмена возбужденных нейтральных частиц с поверхностью), макрокинетика экзотермических процессов и т.д. Очевидно, что решение проблемы термометрии является первым необходимым условием для развития диагностики плазмохимических процессов на поверхности.

Постановка задачи по созданию метода термометрии в плазме

Требования к методам термометрии, предназначенным для измерений в плазме, можно сформулировать следующим образом: а) отсутствие гальванической связи датчика с регистрирующим прибором; б) независимость результатов измерения от фонового излучения в реакторе и от состояния оптических окон; в) температурная чувствительность

должна быть не ниже, чем у традиционных методов и измеряемый сигнал должен быть достаточен для надежной регистрации в широком диапазоне температур; г) быстродействие должно быть достаточным для измерения нестационарной температуры поверхности в импульсных разрядах; д) должны быть обеспечены как локальные измерения, так и термография поверхности любых материалов (металлов, полупроводников, диэлектриков) независимо от состояния поверхности (шероховатость, тонкие пленки и т.д.); е) применимость метода как для единичных, так и для рутинных измерений температуры неподвижных и движущихся объектов в плазме.

Регистрируемое изменение какого-либо параметра светового пучка при взаимодействии с твердым телом, позволяющее восстановить температуру тела, будем называть сигналом. Высокая помехозащищенность сигнала необходима потому, что плазма является источником электрических помех в широком диапазоне частот (от долей герца до гигагерц), порождаемых флуктуациями и неустойчивостями разряда, микропробоями типа взрывной эмиссии и т.д. Оптическое фоновое излучение низкотемпературной плазмы перекрывает спектральный диапазон от вакуумного ультрафиолета (длины волн $\lambda \sim 100$ нм) до дальнего инфракрасного ($\lambda \sim 100$ мкм). Метод термометрии можно считать полностью помехозащищенным, если отношение сигнал/шум ≥ 100 .

Повышенная чувствительность сигнала к изменению температуры необходима потому, что основная информация о тепловых потоках из плазмы на поверхность заключена в производных нестационарной температуры по времени [26], погрешность вычисления которых примерно на порядок (для первой производной) или два порядка (для второй производной) выше погрешности измерения температуры. От чувствительности и точности метода зависит возможность использовать производные для анализа тепловых эффектов. На рис.2 показаны временные зависимости температуры $\theta(t)$, а также первой ($d\theta/dt$) и второй ($d^2\theta/dt^2$) производных после зажигания разряда и развития тепловой неустойчивости в ходе экзотермической плазмохимической реакции на поверхности монокристалла кремния [27].

Одним из важных требований к методу термометрии является высокая производительность измерений. Метод можно считать производительным, если на подготовку эксперимента затрачивается меньше времени, чем на его проведение. С современными методами диагностики плазмы может сочетаться в едином комплексе только производительный метод термометрии, позволяющий выполнять в день сотни измерений (каждый раз с новым образцом).

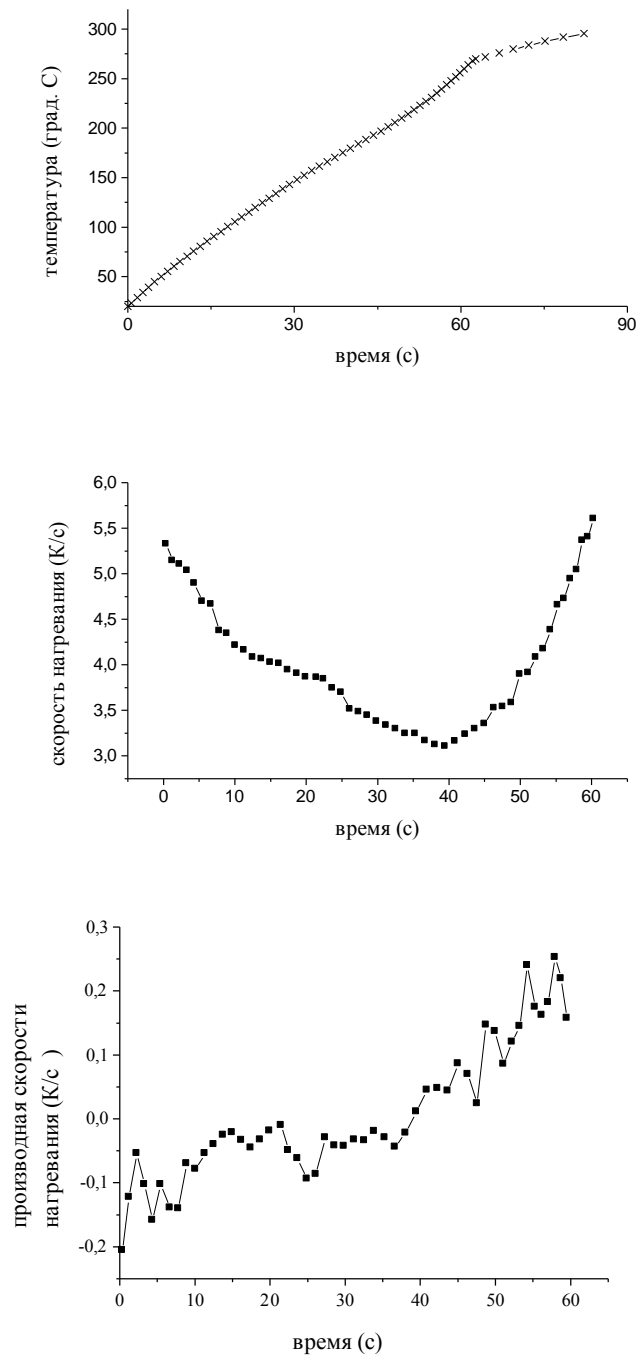


Рис.2. а) Зависимость температуры $\theta(t)$ кристалла кремния с полимерной пленкой от времени после зажигания ВЧ разряда в кислороде при давлении 50 Па. Толщина кристалла 0.48 мм, толщина пленки 1.6 мкм. Вкладываемая ВЧ мощность 230 Вт. б) Скорость нагревания $d\theta/dt$ кристалла с пленкой в разряде. в) Вторая производная $d^2\theta/dt^2$ температуры кристалла с пленкой в разряде.

Возможность наблюдения температурного поля поверхности в плазме актуальна по той причине, что скорости (V) некоторых плазмохимических процессов на поверхности связаны с ее температурой аррениусовой зависимостью

$$V \sim \exp(-\Delta E / k\theta),$$

где ΔE - энергия активации. Характерные значения ΔE для разных плазмохимических реакций лежат в интервале $0.1 \div 1$ эВ, поэтому пространственная неоднородность температуры $\theta(x,y)$ преобразуется в экспоненциально усиленную пространственную неоднородность скоростей травления и осаждения $V(x,y)$.

Существенным преимуществом метода является однозначная идентификация регистрируемого сигнала, основанная на качественных отличиях формы или интенсивности сигнала в случаях нормального и нарушенного процесса. Нарушения связаны с отклонениями экспериментального процесса от нормы (например, в реакторе отсутствует или неправильно установлен образец, на фотоприемник попадает только часть оптического пучка, содержащего информацию о температуре образца, или падает постороннее излучение и т.д.). Эта характеристика методов термометрии названа “идентифицируемостью сигнала” [28]. Пример однозначно идентифицируемого сигнала при измерении температуры образца приведен на рис.3.

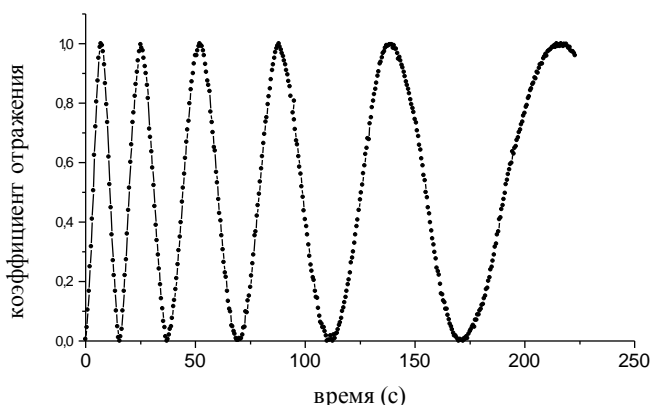


Рис.3. Интенсивность отраженного света (длина волны 633 нм) при нагревании кварцевой пластинки толщиной 1 мм в ВЧ разряде. Форма сигнала обусловлена интерференцией света в пластинке, оптическая толщина которой изменяется во времени вследствие температурных зависимостей показателя преломления и геометрической толщины.

Последовательность резонансов Фабри-Перо свидетельствует о том, что лазерный пучок взаимодействует с прозрачной плоскопараллельной пластинкой, оптическая толщина которой изменяется во времени вследствие повышения температуры. Повышение температуры, в свою очередь, указывает на то, что в реакторе возбужден и поддерживается разряд. В случае, когда в реакторе нет разряда, и температура пластинки постоянна во времени, вместо последовательности резонансов регистрируется постоянная интенсивность света. Если же в реакторе нет пластинки, регистрируется практически нулевая интенсивность, т.к. коэффициент отражения от шероховатой поверхности электрода (на который кладут пластинку) очень мал. Постороннее излучение может изменить только

постоянную составляющую, но не характер сигнала. В некоторых случаях идентифицируемость сигнала настолько важна для достижения высокой надежности результатов, что исследователи предпочитают более сложную схему измерения для выработки сигнала с однозначно различимой формой.

Создание универсального метода, объединяющего все перечисленные свойства, является неосуществимой задачей. Однако, несколько специализированных методов лазерной термометрии твердого тела представляют в целом хорошее приближение к решению задачи, что и делает эти методы наиболее перспективными именно для применения в плазменных и плазмохимических исследованиях, а также для технологического контроля в реальном времени.

Активная термометрия

При взаимодействии светового пучка с твердым телом изменяются параметры пучка (интенсивность, поляризация, частотный и угловой спектры и т.д.). Степень изменения каждого из этих параметров определяется свойствами как твердого тела, так и пучка, а также условиями взаимодействия. Измерение оптических параметров твердых тел с помощью зондирующего излучения лежит в основе активной оптической термометрии. Выбор характеристик светового пучка (обычно лазерного), условий взаимодействия света с объектом, а также условий регистрации сигнала позволяет проводить измерение ряда температурно-зависимых параметров твердого тела [28]. Для измерений могут быть использованы температурные зависимости ширины запрещенной зоны E_g полупроводниковых и диэлектрических кристаллов, действительной и мнимой частей комплексного показателя преломления, концентрации и подвижности свободных носителей заряда, плотности фононов для каждой разрешенной моды колебаний решетки и т.д.

Общая схема преобразования температуры твердого тела в регистрируемый сигнал состоит из двух этапов: температура (θ) \rightarrow оптический параметр твердого тела (X) \rightarrow измеряемый параметр светового пучка (Z). Зависимости $X(\theta)$ и $Z(X)$ должны быть известны. Первый этап преобразования ($\theta \rightarrow X$) определяется свойствами материала.

Зависимость $Z(X)$ фактически содержит ряд свободных параметров, выбираемых экспериментатором. Сюда относятся длина волны излучения, угол падения света на поверхность, поляризация света и т.д. Возможность задавать свободные параметры позволяет иногда в широких пределах варьировать условия взаимодействия света с веществом. Сочетание параметров зондирующего пучка, условий облучения образца и способа считывания сигнала определяет одну из возможных схем термометрии, что обуславливает многообразие методов лазерной термометрии.

Таблица 1. Возможные варианты облучения и взаимодействия света с полупроводниковой пластинкой, изготовленной из слаболегированного полупроводника с шириной запрещенной зоны $E_g \geq 25k\theta_0$, где $\theta_0 \approx 300$ К.

	Область полной или частичной прозрачности ($\alpha h \leq 1$)	Область непрозрачности ($\alpha h \gg 1$)
Пропускание T(λ, θ)	1) монохроматический свет, интерференция: $\Delta(kh) \ll \pi/n$ 2) монохроматический свет или сплошной спектр, многократные отражения без интерференции: $\Delta(kh) \gg \pi/n$	-
Отражение R(λ, θ)	1) монохроматический свет, интерференция: $\Delta(kh) \ll \pi/n$ 2) монохроматический свет или сплошной спектр, многократные отражения без интерференции: $\Delta(kh) \gg \pi/n$	1) монохроматический свет: $\Delta\lambda \ll \lambda_0$ 2) спектр

Обозначения: α , см^{-1} - коэффициент поглощения; h , см - толщина; $k=2\pi/\lambda$, см^{-1} - волновое число; n - показатель преломления.

В табл. 1 показаны варианты методов, в которых регистрируется интенсивность отраженного или проходящего света, а искомая температура определяет коэффициенты отражения (R) и пропускания (T). Выбор длины волны зондирования определяет одну из возможных схем взаимодействия света с одной и той же полупроводниковой пластинкой: при $h\nu > E_g$ и $\alpha h \gg 1$ пластинка непрозрачна, и свет отражается от одной поверхности; при $h\nu \sim E_g$ и $\alpha h \sim 1$ свет взаимодействует с двумя поверхностями частично прозрачной пластинки; при $h\nu < E_g$ и $\alpha h \ll 1$ свет взаимодействует с двумя поверхностями прозрачной пластинки. В двух последних случаях результат взаимодействия зависит также от длины когерентности зондирующего света. Если же зондирующее излучение имеет широкий сплошной спектр, коротковолновая часть спектра попадает в область непрозрачности материала, а длинноволновая - в область прозрачности. В этом случае особое значение для термометрии имеет достаточно узкий участок спектра, в котором наблюдается переход от полной непрозрачности к частичной или полной прозрачности.

Наличие второго этапа преобразования $X \rightarrow Z$, допускающего разнообразное и непрерывное изменение условий считывания, принципиально отличает методы лазерной термометрии от термоэлектрических методов, в которых преобразование $\theta \rightarrow Z$ отражает свойства материала и не допускает усиления или ослабления коэффициента преобразования.

Разнообразие схем считывания позволяет создавать как не слишком чувствительные методы активной термометрии с широким диапазоном измеряемых температур [29], так и высокочувствительные методы с более узким температурным диапазоном [30], а иногда объединять в одном методе широту диапазона с высокой чувствительностью [31].

Чувствительность S метода определяется следующим образом [28]:

$$S = Z_0^{-1} \cdot (\partial Z / \partial X) \cdot (\partial X / \partial \theta) \quad (1)$$

Величина Z_0 вводится в (1) для представления S в единицах K^{-1} или $\% \cdot K^{-1}$ (относительное изменение сигнала при изменении температуры на 1K). В качестве масштаба Z_0 используется либо величина сигнала до начала температурных измерений (например, при $\theta = 300 K$), либо величина сигнала при текущей температуре (тогда вместо Z_0 в выражение подставляют Z). Выражение (1) можно представить в виде произведения двух коэффициентов чувствительности:

$$S = S_1 \cdot S_2, \text{ где } S_1 = Z_0^{-1} \cdot (\partial Z / \partial X) \text{ и } S_2 = \partial X / \partial \theta, \quad (2)$$

величина S_2 определяется свойствами материала, величина управляющей функции S_1 - выбором оптической схемы считывания информации.

Основная проблема при реализации любой схемы лазерной термометрии состоит в том, чтобы использовать модель взаимодействия света с образцом, правильно описывающую процесс формирования регистрируемого сигнала, его зависимость от свойств материала, формы образца, особенностей поверхности и, естественно, от температуры. На рис.4 показана одна из типичных схем оптической термометрии в плазмохимическом реакторе [21].

Применение лазерного пучка для зондирования образца делает методы термометрии помехозащищенными. Зондирующий пучок имеет устойчивые признаки (длина волны, поляризация, направление распространения), позволяющие его идентифицировать и выделить на фоне оптических помех при сравнительно небольшой мощности лазера, используемого для измерений (обычно $\leq 5 \div 10$ мВт для большинства схем термометрии на основе линейной оптики). Дополнительные приемы (например, модуляция интенсивности и синхронное детектирование сигнала) позволяют получать отношение сигнал/шум ~ 1000 , ограниченное сверху только шумами лазерного излучения. На пучок, распространяющийся в свободном пространстве, не влияют электрические помехи. При пониженных давлениях газа в реакторе ($p \leq 10$ Торр) на распространение пучка не влияют газодинамические эффекты (градиенты плотности газа и т.д.). Таким образом, проблема защиты от помех различной природы оказалась решенной при переходе от пассивных традиционных методов

термометрии к активному зондированию исследуемого объекта. Полностью устранена также проблема ненадежности теплового контакта датчика с поверхностью, поскольку наличие контакта оптического пучка с образцом определяется визуально, и его надежность не уменьшается со временем из-за вибраций, деформаций, температурных воздействий и химической активности среды.

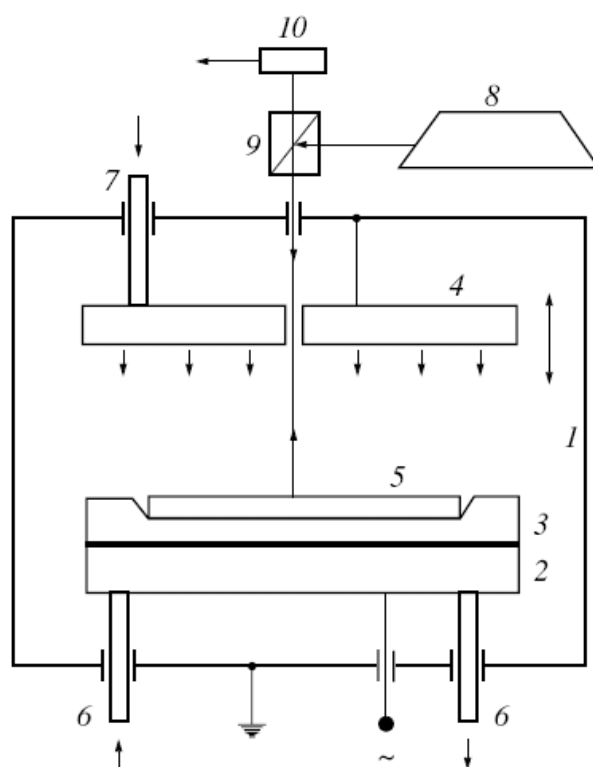


Рис. 4. Схема лазерной термометрии в реакторе плазмохимического травления RDE 300 (СІТ Alcatel). 1- корпус, 2- потенциальный электрод, 3- держатель пластины, 4- заземленный электрод, 5- кремниевая или кварцевая пластина, 6- система охлаждения, 7- система напуска газа, 8- лазер, 9- светоделительный кубик, 10- фотоприемник.

По производительности измерений достигнут уровень, характерный для оптических методов диагностики: количество измерений в течение одного дня может превышать 10^3 и ограничено не затратами времени на юстировку оптической схемы лазерного термометра, а скоростью смены образцов или согласования генератора с реактором, скоростью остывания стенок реактора и другими причинами, не связанными с термометрией. Столь существенное увеличение производительности измерений (по меньшей мере, в $100\div 300$ раз по сравнению с термопарным методом) позволило осуществлять технологический контроль плазменных процессов [32,33], а также начать систематическое изучение механизмов теплообмена и тепловых эффектов химических реакций при взаимодействии неравновесной плазмы с поверхностью [34,35].

Термометрия поверхности

В этом разделе рассмотрим ряд методов, основанных на регистрации различных оптических эффектов при взаимодействии зондирующего пучка с одной поверхностью объекта, помещенного в плазму. Во всех этих методах регистрируются параметры светового пучка, отраженного только от лицевой поверхности образца. В случае, когда материал прозрачен и образец имеет две отражающие поверхности, зондирование проводят под углом к нормали, чтобы пространственно разделить пучки, отраженные верхней и нижней поверхностями, и исключить попадание на фотоприемник света, отраженного второй поверхностью. При такой геометрии зондирования методы могут применяться для термометрии любых материалов (металлов, полупроводников, диэлектриков).

Тепловое расширение материала. Период дифракционной решетки, сформированной на поверхности непрозрачного кристалла с помощью стандартных методов литографии [36], увеличивается с температурой. При освещении решетки монохроматическим излучением (рис.5) можно зарегистрировать температурную зависимость углов дифракции

$$\varphi = \arcsin(m\lambda/a),$$

где λ - длина волны, a - период решетки, $m=1,2,\dots$ - порядок дифракции. Измерив в плоскости фотоприемника перемещение пучка, отраженного, например, в первом порядке дифракции ($m=1$), можно определить изменение температуры по известному коэффициенту термического расширения кристалла [37]. Для повышения точности проводится измерение расстояния L между пучками, отраженными в (+1) и (-1) порядки, при этом чувствительность $dL/d\theta \approx -N\lambda\beta/a$, где N - расстояние от решетки до фотоприемника, β - коэффициент термического расширения материала, свет падает по нормали.

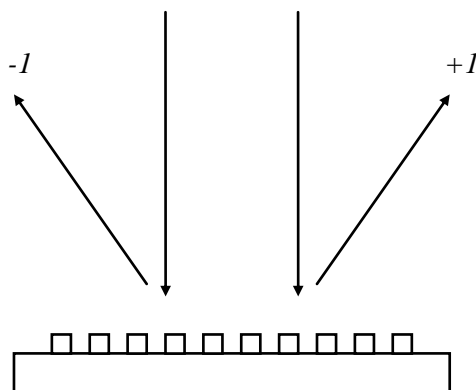


Рис.5. Схема термометрии по тепловому расширению микроструктуры на поверхности кристалла. При увеличении температуры уменьшается угол дифракции света. Измеряют расстояние между центрами пучков, дифрагировавших в (+1) и (-1) порядки. Параметр решетки $1\div 3.33$ мкм, длина волны зондирования 633 нм.

При $H=40$ см, $\lambda=0.63$ мкм, $\beta=4 \cdot 10^{-6}$ К $^{-1}$ получаем $dL/d\theta \approx 4 \cdot 10^{-5}$ см/К. Современные средства измерений (матричные фотоприемники на приборах с зарядовой связью и т.д.) позволили в данном случае создать действующие измерители температуры на основе очень слабого температурного эффекта: при изменении температуры на 100 К период дифракционной решетки, имеющей 330 штрихов/мм, изменяется всего на 1.3 нм, т.е. на 0.04%. Метод активно применялся для исследования взаимодействия химически активной плазмы с поверхностью кремния [37,38].

В дальнейшем метод был модифицирован [39,40]: освещение решетки проводилось под углом к нормали симметрично с двух сторон двумя лазерами, а отражение в первом порядке дифракции происходило по нормали к поверхности. При изменении температуры регистрировалась последовательность муаровых полос от интерференции двух лазерных пучков. Достигнуто разрешение по температуре $\Delta\theta \approx 0.3$ К. Для реализации предельно простой идеи термометрии по тепловому расширению кристалла требуется сформировать на поверхности дифракционную решетку площадью ~ 1 мм 2 с периодом $a \approx 0.3 \div 3$ мкм (300÷3000 штрихов/мм) и глубиной травления ~ 0.1 мкм.

Сигнал в данном методе обладает свойством идентифицируемости: дифракция возникает только в том случае, когда свет попадает на решетку. Достоинством метода является его универсальность: решетку можно сформировать на поверхности любого материала. Однако, сложность оптической схемы и необходимость проведения литографических операций для создания на подложке периодической структуры ограничивают перспективы его применения. Метод предназначен главным образом для единичных исследовательских измерений. Возможность его применения для технологического контроля сомнительна. Получить пространственное распределение температуры $\theta(x,y)$ по поверхности этим методом практически невозможно.

Интересная разновидность метода, получившая название лазерной экстенсометрии, основана на регистрации параметров спекл-структуры лазерного пучка, отраженного от шероховатой поверхности [41,42]. Никакие дополнительные операции по созданию микрорельефа не требуются, используется естественная шероховатость, свойственная любой поверхности. При изменении температуры и расстояния между элементами микрорельефа регистрируют изменение спекл-структуры, определяют это изменение расстояний (по сравнению с состоянием до начала нагревания) и по известному коэффициенту термического расширения материала находят искомую температуру. Метод лазерной экстенсометрии можно применять для термометрии любых поверхностей в температурном диапазоне до 1500÷2000 °С. Погрешность измерения температуры ≤ 0.5 К.

Отражение света от полупространства. В случае падения линейно поляризованного света на поверхность поглощающего материала под углом φ к нормали выражения для коэффициентов зеркального отражения имеют вид [43]:

$$R_s = [(a - \cos\varphi)^2 + b^2] \cdot [(a + \cos\varphi)^2 + b^2]^{-1} \quad (3)$$

$$R_p = R_s \cdot [(a - \sin\varphi \cdot \operatorname{tg}\varphi)^2 + b^2] \cdot [(a + \sin\varphi \cdot \operatorname{tg}\varphi)^2 + b^2]^{-1} \quad (4)$$

где $2a^2 = [(n^2 - \kappa^2 - \sin^2\varphi)^2 + 4n^2\kappa^2]^{1/2} + (n^2 - \kappa^2 - \sin^2\varphi)$,

$$2b^2 = [(n^2 - \kappa^2 - \sin^2\varphi)^2 + 4n^2\kappa^2]^{1/2} - (n^2 - \kappa^2 - \sin^2\varphi),$$

$n - i\kappa$ - комплексный показатель преломления, индексы s и p обозначают поляризацию света соответственно в плоскости поверхности и в плоскости падения.

Для падения света по нормали к поверхности из (3) и (4) следует формула Бера:

$$R = [(n-1)^2 + \kappa^2] \cdot [(n+1)^2 + \kappa^2]^{-1} \quad (5)$$

Коэффициенты отражения R_s и R_p изменяются с температурой поверхности вследствие того, что действительная (n) и мнимая (κ) части комплексного показателя преломления зависят от температуры. Для сильнопоглощающего материала возможна термометрия при зондировании поверхности под любым углом, для пластин из прозрачного материала необходимо облучать поверхность под углом к нормали. На рис.6 показана температурная зависимость коэффициента отражения при нормальном падении света на монокристаллический кремний. В работах [29,44] этот метод применен для измерения температуры вплоть до точки плавления кремния. При облучении кристалла кремния на длине волны $\lambda=0.633$ мкм во всем диапазоне температур выполняется условие $n \gg \kappa$, поэтому выражение (5) принимает простой вид $R = [(n-1)/(n+1)]^2$. При изменении температуры на 1 К показатель преломления ($n \approx 4$) изменяется на $\Delta n \approx 2 \cdot 10^{-4}$. Изменение температуры кристалла на 200 К (от комнатной) сопровождается изменением коэффициента отражения от $R \approx 0.35$ до $R \approx 0.36$, т.е. относительное изменение составляет $\sim 3\%$.

Преобразование $(\partial n / \partial \theta) \rightarrow (dR / d\theta)$ происходит с существенным ослаблением:

$$dR/d\theta = 4(n-1)(n+1)^{-3} \cdot (\partial n / \partial \theta) \leq 0.15(\partial n / \partial \theta)$$

Величина $S_1 = R^{-1}(dR/dn)$ для данной схемы измерения составляет 0.36. Производная $\partial n / \partial \theta$ для большинства материалов составляет $10^{-5} \div 10^{-4}$. Достижение погрешности измерений, не превышающей 1 К, в оптической схеме со столь низкой температурной чувствительностью сигнала возможно при условии, что лазер стабилизирован по интенсивности, а система регистрации имеет высокую фотометрическую точность.

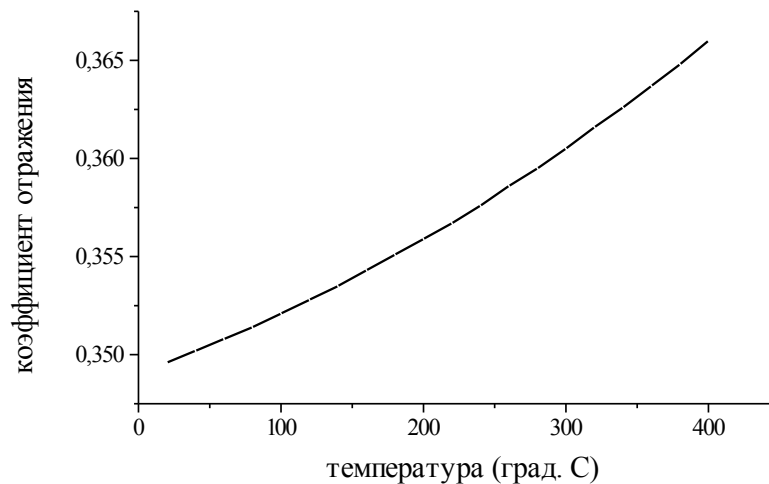


Рис.6. Температурная зависимость коэффициента отражения света (633 нм) от поверхности монокристалла кремния при нормальном падении.

Перспективно использовать дифференциальную схему с опорным пучком для регистрации малых температурных изменений коэффициента отражения света [45]. Для больших углов падения света ($\varphi \approx 85^\circ$) разработан дифференциальный метод без опорного пучка, в основе которого лежит регистрация разности коэффициентов отражения $R_s - R_p$ для двух поляризаций света в одном зондирующем пучке [46]. Различаемые температурные градации в дифференциальном режиме для монокристалла кремния на длине волны $\lambda=0.633$ мкм не превышают 0.5 К. Коэффициенты отражения при наклонном падении света на поверхность кремния при температурах 293 и 673 К показаны на рис.7.

Метод термометрии по коэффициенту отражения от полированной поверхности может применяться для случаев, когда изменение R обусловлено только изменением температуры, а характер взаимодействия света с поверхностью качественно не меняется. Если R изменяется во времени по причинам, не связанным с температурой (например, из-за развития шероховатости или образования пленки на поверхности), точность определения температуры падает и метод становится ненадежным, так как в течение эксперимента меняются не только параметры модели, описывающей взаимодействие света с поверхностью, но и сама модель.

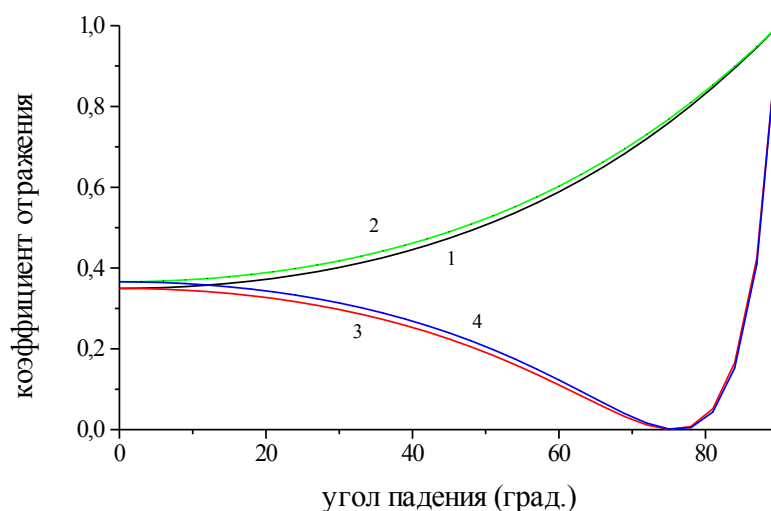


Рис.7. Угловая зависимость коэффициента отражения света (633 нм) с s-поляризацией (1,2) и p-поляризацией (3,4) от поверхности монокристалла кремния при температурах 20 °С (1,3) и 400 °С (2,4).

Инерционность измерений определяется временем, в течение которого образец прогревается на глубину, превышающую глубину формирования отраженной волны. Например, в поглощающей среде отраженная волна формируется в слое толщиной, сравнимой с α^{-1} , где α , см^{-1} - коэффициент поглощения света. Для кремния на длине волны $\lambda=0.633$ мкм и $\alpha \approx 4 \cdot 10^3$ см^{-1} время прогрева и мера инерционности измерения $\tau \approx 3 \cdot 10^{-8}$ с. Локальность измерения определяется диаметром лазерного пучка на поверхности и для обычных условий эксперимента составляет $0.3 \div 1$ мм. Мощность излучения, зеркально отраженного от поверхности, составляет для разных материалов $\sim 0.05 \div 0.5$ мощности P_0 зондирующего пучка. При $P_0 \approx 1 \div 5$ мВт отраженная мощность достаточна для регистрации ее на фоне излучения разрядов низкого давления.

Этот метод может применяться в основном для единичных измерений. Можно также облучать поверхность широким пучком и регистрировать отраженный свет матричным фотоприемником для получения картины температурного поля. Идентифицируемость сигнала отсутствует: любое постороннее излучение при попадании на фотоприемник будет регистрироваться как результат отражения от исследуемой поверхности; дрейф мощности лазера также воспринимается как изменение температуры, если отсутствует опорный пучок для контроля мощности и коррекции ее дрейфа.

Модификацией термометрии по отражению от поверхности полупроводников для области криогенных температур можно считать регистрацию спектра отражения в дальнем

ИК диапазоне, где для узкозонных материалов ($E_g \sim 0.3$ эВ для InAs, InSb и т.д.) наблюдается плазменный резонанс [47]. Причина плазменного резонанса - обращение в нуль действительной части ϵ_r диэлектрической проницаемости:

$$\epsilon_r = \epsilon_L - 4\pi n e^2 / m \omega^2 \quad \text{при } \omega \tau \gg 1, \quad (6)$$

где ϵ_L - диэлектрическая проницаемость кристаллической решетки, n - концентрация свободных носителей заряда в кристалле, e и m - заряд и масса электрона, ω - круговая частота электромагнитной волны, τ - время релаксации импульса свободных носителей.

Край плазменного отражения заметно сдвигается с температурой в коротковолновую область, поскольку концентрация собственных носителей заряда $n \sim \exp(-E_g/k\theta)$ растет экспоненциально с температурой. Край плазменного отражения имеет однозначно идентифицируемую форму в виде резкого минимума отражения (поскольку частота рассеяния мала по сравнению с плазменной частотой) и быстрого увеличения коэффициента отражения практически до единицы. Длина волны λ_p , соответствующая краю отражения определяется соотношением $\lambda_p \sim \exp(E_g/4k\theta)$ и для $E_g \approx 0.3$ эВ изменяется в ~ 4 раза в диапазоне 200÷300 К.

Поляризация отраженного света. При падении светового пучка под углом к нормали наблюдаются не только разные коэффициенты отражения, но и разные изменения фазы отраженных световых волн для s- и p-поляризованных компонент пучка. Регистрация различий фазовых скачков для разных поляризаций света лежит в основе эффективного метода диагностики поверхности - эллипсометрии [48]. Величины фазовых скачков зависят от действительной и мнимой частей комплексного показателя преломления материала. Поскольку обе части зависят от температуры, эллипсометрию можно применить для измерения температуры поверхности. Первые работы по эллипсометрической термометрии монокристаллов кремния и германия появились почти 30 лет назад [49,50].

На исследуемую поверхность направляют световой пучок с известными и регулируемыми параметрами эллипса поляризации (отношением осей эллипса и азимутом большой оси). После отражения параметры эллипса поляризации изменяются, это изменение регистрируют с помощью соответствующей оптической схемы. В наиболее распространенном случае с помощью двух оптических компенсаторов и поляризатора устанавливают такие параметры эллипса поляризации падающего пучка, чтобы отраженный свет был линейно поляризован (рис.8).

Основное уравнение эллипсометрии при отражении света от полупространства связывает измеряемые параметры ψ и Δ с амплитудными комплексными коэффициентами отражения света для p- и s-поляризаций и имеет вид

$$\operatorname{tg}\psi \cdot \exp(i\Delta) = r_p/r_s, \quad (7)$$

где $\operatorname{tg}\psi = |r_p|/|r_s|$, $\Delta = \delta_p - \delta_s$, δ - скачок фазы световой волны при отражении.

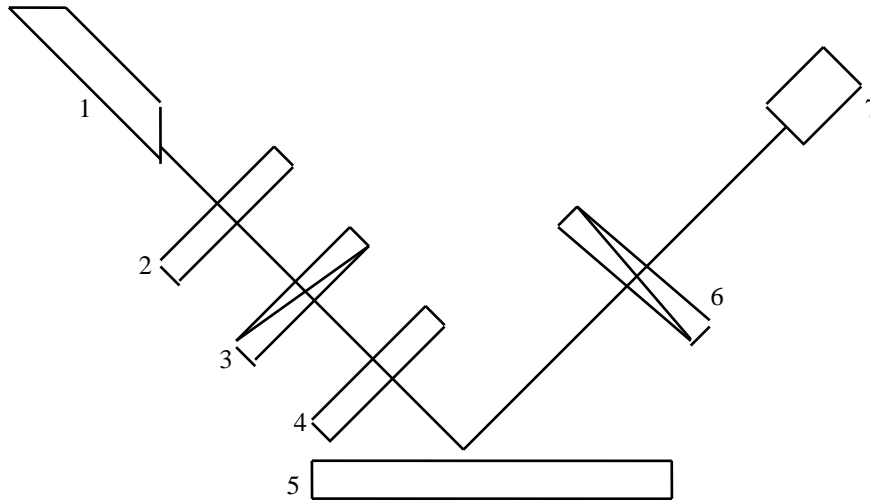


Рис.8. Схема эллисометрической термометрии. 1- газовый лазер, 2,4- компенсатор, 3- поляризатор, 5- образец, 6- анализатор, 7- фотоприемник.

Решая это уравнение (обычно численными методами), находят оптические константы поверхности (n и k). По известным температурным зависимостям $n(\theta)$ и $k(\theta)$ определяют искомую температуру. На рис.9 приведены температурные зависимости эллисометрических параметров Δ и ψ при двух углах падения света на поверхность монокристалла кремния. Диапазон изменения каждого из параметров невелик, но высокая точность измерения углов обеспечивает большое количество различимых градаций и, следовательно, высокую чувствительность измерений. Погрешность метода при термометрии кристаллов Si и GaAs составляет 0.3 К [51].

Известны единичные попытки применить эллисометрию для температурных измерений в разрядах [52]. Препятствием для широкого использования метода является высокая чувствительность эллисометрических параметров к состоянию поверхности (шероховатость, тонкие пленки). Образование или удаление поверхностной пленки толщиной $1 \div 3$ нм оказывает такое же влияние на сигнал, как изменение температуры на $30 \div 100$ К. Шероховатость поверхности приводит к разбросу углов Δ и ψ даже при одинаковой обработке поверхности как от образца к образцу, так и по площади одного кристалла [53]. Не изучено также влияние на эллисометрические параметры электрических полей, действующих в приповерхностном слое образца в плазме. Поскольку в процессе плазменного воздействия происходит модификация и зарядка поверхности, требуется выделять ту часть сигнала, которая связана с температурой. Для этого необходимы

дополнительные данные о состоянии поверхности в разряде, что существенно усложняет задачу. Поэтому метод эллипсометрии не приобрел пока существенного значения для термометрии в плазме.

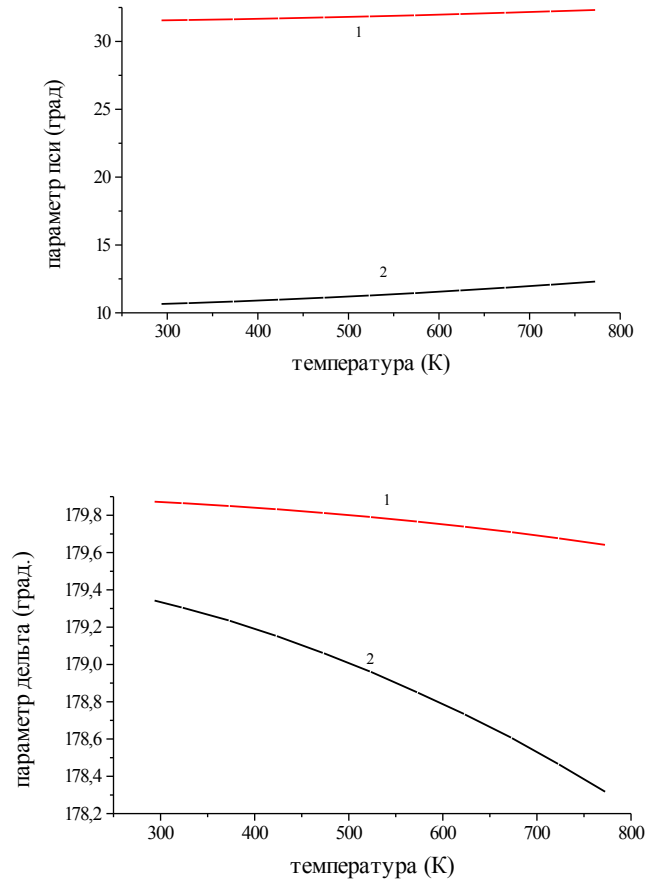


Рис.9. Температурная зависимость эллипсометрических параметров ψ (а) и Δ (б) при углах падения 50° (1) и 70° (2).

Для измерений обычно применяется пучок He-Ne лазера ($\lambda=633$ нм) диаметром $0.1 \div 1$ мм. Быстродействие определяется скоростью измерения параметров Δ и ψ , и для некоторых эллипсометров составляет 1 мс. Диапазон измеряемых температур составляет ~ 1000 К. Термометрия поверхности металлов проводилась в диапазоне до 2000 К [54]. Перспективы применения этого метода для рутинных температурных измерений в технологическом контроле пока не определены.

Комбинационное рассеяние света. Использование спектроскопии комбинационного рассеяния (КР) для термометрии основано на температурной зависимости отношения интенсивностей стоксовой I_S и антистоксовой I_{AS} компонент рассеянного излучения [55]:

$$I_S / I_{AS} = [(v_i - v_p) / (v_i + v_p)]^4 \cdot \exp[(hv_p) / (k\theta)] \quad (8)$$

где ν_i и ν_p - частоты падающего излучения и оптического фонона. При рассеянии излучения аргонового лазера ($\lambda=514.5$ нм) на поверхности кремния ($\nu_p=525$ см⁻¹) получаем $I_S/I_{AS} \approx 10$ при $\theta = 300$ К и $I_S/I_{AS} \approx 3.6$ при $\theta = 500$ К. Таким образом, измеряемое отношение интенсивностей весьма чувствительно к изменению температуры. Возможность термометрии твердого тела методом КР изучалась в ряде работ [56,57]. Показано, что к температуре чувствительно не только отношение I_S/I_{AS} , но также ширина и сдвиг стоксовой компоненты [58]. В последней работе спектр КР регистрировали, облучая алмаз ($\nu_p=1332$ см⁻¹) излучением He-Ne лазера мощностью всего 20 мВт. Более точное выражение для отношения I_S/I_{AS} в некоторых спектральных диапазонах получено в работе [59]. Данный метод обладает свойством идентифицируемости сигнала, поскольку сдвиг частоты неупруго рассеянного света определяется частотой оптического фонона, зависящей от состава и структуры исследуемого образца.

Для термометрии поверхности в плазме этот метод привлекателен тем, что с его помощью можно регистрировать и изучать неравновесные состояния фоновой подсистемы при бомбардировке поверхности заряженными частицами. Однако, здесь возникают две существенные проблемы: 1) вследствие очень низкой эффективности спонтанного КР регистрация спектра рассеянного излучения ведется в режиме счета фотонов (при мощности лазерного пучка 3 Вт мощность рассеянного излучения $< 10^{-15}$ Вт), поэтому необходима селекция спектра КР на фоне сравнительно сильного неравновесного излучения разряда; 2) для измерения нестационарной температуры поверхности необходимо сокращать время накопления сигнала, но при этом труднее выделить слабый сигнал на фоне шумов. Вследствие этого перспективы применения КР для термометрии в разрядах пока не определены.

Люминесценция. Интенсивность неравновесного излучения твердого тела, возникающего при поглощении возбуждающего света, изменяется с температурой. Спектр люминесценции обычно сдвинут в длинноволновую область относительно спектра возбуждения. Имеются два параллельных механизма, под действием которых распадается возбужденное состояние: испускание кванта света и безызлучательный переход. При увеличении температуры с большей вероятностью происходит безызлучательный распад возбужденных состояний после поглощения света. По этой причине интенсивность люминесценции падает с температурой. Для наиболее простого случая запишем уравнение для скорости, с которой изменяется концентрация n возбужденных уровней вследствие излучательных (с частотой ν_i) и безызлучательных (с частотой ν_h) переходов:

$$dn/dt = G - (\nu_i + \nu_h)n,$$

где G - скорость объемной генерации уровней под действием возбуждающего излучения. Известна частота безызлучательных переходов [60]

$$v_h = v_o \exp(-\Delta E/k\theta),$$

где $v_o = \text{const}$, ΔE - энергия активации, k - постоянная Больцмана.

Тогда стационарная интенсивность фотолюминесценции I_{PL} связана с температурой соотношением

$$(I_{PL})^{-1} \sim 1 + (v_o/v_i) \exp(-\Delta E/k\theta) \quad (9)$$

Синтезированы вещества, у которых интенсивность люминесценции уменьшается на 1÷3% при увеличении температуры на 1 К [61,62]. Время затухания люминесценции $\tau = (v_i + v_h)^{-1}$ после импульсного возбуждения также зависит от температуры. Обе эти зависимости - интенсивности и длительности послесвечения от температуры - могут лежать в основе методов термометрии.

Например, температуру в диапазоне 290÷400 К измеряли по времени затухания люминесценции чувствительного элемента, изготовленного из фосфатного стекла, легированного неодимом, при возбуждении ИК излучением светодиода [63]. При этом время спада до половинной интенсивности изменялось от 193 до 187 мкс. Температурная зависимость времени высвечивания имеет линейный характер. Случайная погрешность измерения $\leq \pm 1$ К.

В настоящее время для термометрии поверхности в плазме применяют в основном контактные волоконно-оптические термометры [64-66], основанные на температурном изменении спектра люминесценции. Приклеенный к торцу оптического волокна термочувствительный элемент приводят в тепловой контакт с исследуемой поверхностью. С помощью волокна люминофор облучают возбуждающим светом, а также выводят из реактора к фотоприемнику люминесцентное излучение датчика. Недостаток таких термометров связан с тем, что результат измерения зависит от качества теплового контакта [67]. Трудоемкость операций по установлению контакта с каждым новым образцом не позволяет проводить систематических температурных исследований в разряде.

В некоторых работах люминофор наносят на поверхность исследуемого тела и помещают в реактор. Проводят импульсно-периодическое облучение поверхности и регистрируют интегральную интенсивность люминесценции во время импульса или кинетику спада интенсивности за срезом возбуждающего импульса. Например, люминофор был введен в полимерную пленку, нанесенную на поверхность кристалла, для измерения температуры в ходе плазмохимического травления полимера [68]. В тонкую пленку диоксида кремния вводили краситель (родамин Б) для придания пленке способности флуоресцировать, при

этом получена возможность измерять температуру поверхности в диапазоне от комнатной до 250 °С [69]. В обоих случаях решена проблема теплового контакта и снижена трудоемкость измерений.

В большинстве случаев нанесение термочувствительного слоя на поверхность, обращенную к разряду, неприемлемо. Иногда могут быть созданы такие схемы, в которых роль термометрического тела выполняет сам исследуемый объект. Многие прямозонные полупроводники (GaAs, CdS и т.д.) эффективно люминесцируют под действием света с энергией кванта, превышающей ширину запрещенной зоны [60]. Известна фотолюминесценция стекол, связанная с наличием локализованных электронных состояний в запрещенной зоне. Работ по применению собственной люминесценции исследуемых образцов для термометрии пока нет.

Для целей термометрии при плазмохимическом осаждении тонких пленок на монокристаллы полупроводников может быть использована люминесценция этих пленок. Изучалась люминесценция тонкой пленки окисла кремния под действием излучения азотного лазера ($\lambda=337.1$ нм, длительность импульса $\tau \approx 10$ нс, частота повторения 100 Гц, средняя мощность 3 мВт) [70]. Спектр люминесценции лежит в диапазоне 400÷800 нм, квантовый выход составляет по порядку 10^{-5} . В температурном диапазоне 298÷423 К интенсивность люминесценции уменьшается в 1.6 раза. Для разрядов низкого давления люминесценцию пленки можно выделить на фоне излучения разряда.

Существенную проблему представляет, однако, интерференция возбуждающего излучения в пленке: при изменении толщины h_f происходит периодическое изменение поглощения в пленке (период составляет $\Delta h_f = \lambda/2n_f$ при нормальном падении света, но имеется еще угловая зависимость). Кроме того, происходит интерференция излучения, испускаемого пленкой [71,72]. Оба вида интерференции влияют на интенсивность и спектр люминесценции, регистрируемой фотоприемником. По этой причине люминесцентная термометрия тонких пленок на отражающих подложках пока не развивается. Вместе с тем, для достаточно толстых пленок (например, полимерных подложек) и стекол при возбуждении люминесценции импульсами света, для которого коэффициент поглощения велик, такой способ термометрии представляется перспективным (в частности, в технологическом контроле температуры движущихся стеклянных листов, на которые электродуговым методом наносят покрытия).

Нелинейно-оптическая термометрия

Нелинейные оптические эффекты при взаимодействии излучения с веществом связаны с тем, что под действием мощной электромагнитной волны в веществе создаются наведенные

ангармонические осцилляторы, при этом возникают новые спектральные компоненты с кратными или комбинационными частотами [73]. Известны нелинейное (многофотонное) поглощение света, нелинейное отражение и ряд других явлений. Для нелинейно-оптических методов диагностики твердого тела типично высокое быстродействие: характерные длительности импульсов при возбуждении нелинейного отклика лежат в фемто- и пикосекундном диапазонах. Из-за сложности и больших размеров установок для наблюдения нелинейных эффектов эта область оптики пока мало применяется для термометрии твердого тела в плазме.

Для термометрии поверхности (110) кристалла серебра применен метод резонансной генерации второй гармоники при облучении образца импульсами перестраиваемого лазера на красителе (длительность импульса 2 пс, энергия в импульсе ~ 10 мкДж) под углом 55° в области спектра вблизи 600 нм [74]. Эксперимент проведен в высоком вакууме ($\sim 10^{-10}$ Торр). В отраженном свете наблюдается удвоение частоты, причем максимальная интенсивность второй гармоники достигнута в интервале 315÷320 нм. При увеличении температуры образца от 94 К до 575 К интенсивность второй гармоники уменьшилась примерно на порядок. Показано, что температурная чувствительность сигнала изменяется с длиной волны возбуждающего света. Поскольку эффективность удвоения частоты мала, сигнал регистрировался в режиме счета фотонов. Для получения одной экспериментальной точки велось накопление сигнала за 200÷500 импульсов. Существенным достоинством метода является то, что толщина слоя, в котором формируется отраженная волна на удвоенной частоте, составляет несколько атомных слоев, что существенно меньше толщины слоя, в котором происходит формирование отраженной волны в случае линейного отражения (>10 нм).

Тот же метод применен для термометрии поверхности при атмосферном давлении в диапазоне 25÷120 $^\circ\text{C}$ [75]. Поверхность пленок серебра облучали импульсами Nd:YAG лазера ($\lambda=1064$ нм) длительностью 10 нс и энергией 200 мкДж, при этом в отраженном свете регистрировали излучение с длиной волны 532 нм. Площадь сечения пучка на поверхности металла ~ 1 см², угол падения света с р-поляризацией равен 70° .

Погрешность измерения составила ± 5 $^\circ\text{C}$. Температурная зависимость интенсивности (I) второй гармоники в условных единицах является линейной и аппроксимируется выражением $I \approx 1.32 - 0.011T(^\circ\text{C})$.

Перспективы широкого применения нелинейно-оптической термометрии в плазменных исследованиях зависят от возможностей создания более компактных оптических установок.

Термометрия прозрачных и полупрозрачных пластин

Взаимодействие света с веществом, ограниченным двумя поверхностями, приводит иногда к сильной температурной зависимости регистрируемого сигнала. В основе чувствительных схем активной термометрии лежат два явления: интерференция света в плоскопараллельной пластинке и поглощение света на краю межзонных оптических переходов в полупроводниках.

Схемы, в которых отсутствуют как интерференция, так и поглощение света в пластинке, не позволяют достичь высокой температурной чувствительности сигнала.

Лазерная интерференционная термометрия. Этот метод наиболее часто применяется для исследования теплообмена плазмы с поверхностью, а также для температурного контроля в плазмохимических процессах микротехнологии. При облучении образца на фиксированной длине волны измерять можно только нестационарную температуру. Известные [76] выражения для коэффициентов пропускания и отражения света плоскопараллельной прозрачной пластинкой содержат гармоническую функцию $\cos(2nkh)$, где $k = 2\pi/\lambda$, λ - длина волны излучения в вакууме. Фаза $\varphi = 2nkh$ представляет собой разность хода двух интерферирующих пучков соседних порядков интерференции (например, нулевого и первого, первого и второго и т.д.).

Пластинка является интерферометром Фабри-Перо, оптическая толщина (nh) которого изменяется с температурой. При изменении температуры пластинки, облучаемой зондирующим лазерным пучком, регистрируются осцилляции интенсивности отраженного и проходящего света (рис.3). Текущая температура определяется по количеству периодов (полос) интерферограммы от момента включения нагрева (или охлаждения), начальная температура в момент включения должна быть известна. Температура, найденная с помощью интерферограммы, имеет смысл среднего значения по толщине пластинки.

Выражение для температурного сдвига, соответствующего изменению фазы интерференции на 2π (смещение на одну полосу) имеет вид:

$$\Delta\theta = \lambda \cdot \{2nh[n^{-1}(\partial n/\partial\theta) + h^{-1}(\partial h/\partial\theta)]\}^{-1}, \quad (10)$$

где $n^{-1}(\partial n/\partial\theta)$ - относительный температурный коэффициент преломления, $h^{-1}(\partial h/\partial\theta)$ - коэффициент термического расширения материала.

Для большинства исследованных материалов роль первого слагаемого в $10 \div 30$ раз больше, чем второго. Величина $\Delta\theta$ для пластинок толщиной 1 мм при $\theta \approx 300$ К составляет $\Delta\theta \approx 2.6$ К для монокристалла кремния ($\lambda = 1.15$ мкм) и $\Delta\theta \approx 31.4$ К для плавленого кварца ($\lambda = 0.63$ мкм).

Преобразование небольших изменений показателя преломления в относительное изменение коэффициента отражения происходит в данной схеме с большим усилением. В случае, когда обе поверхности пластинки кремния отполированы, для трех линий He-Ne лазера имеем $S_1 \approx 3600$ для $\lambda=1.15$ мкм и $h=0.5$ мм, $S_1 \approx 2700$ для $\lambda=1.52$ мкм и $S_1 \approx 1200$ для $\lambda=3.39$ мкм. Величина S_1 в интерференционном методе на четыре порядка больше по сравнению с другими схемами термометрии, основанными на температурной зависимости показателя преломления. Если амплитудно-цифровой преобразователь позволяет различать 1000 градаций сигнала с фотоприемника, то одна градация соответствует изменению температуры на $\delta\theta \approx 1.3$ мК для кремниевой пластинки и на $\delta\theta \approx 16$ мК для кварцевой пластинки толщиной 1 мм. Температурная чувствительность прямо пропорциональна, а различимая градация $\delta\theta$ температуры обратно пропорциональна толщине пластинки.

Измерительные возможности и методические особенности интерференционной термометрии приведены в обзоре [31], поэтому здесь рассмотрим только трудности измерений, связанные со свойствами реальных образцов. Основная проблема интерференционной термометрии в микротехнологии обусловлена неидеальностью формы и шероховатостью поверхности пластинок. В частности, типичной является непараллельность поверхностей пластинки, что приводит к снижению контраста интерферограммы (вплоть до полной неразличимости полос) вследствие двух причин: 1) происходит частичное или полное пространственное разделение пучков разных порядков в плоскости фотоприемника; 2) максимумы и минимумы интенсивности по сечению пучка частично или полностью компенсируют друг друга (рис.10).

Форму резонансов Фабри-Перо, зарегистрированных при зондировании клиновидной пластины со случайным значением локального угла, трудно описать аналитически. Это относится к материалам с большим показателем преломления (полупроводники), в которых эффективное число интерферирующих лучей достигает $3 \div 4$. Для таких материалов форма резонансов описывается суммой ряда, включающего не два слагаемых (как в случае двухлучевой интерференции), а $4 \div 6$ членов, содержащих тригонометрические функции $\cos(2nkh)$, $\cos(4nkh)$ и т.д. Чем больше показатель преломления пластинки, тем медленнее сходится ряд, т.е. тем больше членов ряда необходимо учесть при суммировании. Сложная картина неполного перекрытия пучков разных порядков на фотоприемнике приводит к тому, что форма резонансов отличается от вычисленной в приближении как двухлучевой, так и многолучевой интерференции. Эффективное число $N_{\text{эф}}$ интерферирующих лучей бывает нецелым (например, для кремния $N_{\text{эф}} \approx 3.25$ при $\lambda=1.15$ мкм) и изменяется с температурой, поэтому провести подгонку вычислений к данным эксперимента иногда сложно.

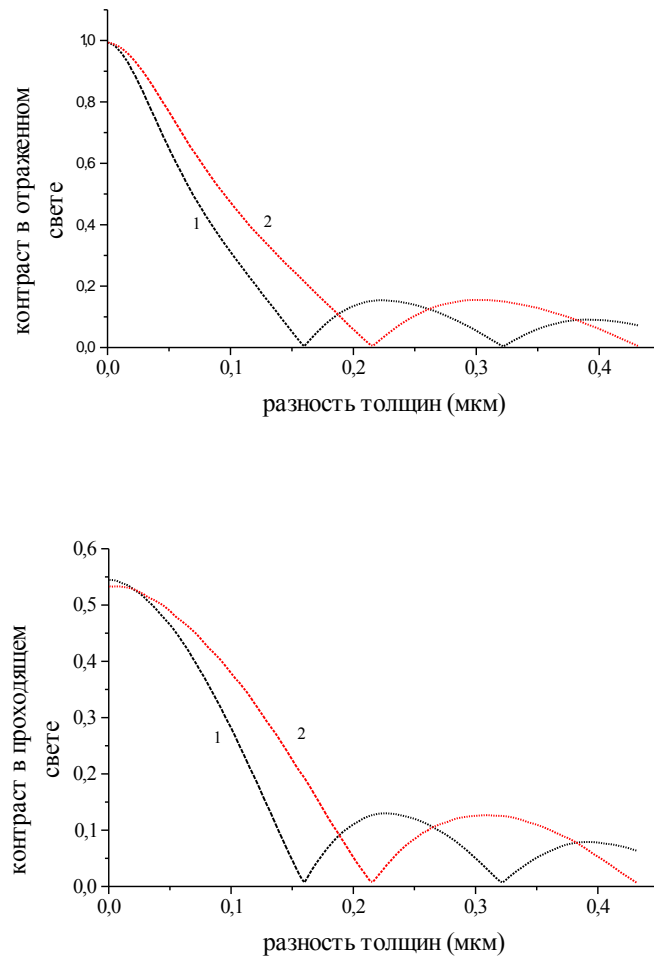


Рис.10. Зависимость контраста интерференции в отраженном (а) и проходящем (б) свете от разности толщин монокристалла Si по диаметру зондирующего пучка. Толщина кристалла 0.5 мм. Длина волны зондирования: 1.15 (1) и 1.52 мкм (2).

Определение температуры полупроводниковых пластин проводится только для моментов времени, соответствующих экстремумам интерферограммы (для кремния толщиной 0.5 мм и $\lambda=1.15$ мкм интервал между соседними отсчетами температуры в минимумах отражения составляет 5.2 К). Дискретность отсчетов вносит погрешности в результаты численного дифференцирования кривых $\theta(t)$. Для повышения точности необходимо большее число точек, однако квазинепрерывное определение температуры (с числом отсчетов ~ 100 в пределах периода) удастся проводить только для материалов с низким показателем преломления [77], для полупроводников же это пока не сделано.

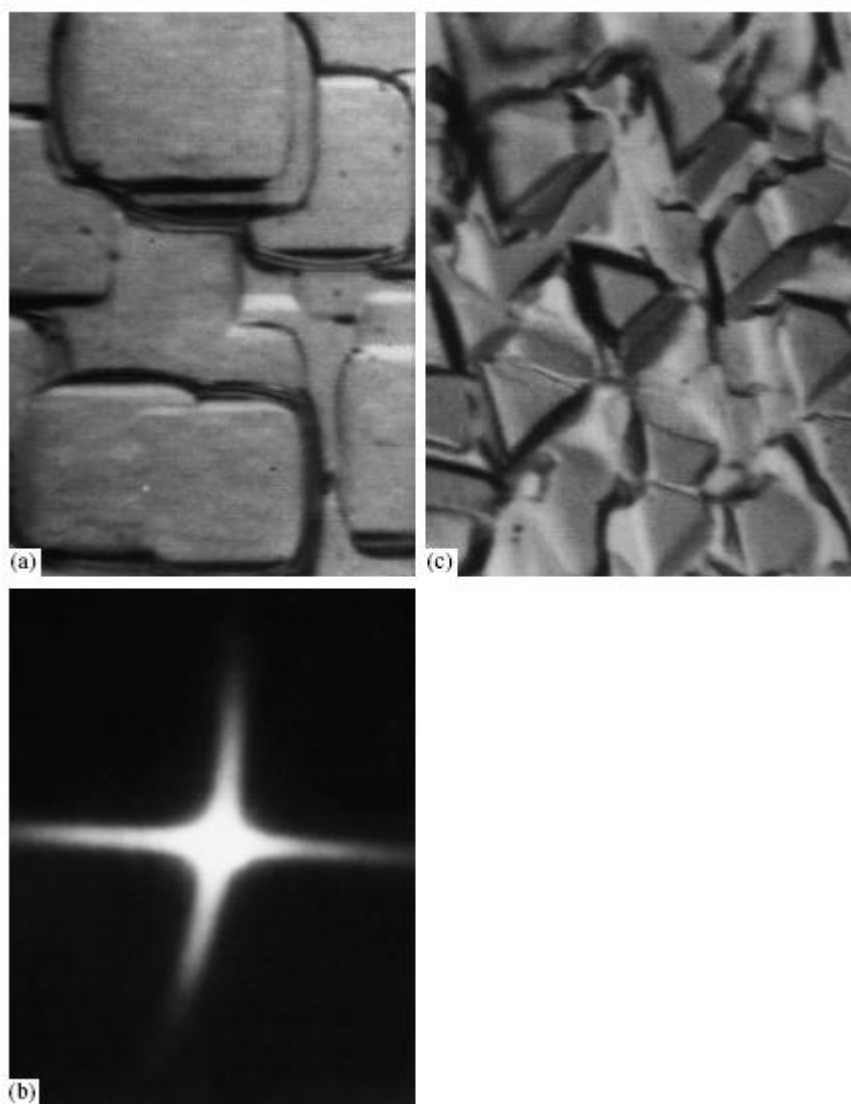


Рис.11. а) Шероховатая поверхность (100) монокристалла кремния. Размер фотографии по горизонтали соответствует размеру 190 мкм на поверхности кристалла.
 б) Картина отражения света (633 нм) от шероховатой поверхности монокристалла, ориентированной в плоскости (100).
 в) Шероховатая поверхность монокристалла кремния, ориентированная в плоскости (111). Размер по горизонтали 100 мкм.

Наиболее серьезным препятствием для получения интерферограммы ненулевого контраста является шероховатость поверхности пластинки. Полупроводниковые монокристаллы, применяемые в микротехнологии интегральных схем, имеют, как правило, шероховатую тыльную (нерабочую) поверхность. Характерная высота микрорельефа шероховатости сравнима с длиной волны зондирующего света [78]. Кроме того, микроструктуры на лицевой поверхности подложки также представляют собой шероховатость для зондирующего света, характерные размеры элементов составляют $(0.1 \div 1)\lambda$ как в плоскости, так и в глубину.

Адаптация лазерной интерференционной термометрии применительно к шероховатым кристаллам считалась априорно невозможной [67]. Однако, высокая упорядоченность

элементов микрорельефа на поверхности шероховатых монокристаллов (рис.11) приводит к тому, что коэффициент зеркального отражения таких поверхностей достаточно высок и составляет $0.05 \div 0.15$ (для полированной поверхности $R=0.35$). Это позволяет регистрировать интерферограмму и, тем самым, измерять температуру [79]. Более того, оказалось возможным проводить термометрию монокристаллов кремния с двумя шероховатыми поверхностями [80]. Полученные результаты относятся к кристаллам с ориентацией поверхности (100) и характерными размерами элементов микрорельефа 30 мкм в плоскости и 1 мкм в глубину. Регистрируемый при этом контраст интерферограмм находится в диапазоне $0.03 \div 0.1$ (в зависимости от формы микрорельефа и диаметра светового пучка). С увеличением диаметра пучка контраст уменьшается от 0.12 ± 0.05 при $D=0.1$ мм до 0.05 ± 0.02 при $D=1$ мм. Зарегистрирована кинетика нагревания таких кристаллов в плазме ВЧ-разряда [79]. Для кристаллов с ориентацией поверхности (111) и размерами элементов микрорельефа $5 \div 10$ мкм в плоскости и 1 мкм в глубину коэффициент зеркального отражения от шероховатой поверхности ≤ 0.05 . Контраст интерферограмм составляет примерно 0.005. Столь низкий контраст затрудняет, но не исключает возможность термометрии. Дополнительная возможность снизить влияние шероховатости на контраст интерференции связана с увеличением длины волны зондирования. Эти результаты расширяют перспективу применимости интерференционной термометрии в плазмохимической микротехнологии.

Средняя по периоду относительная температурная чувствительность регистрируемого сигнала в случае идеального интерферометра Фабри-Перо составляет $\sim 100 \%K^{-1}$ (для полированного монокристаллического кремния толщиной 0.5 мм при длине волны зондирования 1.15 мкм). Разнотолщинность пластинки по сечению пучка, шероховатость или тонкая пленка на поверхности уменьшают чувствительность. Однако, даже после уменьшения на два порядка чувствительность интерференционной термометрии не уступает чувствительности термопар или термометров сопротивления. Применение электронной обработки сигнала позволяет находить положение интерференционных экстремумов в случае, когда контраст интерферограммы составляет всего 10^{-3} [81]. Метод пригоден как для единичных, так и для рутинных измерений. Для определения температурного поля пластины возможна панорамная интерферометрия [82]. Регистрируемый сигнал в интерференционной термометрии обладает свойством идентифицируемости. Обычно применяемый диаметр лазерного пучка составляет от 0.05 до 2 мм. В плазмохимическом реакторе проводилась интерференционная термометрия кремниевых пластин при использовании схемы с

оптическим волокном (диаметр сердечника 50 мкм), через которое облучали образец и выводили отраженное излучение на фотоприемник [33].

Измерение стационарной температуры с помощью интерференционного метода можно проводить, применяя для зондирования монохроматический свет с изменяемой длиной волны. Сигналом в этом случае является спектральное расстояние между соседними экстремумами интерферограммы. Для быстрого спектрального сканирования можно использовать импульсные полупроводниковые лазеры ближнего и среднего ИК диапазонов спектра [83,84]. Необходимый диапазон перестройки определим из условия, что изменение разности хода $\Delta(2nkh)$ при изменении длины волны должно превышать 2π , тогда $\Delta\lambda \geq \lambda^2/2nh$. Для кремния толщиной 1 мм при $\lambda=1.3$ мкм и $n \approx 3.5$ получаем $\Delta\lambda \geq 0.24$ нм.

Термометрия прозрачной пластинки в отсутствие интерференции. Для сравнения с интерференционной термометрией рассмотрим потенциально возможный метод, в котором взаимодействие света с пластинкой происходит в приближении многократных отражений без интерференции. Взаимодействие света с пластинкой происходит без интерференции в случаях, если пластинка имеет клиновидную форму (при этом пучки разных порядков отражения разделяются в пространстве), или спектральная ширина зондирующего света относительно велика (при этом максимумы и минимумы на разных длинах волн компенсируют друг друга). Коэффициенты отражения R и пропускания T света пластинкой при наличии многократных отражений без интерференции и поглощения имеют вид (для нормального падения света) [76]:

$$R = (n-1)^2/(n^2+1) \quad (11)$$

$$T = 2n/(n^2+1) \quad (12)$$

Результат не зависит от толщины пластинки и определяется только взаимодействием света с двумя поверхностями. Преобразование температурной зависимости $n(\theta)$ в температурную зависимость $R(\theta)$ или $T(\theta)$ происходит в этой схеме с ослаблением:

$$dR/d\theta = -dT/d\theta = 2(n^2-1)(n^2+1)^{-2} \cdot (\partial n/\partial\theta) \leq 0.25(\partial n/\partial\theta)$$

Величина $\partial n/\partial\theta$ по порядку величины не превышает 10^{-4} , поэтому температурная чувствительность регистрируемого сигнала мала. Для монокристалла кремния на длине волны 1.52 мкм $S_1=0.27$, что на 4 порядка меньше, чем в методе интерференционной термометрии. Идентифицируемость сигнала в данном случае отсутствует.

Термометрия по сдвигу края межзонного поглощения света. Этот метод позволяет измерять как стационарную, так и нестационарную температуру полупроводниковых монокристаллов. Зондирование проводится на длине волны, лежащей в области края собственного поглощения (для кремния 1.1 мкм, для арсенида галлия 0.9 мкм и т.д. [60]).

Взаимодействие света с пластинкой происходит в режиме многократных внутренних отражений без интерференции.

Подавление интерференции достигается несколькими способами. Во-первых, это возможно за счет естественной клиновидности $dh/dx \sim 10^{-5} \div 10^{-4}$ практически любой пластинки (в этом случае надо применять лазерный пучок диаметром $D > \lambda [4n(dh/dx)]^{-1}$, для монокристаллов кремния полное усреднение интерференции наблюдалось при $D=3$ мм [31]). Во-вторых, можно увеличить спектральную ширину зондирующего света, используя нелазерный источник (чаще всего применяется именно этот способ). В-третьих, можно пространственно разделить пучки, отраженные от передней и тыльной поверхностей пластинки, облучая ее под углом к нормали, и регистрировать только тот пучок, который прошел через пластинку в прямом и обратном направлениях. Условие, при котором в плоскости фотоприемника происходит полное пространственное разделение пучков, связывает диаметр пучка, толщину пластинки и угол i падения света и имеет вид $Dh^{-1} \leq (\sin 2i)/(n^2 - \sin^2 i)^{1/2}$.

Коэффициенты пропускания и отражения при взаимодействии светового пучка с пластинкой в приближении многократных отражений без интерференции описываются выражениями [76]:

$$T = [(1-R_1)(1-R_2)\exp(-\alpha h/\cos\beta)]/[1-R_1R_2\exp(-2\alpha h/\cos\beta)] \quad (13)$$

$$R = [R_1+R_2(1-2R_1)\exp(-2\alpha h/\cos\beta)]/[1-R_1R_2\exp(-2\alpha h/\cos\beta)] \quad (14)$$

Здесь R_1 и R_2 - коэффициенты отражения света лицевой и тыльной поверхностями, соответственно, β - угол распространения света в пластинке по отношению к нормали. Температурно-зависимым параметром в (13) и (14) является коэффициент поглощения.

Для большинства кристаллов ширина E_g запрещенной зоны уменьшается с температурой [60]. Для непрямозонных кристаллов (Ge, Si) зависимость коэффициента поглощения от энергии кванта $h\nu$ и температуры имеет вид

$$\alpha = A(h\nu - E_g + E_p)^2 + B(h\nu - E_g - E_p)^2 \quad (15)$$

где выражения в скобках принимают только неотрицательные значения; E_p - энергия фонона, принимающего участие в поглощении световых квантов; $A \sim [\exp(E_p/k\theta) - 1]^{-1}$, $B \sim [1 - \exp(-E_p/k\theta)]^{-1}$.

Коэффициент поглощения в этом случае изменяется с температурой по двум причинам: 1) ширина запрещенной зоны E_g кристалла, как правило, уменьшается с температурой; 2) плотность фононов, участвующих в поглощении световых квантов, растет с температурой. Поэтому при нагревании пластинки увеличивается коэффициент поглощения света с

фиксированной длиной волны и уменьшается коэффициент пропускания (рис.12), а край спектра поглощения перемещается в длинноволновую область.

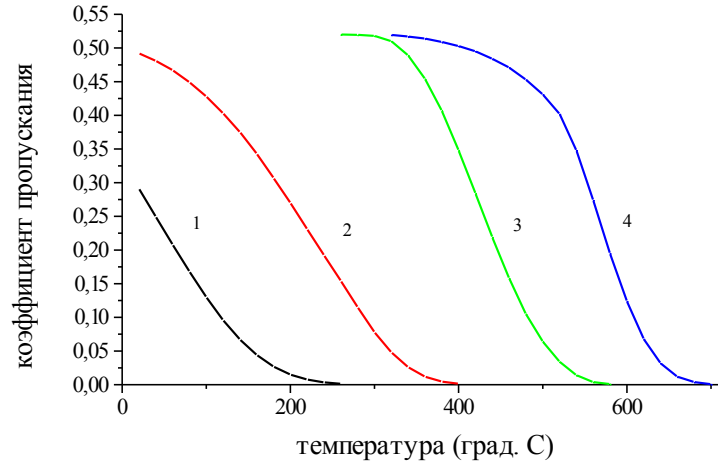


Рис.12. Температурная зависимость коэффициента пропускания света в некогерентном режиме. Толщина монокристалла кремния 0.5 мм. Длина волны зондирования, мкм: 1.06 (1), 1.15 (2), 1.32 (3), 1.52 (4).

Для прямозонных кристаллов (GaAs, InP) коэффициент поглощения зависит от температуры в основном из-за изменения ширины запрещенной зоны

$$\alpha \sim (h\nu - E_g)^{1/2} \quad (16)$$

Переход от полной прозрачности к полной непрозрачности кристалла определяется коэффициентом поглощения в диапазоне, где $\alpha h < 3 \div 4$. Для пластинки толщиной $0.3 \div 1$ мм это означает, что для термометрии существенна та область спектра поглощения, в которой $\alpha \leq 30 \div 100 \text{ см}^{-1}$. Для реальных прямозонных полупроводников в области малых значений $\alpha \sim 1 \div 100 \text{ см}^{-1}$ наблюдаются существенные отличия от зависимости (16). Спектр поглощения в этой области не имеет скачка и является пологим, поскольку края разрешенных зон являются не резкими, а несколько размытыми. Степень размытости (“хвосты состояний”) определяется дефектами кристаллической решетки, и его зависимость от длины волны зависит от технологии изготовления кристалла. По этой причине перед проведением термометрических работ нужна калибровка, т.е. измерение зависимости $R(\theta)$ или $T(\theta)$ на специальном стенде.

Фактически именно из-за размытости края поглощения в прямозонных кристаллах возможна лазерная термометрия, основанная на регистрации изменений отражения или пропускания света в конечном интервале температур. Для идеального прямозонного кристалла при нагревании и облучении лазерным зондирующим пучком наблюдался бы резкий переход от полной прозрачности к полной непрозрачности пластинки, т.е.

бесконечно высокая температурная чувствительность достигалась бы в бесконечно узком интервале температур.

Термометрия по сдвигу края собственного поглощения кристалла является вторым по чувствительности и по распространенности методом. Очевидной особенностью этого метода является то, что температурная чувствительность сигнала S и диапазон измеряемых температур $(\Delta\theta)_m$ являются взаимно дополнительными характеристиками, т.е. связаны соотношением $S \cdot (\Delta\theta)_m \approx \text{const}$. Определяемая температура усреднена по толщине пластинки. Инерционность измерения определяется характерным временем выравнивания температуры по толщине пластинки.

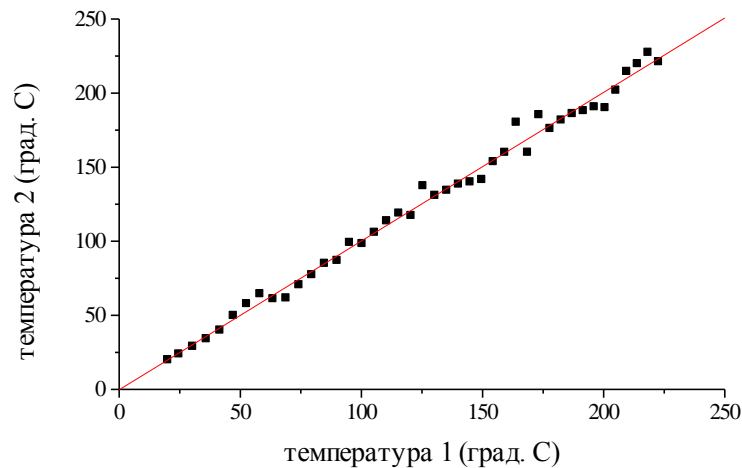


Рис.13. Соотношение температур монокристалла кремния, измеренных одновременно двумя методами: T_1 - методом интерференционной термометрии (диаметр пучка 0.5 мм), T_2 - по сдвигу края пропускания света кристаллом (диаметр пучка 4 мм). Длина волны в обоих случаях 1.15 мкм, толщина кристалла 0.464 мм, диаметр 10 см. Зондируется центр кристалла, пучки падают на поверхность под одинаковыми углами (5°) симметрично относительно нормали и детектируются двумя германиевыми фотодиодами. Нагревание в ВЧ-разряде при давлении 40 Па.

На рис.13 приведены результаты одновременного измерения температуры одного и того же монокристалла кремния с помощью двух методов: по сдвигу края поглощения и интерференционным методом. Пучок многомодового He-Ne лазера ЛГ-126 ($\lambda=1.15$ мкм) был разделен на два пучка, один из которых был сфокусирован на поверхность кристалла (диаметр пятна 0.5 мм), а другой имел на поверхности кристалла диаметр ~ 4 мм. С помощью узкого пучка при нагревании кристалла в плазме ВЧ-разряда регистрировали интерферограмму в отраженном свете, а с помощью широкого регистрировали уменьшение коэффициента пропускания. Затем определяли значения температуры кристалла в одни и те же моменты времени. Получено следующее значение средней разности $\Delta T = T_1 - T_2 = (-0.3 \pm 5.5) ^\circ\text{C}$, где T_1 вычислена по интерферограмме, а T_2 - по коэффициенту пропускания.

Разброс результатов, полученных разными методами, связан практически полностью с флуктуациями мощности лазерного пучка. Эти флуктуации приводят к достаточно большой среднеквадратичной погрешности термометрии по сдвигу края поглощения. Для уменьшения погрешности измерений необходимо применять лазер со стабилизацией мощности или опорный пучок для более точного измерения коэффициента пропускания.

Разновидностью этого метода является термометрия с помощью спектроскопии диффузного рассеяния (diffusive reflectance spectroscopy) [85-87]. На лицевую поверхность пластинки падает пучок света, имеющего сплошной спектр. Вторая (тыльная) поверхность является шероховатой и рассеивает свет. Регистрируют спектр незеркально отраженного света для того пучка, который прошел сквозь пластину, отразился от шероховатой поверхности и еще раз прошел сквозь пластину (пучок, зеркально отраженный от передней поверхности, не регистрируется оптической схемой).

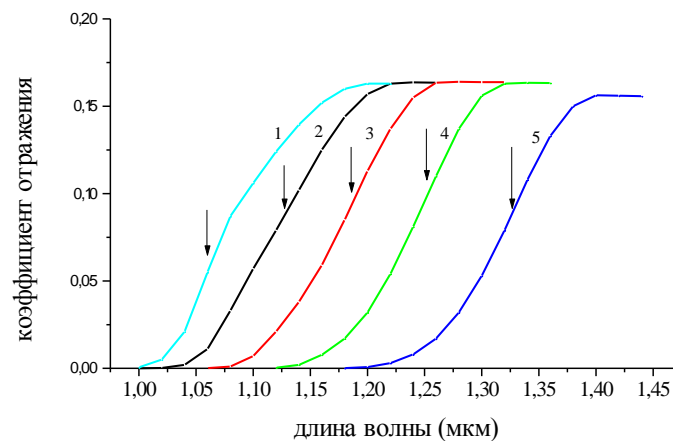


Рис.14. Температурный сдвиг спектра отражения в методе спектроскопии диффузного рассеяния (расчет). Толщина кристалла 0,5 мм, тыльная поверхность шероховатая. Температура (°C): 20 (1), 100 (2), 200 (3), 300 (4) и 400 (5). Кристалл облучается со стороны полированной поверхности. Стрелками показаны точки перегиба кривых.

Форма спектра отражения при разных температурах показана на рис.14. Участок кривой $R(\lambda)$ в области точки перегиба аппроксимируют отрезком прямой. Далее с помощью экстраполяции находят длину волны λ_0 , в которой отрезок прямой пересекает ось абсцисс. Эта длина волны является функцией температуры, вид этой функции при фиксированной толщине пластинки находят с помощью калибровки. Фактически весь метод основан на том, что на кривой имеется точка перегиба, в окрестности которой имеется приблизительно прямолинейный участок. Недостаток этого метода состоит в произвольном характере проведения касательной и ее экстраполяции на ось абсцисс: в координатах $R(\lambda)$ точка пересечения касательной с осью абсцисс не имеет физического смысла. Физически

обоснованной процедурой является получение спектральной зависимости коэффициента поглощения $\alpha(h\nu)$ и определение энергии кванта, при которой поглощение уменьшается до нуля. Содержательны зависимости, показывающие спектральное поведение коэффициента поглощения, а не коэффициента отражения. В данном случае коэффициент отражения R_d определяется выражением, отличающимся от (14) тем, что в нем отсутствует вклад отражения от лицевой поверхности:

$$R_d = [(1-R_1)^2 \cdot R_2 \cdot \exp(-2\alpha h)] / [1 - R_1 R_2 \cdot \exp(-2\alpha h)] \quad (17)$$

При увеличении числа Бугера R_d стремится к нулю, тогда как коэффициент отражения в (14) стремится к R_1 . Использование этого метода весьма эффективно в случае, когда все пластины в партии имеют одинаковую толщину (или ее изменение невелико, порядка 10%). Если же толщина изменяется от пластины к пластине значительно (например, в 2 раза), точность определения температуры путем нахождения λ_0 существенно падает. Еще одним источником погрешностей может быть невоспроизводимость микрорельефа шероховатой поверхности, отражение от которой изменяется с длиной волны, влияя на наклон зависимости $R(\lambda)$.

Длина волны зондирующего излучения в методе термометрии по сдвигу края поглощения может относиться не только к области края межзонных оптических переходов, но и к полосам поглощения, обусловленного колебаниями атомов кристаллической решетки. Такие полосы имеются в спектрах поглощения многих полупроводников и диэлектриков и располагаются в среднем ИК-диапазоне. При изменении температуры происходит сдвиг краев поглощения из-за уширения полос. Этот сдвиг также можно использовать для термометрии.

Объекты и условия лазерной термометрии в плазме

В качестве подложек, на поверхности которых под действием активных частиц плазмы происходит осаждение пленок или травление микроструктур, применяются полупроводниковые монокристаллы (Si, GaAs, GaP, InP и т.д.), монокристаллы сапфира, различные стекла, керамика и другие материалы. Подложки из одного и того же материала имеют поверхности с существенно разным качеством обработки (в зависимости от их назначения). На лицевой поверхности обычно имеются микроструктуры.

Перечень осаждаемых пленок насчитывает сотни наименований (металлы, их сплавы, оксиды и нитриды металлов, соединения кремния, органические полимеры и т.д.). Тонкие металлические пленки наносят магнетронным распылением на поверхность движущихся полимерных подложек. На металлические пластины реактивно-плазменным методом

осаждают диэлектрические (защитные или декоративные) пленки, а также напыляют защитные пленки других металлов. Термометрия необходима для всех этих объектов во всех плазменных процессах для получения воспроизводимых результатов. В плазмохимических установках представляет интерес термометрия элементов реактора, соприкасающихся с плазмой, в частности, внутренней поверхности стенок, изготавливаемых из стали, плавленого кварца и т.д. Принципиальных ограничений на возможность лазерной термометрии каких-либо материалов в настоящее время не выявлено.

Время нагревания подложки в разряде часто сравнимо с временем обработки (например, при травлении тонкой поверхностной пленки в процессе изготовления микросхем). В таких случаях процесс идет в нестационарном температурном режиме, и необходима термометрия в реальном времени (т.е. зависимость $\theta(t)$ должна появляться на мониторе практически без задержки относительно контролируемого процесса).

При проведении рутинных измерений юстировка оптической схемы при смене образцов в реакторе должна быть исключена, так как производительность современных плазмохимических реакторов микротехнологии очень велика (при травлении производительность составляет $30 \div 100$ подложек в час). Сразу после загрузки очередного образца в реактор зажигается разряд и начинается измерение температуры. Кроме того, для ввода и вывода лазерного пучка в реактор приходится использовать оптические окна, расположенные неоптимальным образом. Прибор для лазерной термометрии должен быть компактным, чтобы не увеличивать площади, которую занимает технологическая установка. Эти условия сокращают число методов, пригодных для технологического контроля.

Методические особенности активных измерений температуры в плазме

При взаимодействии плазмы с поверхностью оптические свойства твердого тела могут изменяться вследствие бомбардировки поверхности заряженными частицами, присутствия электрического заряда на поверхности тела, возбуждения неравновесных носителей заряда в твердом теле под действием излучения разряда. Эти изменения могут приводить к кажущемуся изменению температуры тела и служить причиной систематических ошибок термометрии. Рассмотрим некоторые возможные эффекты, степень их влияния (по порядку величины) и способы проверки этого влияния.

Под действием ионной бомбардировки происходит очистка поверхности от адсорбированных пленок, изменяется химический состав и структура поверхностного слоя: происходят дефектообразование, аморфизация, захват бомбардирующих ионов, перемешивание, развивается шероховатость. При энергиях ионов $10 \div 300$ эВ эти процессы

затрагивают несколько слоев кристаллической решетки, что сопровождается изменением оптических свойств этих слоев. Если глубина формирования отраженной световой волны сравнима с толщиной нарушенного слоя, возможно наложение эффектов температуры и модификации слоя. Такой источник систематической ошибки может играть роль при термометрии металлов, для которых глубина проникновения света и формирования вторичной волны составляет примерно $10 \div 100$ нм. Для проверки применимости метода термометрии и для оценки времени накопления заметной ошибки измерения необходимо проводить сравнение регистрируемых сигналов при заведомо одинаковой температуре до и после экспозиции в плазме.

На коэффициент отражения и на параметры поляризации света влияет шероховатость поверхности. Формирование микрорельефа шероховатости при травлении полупроводников (Si и GaAs) во фтор- и хлорсодержащей плазме сопровождается постепенным снижением коэффициента зеркального отражения света от кристалла и увеличением интенсивности диффузной составляющей отражения. В процессах плазмохимического осаждения тонких пленок также меняются оптические параметры образца по причинам, не связанным с изменением температуры. Учет этих факторов требует проведения дополнительной диагностики и корректировки модели взаимодействия света с образцом.

Изолированное тело в плазме заряжается до такого потенциала, при котором полный ток на поверхность, усредненный по периоду изменения поля, равен нулю. Плотность электронов в поверхностном слое толщиной ~ 0.3 нм в SiO_2 и Al_2O_3 на $4 \div 6$ порядков выше, чем плотность электронов в плазме [88]. В поверхностном слое материала эти заряды создают электрическое поле, которое изменяет оптические свойства [89]. В полупроводник квазистатическое поле проникает на глубину, сравнимую с дебаевской длиной экранирования, равной для полупроводников

$$r_D \approx (k\theta/4\pi n e^2)^{1/2},$$

где n - концентрация свободных электронов.

Оценки показывают, что в кремнии при наличии поля $E \approx 10^5$ В/см (близком к пробивному значению) на длине волны $\lambda \approx 1.1$ мкм показатель преломления увеличивается на $\Delta n \sim 10^{-5}$, что соответствует кажущемуся увеличению температуры на $\Delta\theta \approx (\partial n/\partial\theta)^{-1} \cdot \Delta n \approx 0.04$ К. Такое изменение относится к приповерхностному слою толщиной ~ 0.3 мкм в кристаллах с концентрацией носителей 10^{15} см $^{-3}$. Зондирование кристалла проводится обычно на длинах волн $\lambda = 0.63, 1.15$ или 3.39 мкм. Глубина проникновения (по критерию ослабления интенсивности в 2.7 раза) для $\lambda = 0.63$ мкм при комнатной температуре равна

примерно 2.5 мкм, для других длин волн она намного больше. В случае, когда регистрируемым параметром является интенсивность пучка, результат зондирования нечувствителен к изменению оптических свойств тонкого поверхностного слоя. Если же измеряются параметры эллипса поляризации пучка, отраженного поверхностью, влияние поля может быть заметным.

Аналогичные оценки приводят к выводу, что фотовозбуждение свободных носителей в кристалле под действием излучения разряда, приводящее к уменьшению показателя преломления, вызывает кажущееся уменьшение температуры на величину $\Delta\theta \leq 0.01$ К при достаточно высокой скорости генерации носителей в поверхностном слое ($G \approx 10^{10} \text{ см}^{-3} \text{ с}^{-1}$) и времени жизни носителей 1 нс.

Наиболее просто и надежно влияние эффектов, связанных с изменением оптических свойств твердого тела в плазме под действием зарядов и излучения, проверяется экспериментально. Поскольку параметры разряда низкого давления устанавливаются за время $1 \div 100$ мс, а нагревание образца толщиной ~ 1 мм длится ~ 100 сек, влияние поверхностных зарядов и квантов излучения должно проявляться практически мгновенно по сравнению с временем нагрева и выглядеть как скачок температуры в момент включения разряда. При выключении разряда аналогичный скачок в обратном направлении должен наблюдаться из-за быстрой рекомбинации зарядов и исчезновения электрических полей. В емкостных ВЧ-разрядах с небольшой удельной мощностью и низкой степенью ионизации ($\sim 10^{-6}$ при давлении 100 Па) для всех исследовавшихся материалов (монокристаллы Si и GaAs, плавный кварц, оптическое стекло) такие фиктивные скачки температуры отсутствуют, что позволяет пренебрегать электрооптическими и другими нетемпературными изменениями оптических свойств материалов.

Магнитные поля в современных установках микротехнологии (с нагревом плазмы при давлениях ≤ 1 Па с помощью электронного циклотронного резонанса и т.д.) обычно невелики (~ 0.1 Тл), поэтому магнитооптические эффекты также несущественны при проведении термометрии.

Рассмотрим, насколько отличается температура поверхности от температуры, измеряемой методами, в которых сигнал усредняется по толщине пластинки. Очевидно, отличие тем меньше, чем ниже скорость нагревания. В случаях, когда тепловой поток из плазмы на поверхность полупроводниковой подложки невелик ($10 \div 30 \text{ Вт/см}^2$ или ниже) и скорость нагревания подложки толщиной 1 мм $< 100 \text{ К/с}$, температура поверхности практически совпадает с температурой, усредненной по толщине подложки (отличие составляет примерно 0.1 К). По этой причине методы в их наиболее простом варианте (предполагается,

что температура однородна по толщине) можно применять для термометрии пластин при не слишком высокой скорости нагревания. В случае быстрого нагрева (порядка тысяч К/с) и существенно неоднородной температуры по толщине пластинки высокая точность измерения температуры поверхности может быть достигнута, но при этом задача усложняется: необходимо совместное решение уравнений теплопроводности и оптической разности хода. Для подложек с меньшей теплопроводностью (плавленый кварц, стекла и т.д.) отличие усредненной и поверхностной температур существенно выше.

Некоторые результаты, полученные с применением лазерной термометрии в плазме

Рассмотрим результаты лазерной термометрии в плазме, имеющие значение для развития температурной и тепловой диагностики процессов при взаимодействии плазмы с поверхностью. Критерием отбора работ в этом разделе является наличие методической новизны, на основе которой возможно получение информации, недоступной при использовании традиционных методов.

При изучении нестационарного температурного режима стеклянной пластинки в ВЧ-разрядах в азоте, кислороде и воздухе при давлении 100 Па показано [90], что $\theta(t)$ описывается релаксационной зависимостью

$$\theta(t) = \theta_{\max} - (\theta_{\max} - \theta_0) \cdot \exp(-t/\tau) \quad (18)$$

Значения θ_{\max} и τ^{-1} линейно увеличиваются с мощностью, вкладываемой в разряд. Величина θ_{\max} позднее была отождествлена с температурой нейтрального газа в разряде [91]. Постоянная времени τ связана с коэффициентом теплоотдачи α : $\tau = c\rho h/2\alpha$, где c - удельная теплоемкость, ρ и h - плотность и толщина образца, α не зависит от температуры поверхности или от разности $\theta_{\max} - \theta$ в широком (~ 1000 К) диапазоне температурных напоров $\Delta\theta = \theta_{\max} - \theta_0$ [34]. Таким образом, в каждом единичном эксперименте определяются два параметра: температура газа и коэффициент теплоотдачи (при использовании термопар для температурной диагностики разрядов коэффициент теплоотдачи измерить нельзя, так как постоянная времени нагревания термопары сравнима с временем установления параметров разряда). Показано [92], что для проточного СВЧ-разряда в азоте совпадают результаты измерения температуры нейтрального газа по кинетике нагревания стеклянной пластинки и по заселенности вращательных уровней молекул.

Постоянство коэффициента теплоотдачи при значительном изменении температуры поверхности наблюдается только при низких давлениях газа. Эта особенность теплообмена

приводит к линейной температурной зависимости скорости нагревания теплоизолированного твердого тела в слабоионизованной плазме низкого давления:

$$d\theta/dt = (\theta_g - \theta)/\tau. \quad (19)$$

При наличии других механизмов тепловыделения (например, экзотермической плазмохимической реакции на поверхности) наблюдается несколько линейных участков с разными наклонами [35]. Это позволяет рассматривать процессы теплообмена, как реакции первого порядка (по температуре поверхности), и определять их константы скорости.

Дифференциальный режим для наблюдения тепловых эффектов на поверхности монокристалла кремния реализован [37] при последовательном включении различных плазмохимических процессов. Вначале зажигался разряд в аргоне ($p=0.15$ Па), а после достижения стационарной температуры кристалла в реактор добавляли гексафторид серы (SF_6), что привело к появлению в разряде атомарного фтора, химически активного по отношению к кремнию. При этом зарегистрировано резкое кратковременное увеличение скорости нагрева кристалла (по-видимому, при небольшом повышении температуры мощность дополнительного теплового источника компенсируется мощностью радиационного теплоотвода). Из результатов эксперимента следует, что изменение $d\theta/dt$ проще наблюдать непосредственно, чем сравнивать две зависимости $\theta(t)$, полученные в разных условиях.

Мгновенная прямая связь между скоростью химического процесса и скоростью превращения энергии в зоне реакции позволяет применять температурные измерения для наблюдения за ходом плазмохимической реакции на поверхности. В частности, измерение скорости нагревания подложки позволяет определить момент, когда движущаяся в ходе химической реакции граница раздела плазмы с поверхностью достигает границы раздела двух материалов. Причина состоит в том, что состав плазмы и параметры разряда подбираются таким образом, чтобы скорости травления двух материалов, находящихся в контакте друг с другом, существенно различались (отношение скоростей, или селективность травления, обычно достигает $10 \div 100$). Чем меньше селективность, тем острее необходимость в методе контроля, позволяющем определять момент окончания травления верхнего слоя. Этот момент можно детектировать по изменению величины $d\theta/dt$ [9]. На рис.15 показан сигнал, регистрируемый при нагревании структуры Si-SiO₂ во фторсодержащей плазме.

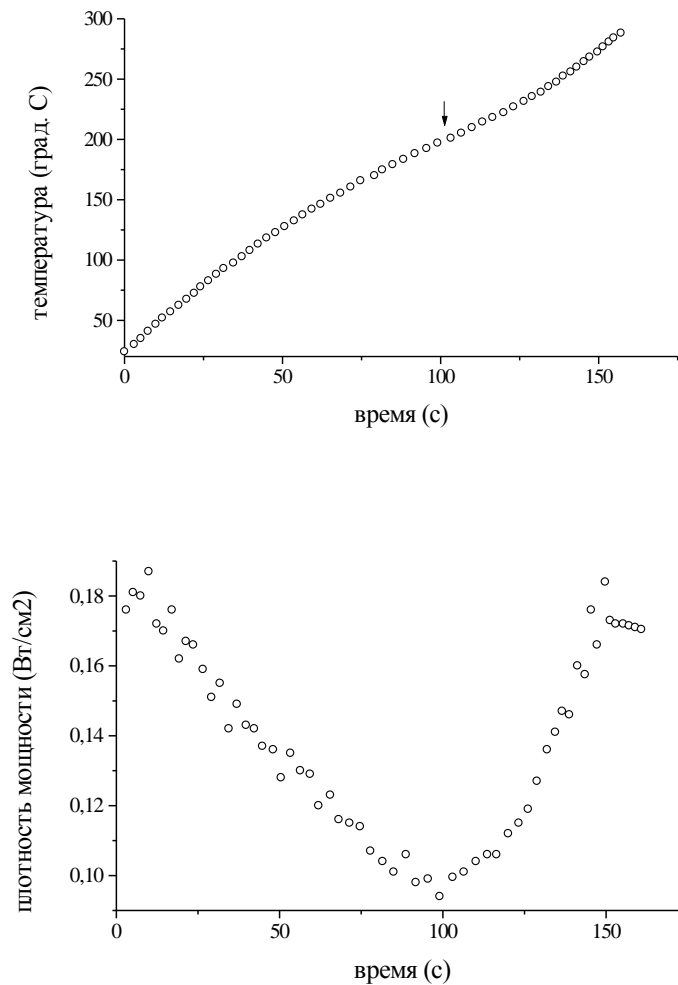


Рис.15. а) Температура монокристалла кремния с пленкой SiO_2 в плазме $\text{CF}_4 + \text{O}_2$. Давление 40 Па, удельная ВЧ мощность 16 мВт/см^2 ; б) Температурная зависимость плотности мощности $D=c\rho h(d\theta/dt)$, нагревающей кристалл. Точка перегиба $\theta(t)$, показанная стрелкой, и минимум $D(\theta)$ достигаются в момент, когда происходит удаление пленки с поверхности и начинается травление кристалла, сопровождающееся тепловыделением.

Уравнение теплового баланса в случае плазмохимической реакции на поверхности кристалла имеет вид

$$cm(d\theta/dt) = 2\alpha S_0(\theta_g - \theta) + HS\rho(dh/dt), \quad (20)$$

где H (Дж/г) - теплота реакции, S_0 - полная площадь образца, S - площадь, на которой идет реакция, остальные обозначения - как в (18) и (19). В течение ~ 100 с происходит уменьшение толщины оксидной пленки на поверхности монокристалла кремния, после чего начинается травление кристалла и тепловыделение плазмохимической реакции. При $t \leq 100$ с нагревание образца обусловлено в основном теплопроводностью нейтрального газа в разряде, поэтому скорость нагревания уменьшается с увеличением температуры образца. Скорость химической реакции и мощность тепловыделения в зоне реакции, наоборот, увеличиваются с температурой. Скорость травления пленки SiO_2 примерно в 30 раз меньше

скорости травления монокристалла кремния, поэтому заметное тепловыделение плазмохимической реакции $4F+Si \rightarrow SiF_4$ наблюдается только после того, как произошло удаление пленки с поверхности. Различие между однородным и неоднородным по площади травлением проявляется в том, какая производная функции $\theta(t)$ испытывает скачок в тот момент, когда закончилось травление верхнего слоя и началось травление нижнего слоя. При однородном травлении, когда пленка по всей площади удаляется одновременно, теплота реакции травления кремния начинает выделяться также одновременно на всем образце, при этом должен наблюдаться скачок мощности и скорости нагревания $d\theta/dt$ образца. В случае, показанном на рис.15, пленка оксида вначале полностью удаляется с участков вблизи периметра образца, затем с участков, находящихся ближе к центру. Мощность тепловыделения плазмохимической реакции пропорциональна площади S , на которой протекает реакция. Для случая на рис.15 при $100 \text{ с} \leq t \leq 140 \text{ с}$ площадь травления растет во времени, как $S \sim (t-t_0)$, где $t_0 \approx 100 \text{ с}$. Поэтому при неоднородном травлении наблюдается минимум первой производной $d\theta/dt$, а скачок испытывает вторая производная $d^2\theta/dt^2$ в тот момент, когда тепловыделение реакции начинает вносить существенный вклад в мощность интегрального теплового источника.

Возможность детектирования момента окончания травления по изменению температуры подложки была экспериментально показана 25 лет назад [93], но применение такой диагностики становится реальностью лишь после разработки надежных и производительных методов лазерной термометрии.

Экспериментально показано [94], что объемный ВЧ нагрев полупроводниковых кристаллов и тонких металлических пленок практически не играет роли в тепловом балансе твердого тела в плазме. Тепловой источник, нагревающий пластинку в разряде, локализован на поверхности и обусловлен различными процессами релаксации энергии при столкновении частиц с поверхностью. Это открывает возможность изучать в плазме каталитические процессы на поверхности металлов, нанося их в виде тонких пленок на кристаллы или стекла [95]. Дополнительное тепловыделение, наблюдаемое для таких структур в разряде, связано с дезактивацией возбужденных состояний на активной поверхности платины, золота и т.д.

Обнаружены неустойчивые температурные режимы при взаимодействии плазмы с поверхностью [96]. Когда на поверхности под действием активных частиц плазмы идут экзотермические процессы, скорость которых увеличивается с температурой, возможно образование положительной обратной связи в цепи “температура-скорость тепловыделения”.

Наблюдалось самоускорение нагревания монокристаллов кремния с нанесенными полимерными пленками в кислородной плазме, а также монокристаллов кремния в плазме $\text{CF}_4 + \text{O}_2$. Кинетика температуры образцов при самоускорении реакции на поверхности показана на рис.16. В обоих случаях тепловой взрыв обусловлен тепловыделением поверхностной плазмохимической реакции, скорость которой растет с температурой по аррениусовскому закону. На каталитически активных поверхностях (золото, платина и т.д.) развивается самоускорение нагрева в плазме вследствие лавинной дезактивации возбужденных частиц. Это явление можно использовать для определения энергетических характеристик реакций.

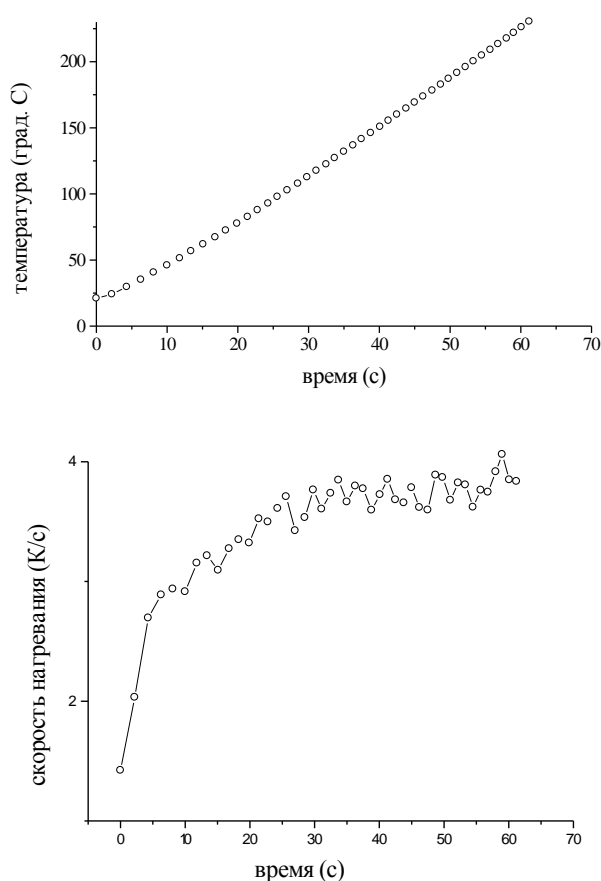


Рис.16. а) Температура монокристалла кремния (толщина 0.5 мм, размер $2.5 \times 2.5 \text{ см}^2$) в плазме $\text{CF}_4 + 10\% \text{O}_2$. Доля площади кристалла, на которой отсутствует пленка SiO_2 , составляет 66%. Давление 50 Па. б) Скорость нагревания кристалла в разряде.

Лазерная термометрия позволяет легко проводить измерения одновременно в нескольких точках одного образца, если разделить зондирующий пучок на несколько частей. На рис.17 показана эволюция температуры в двух точках монокристалла кремния $\varnothing 10 \text{ см}$, помещенного в плазмохимический реактор несимметрично относительно оси: центр пластины смещен вдоль диаметра на 4 см от оси реактора. Расстояние между зондируемыми

точками на поверхности кристалла 4 см. На кристалл нанесена полимерная пленка толщиной 1.2 мкм. При нагревании кристалла в кислородной плазме при давлении 0.5 Торр развивается тепловая неустойчивость травления. Возможность применять большее число пучков определяется диаметром входного оптического окна, через которое пучки вводятся в реактор и выводятся на фотоприемник.

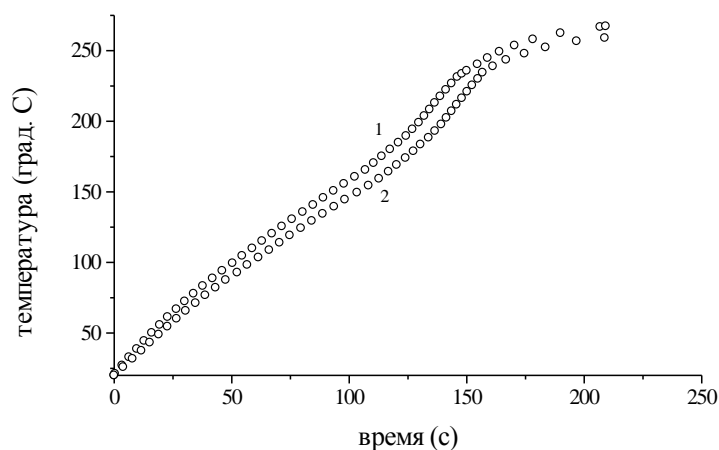


Рис.17. Температура в двух точках кристалла кремния в кислородной плазме (давление 60 Па). Толщина кристалла 0.44 мм, диаметр 10 см. На поверхность нанесена полимерная пленка толщиной 1.2 мкм. Центр кристалла сдвинут на 4 см по диаметру от оси цилиндрического реактора $\varnothing 20$ см. Зондируются точки кристалла на расстояниях 1 см (1) и 5 см (2) от оси.

Оптимизация процесса плазмохимического травления полимерной пленки на кремнии заключается в том, чтобы: а) минимизировать время полного удаления полимера с поверхности кристалла и б) не допускать нагревания кристалла до температур, превышающих заданный уровень. Обычным приемом в технологической практике является прерывание процесса травления на время, достаточное для остывания кристалла, после чего вновь включают разряд для продолжения травления. В отсутствие температурного мониторинга момент выключения разряда и время остывания выбираются произвольно, а полная длительность процесса увеличивается в несколько раз по сравнению с процессом, в котором температурные ограничения отсутствуют. При наличии температурных измерений в реальном времени процесс травления может быть организован в виде последовательности, состоящей из нескольких циклов включения и выключения разряда.

На рис.18 показана температурная история травления полимера в кислородном разряде в режиме ограничения температуры на уровне $200 \div 210$ °С. Для сокращения продолжительности процесса необходимо поддерживать температуру вблизи верхнего предела, поскольку скорость травления растет с температурой, скорость нагревания образца в разряде уменьшается с температурой, а остывание после выключения разряда происходит

тем быстрее, чем выше температура в момент выключения. Управление температурным режимом при помощи лазерного мониторинга осуществляется довольно просто.

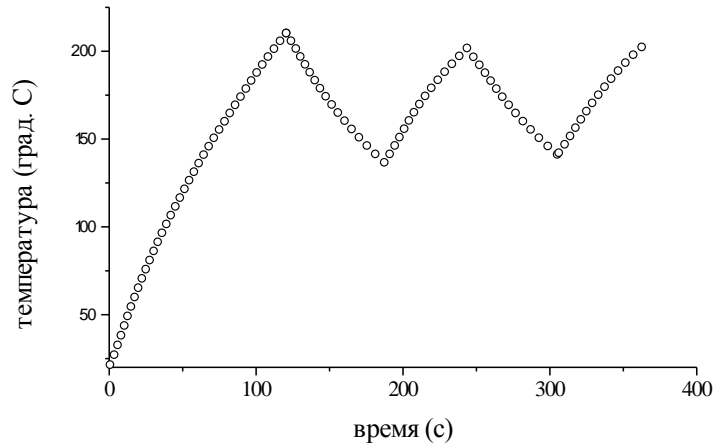


Рис.18. Температура кристалла (толщина 0.45 мм, \varnothing 10 см) с полимерной пленкой (толщина 1 мкм) на поверхности в кислородной плазме при давлении 50 Па. Разряд выключается при достижении температуры $\theta \approx 200$ °C и включается при остывании кристалла до $\theta \approx 140$ °C.

Изучение кинетики остывания кристаллов кремния после выключения разряда позволило определить вклад радиационного теплоотвода и найти температурную зависимость тепловой мощности, излучаемой кристаллом. Показано [97], что излучение оптически тонкой полупроводниковой пластинки описывается не приближением серого тела, а аррениусовой зависимостью с энергией активации ΔE , равной полуширине запрещенной зоны E_g . По этой причине кристалл GaAs ($E_g \approx 1.4$ эВ) нагревается в разряде до большей температуры, чем Si ($E_g \approx 1.1$ эВ), при одинаковых условиях в реакторе (рис.19).

Контроль воспроизводимости температурного режима поверхности в плазмохимическом реакторе проведен [98] для серии последовательных загрузок подложек в реактор. Это, вероятно, первое в микротехнологии применение активной термометрии для контроля воспроизводимости условий на подложке и воздействий на нее. Разработаны и другие автоматизированные приборы для технологического контроля с помощью лазерной термометрии в процессах плазмохимического осаждения пленок и травления микроструктур [99,100]. Возможность технологического контроля процессов в плазме стала доступной только после разработки методов и средств лазерной термометрии.

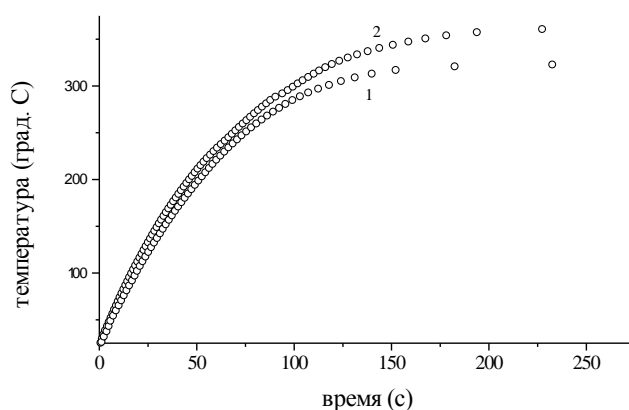


Рис.19. Зависимость температуры кристаллов Si (1) и GaAs (2) от времени после зажигания ВЧ-разряда в кислороде. Кристалл Si нагревается до меньшей температуры вследствие большего радиационного теплоотвода. Мощность теплового излучения растет с концентрацией свободных носителей заряда в кристалле. Из-за меньшей ширины запрещенной зоны кристалла Si ($E_g \approx 1.1$ эВ) концентрация носителей в нем растет с температурой быстрее, чем в GaAs ($E_g \approx 1.4$ эВ).

Нерешенные задачи лазерной термометрии

Объем работ по лазерной термометрии (приблизительно 150 статей) является пока фрагментарным, недостаточно разработано метрологическое обеспечение, не проводится сравнение разных методов в идентичных условиях. Отсутствуют работы по термометрии микрогетерогенных материалов (ситаллов и т.д.), которые часто применяются в микротехнологии. Гипотетическая возможность разработки метода для таких материалов состоит в том, чтобы использовать для диагностики люминесценцию или рассеянный свет, так как зеркально отраженное излучение имеет очень низкую интенсивность. Представляет интерес создание активных методов для термометрии сосудов неплюской формы, в которых возбуждается разряд (трубок, сферических колб и т.д.). Только начинается разработка лазерных методов для измерения в плазме температуры объектов с микроскопическими размерами [101]. Вместе с тем, масштабное применение плазмы для обработки волокон и тканей, а также синтеза мелкодисперсных частиц [102], делает актуальным создание методов активной термометрии таких объектов.

В настоящее время все эксперименты по лазерной термометрии поверхности выполняются в стационарных разрядах, где тепловые потоки на поверхность невелики ($D \sim 0.01 \div 1$ Вт/см²). Представляют интерес возможности термометрии также в импульсных разрядах, где большие тепловые потоки ($D \sim 10 \div 10^4$ Вт/см²) на поверхность действуют в течение короткого времени ($\tau \sim 1 \div 100$ мкс). Для проведения тепловых измерений в условиях дефицита энергии необходимо регистрировать малые изменения ΔT температуры

поверхности. Регистрация температурных приращений $\Delta T \ll 1$ К в импульсных разрядах с помощью лазерных методов не проводилась.

Отсутствуют подходы к исследованию неравновесных состояний поверхности под действием ионной бомбардировки. Возбужденные состояния после столкновения иона с поверхностью существуют в области малого размера (~ 1 нм) в течение малого времени ($\sim 10^{-12} \div 10^{-9}$ с). В установках плазменной микротехнологии плотность ионных потоков на поверхность составляет обычно $10^{15} \div 10^{17}$ см $^{-2}$ с $^{-1}$. Любое измерение, в котором проводится усреднение сигнала по большой площади ($\sim 0.1 \div 10$ мм 2) за большое время ($\sim 10^{-6} \div 1$ с), не позволяет пока зарегистрировать неравновесность и характеризовать ее количественно (например, вводя понятие об эффективной температуре фононной подсистемы на поверхности). Поэтому влияние неравновесности на скорость химических процессов на поверхности не изучается.

Согласно прогнозам [103], имеются перспективы применения в микроэлектронике широкозонных материалов: алмаза, карбида кремния, нитрида бора и т.д. В настоящее время оптические свойства таких материалов изучены недостаточно и в основном при пониженных температурах ($\theta \leq 300$ К). Необходимые для термометрии данные в диапазоне $\theta > 300$ К обычно отсутствуют. Недостаточно данных также для проведения термометрии таких оптически анизотропных кристаллов, как ниобат лития, широко применяемых при создании интегральных схем акустоэлектроники с помощью плазменной микротехнологии.

Существенным препятствием для большинства методов лазерной термометрии является изменение во времени оптических свойств поверхности под действием потоков заряженных или химически активных частиц, происходящее одновременно с нагреванием. Разделить вклады в регистрируемый сигнал, вносимые нагреванием образца и изменением свойств поверхности, иногда не удается без усложнения диагностики. В таких случаях необходимо использовать дополнительный метод, позволяющий оценивать состояние поверхности и корректировать модель, на основе которой проводится термометрия. Общего алгоритма решения такой задачи пока нет.

Заключение

Методы лазерной термометрии твердых тел в плазме начали создаваться и применяться на 20 лет позднее, чем методы лазерной термометрии плазмы и высокотемпературных газовых потоков. Это связано, во-первых, с тем, что задача о взаимодействии низкотемпературной плазмы с поверхностью долгое время относилась к периферии круга проблем, стоящих перед физикой плазмы и газового разряда. В 80-е годы задача

выдвинулась в число основных вследствие большой значимости процессов, происходящих на поверхности под действием заряженных и химически активных частиц, для важного приложения - плазменной микротехнологии. Во-вторых, запаздывание связано с длительными попытками адаптировать традиционные методы к условиям измерений в плазме. Достоверность результатов термометрии твердых тел в плазме с помощью традиционных методов критическим образом зависит от условий теплообмена в системе объект-датчик, а также от уровня посторонних воздействий на чувствительный элемент и канал связи, по которому передается сигнал. Для устранения этих зависимостей и повышения надежности термометрии были разработаны методы, в которых сам исследуемый объект выполняет роль термочувствительного элемента, показания которого считываются зондирующим световым пучком. К настоящему времени предложены и развиваются более 10 методов лазерной термометрии, хотя в исследованиях активно применяется пока менее половины из них.

С помощью лазерной термометрии за последние 10 лет получены новые результаты в области взаимодействия неравновесной (в т.ч. химически активной) плазмы с поверхностью. Температура стала независимой переменной, при этом появилось новое пространство измерений в координатах “время-температура” и “температура-мощность”. Лазерная термометрия сделала практически осуществимым температурный контроль в плазменных процессах микротехнологии (осаждение тонких пленок и травление микроструктур).

Перспективы развития температурной диагностики взаимодействия плазмы с поверхностью связаны, вероятно, с исследованием нестационарных процессов. В этом направлении большие методические возможности заключаются в регистрации и обработке непрерывной зависимости $\theta(t)$ и анализе ее производных. Представляется, что таким путем можно разделить интегральный тепловой поток на составляющие, обусловленные действием разных механизмов теплообмена. Если эта задача будет решена, тепловая диагностика позволит определять плотность энергии в разных подсистемах неравновесного разряда по скорости теплообмена каждой из этих подсистем с поверхностью при их совместном действии.

Список литературы

1. Shohet J.L. // Intern. School Plasma Phys. "Piero Caldirola". G.Bonizzoni, W.Hooke, E.Sindoni (Eds.). SIF, Bologna, 1993. P.47.
2. Магунов А.Н. Теплообмен неравновесной плазмы с поверхностью. Автореферат дисс. ... д.ф.-м.н. М.: ИОФ РАН, 1996. 35 с.
3. Barna G.G., Moslehi M.M., Lee Y.J. // Sol. St. Technol. 1994. V. 37, №4. P.57.
4. Kessels W.M.M., Severens R.J., Van de Sanden R., Schram D.C. // J. Non-Cryst.Solids. 1998. V.227-230. P.133.
5. Wilson R.J., Weiss B.L. // Vacuum. 1991. V.42, №12. P.719.
6. Keaton A.L., Hess D.W. // J.Vac.Sci.Technol.B. 1988. V.6, №1. P.72.
7. Matsuda A. // Intern. School Plasma Phys. "Piero Caldirola"/ Eds. G.Bonizzoni, W.Hooke, E.Sindoni. SIF, Bologna, 1993. P.405.
8. Handbook of Thin Film Technology/ Eds. L.I. Maissel, R. Glang. N.Y.: McGraw Hill, 1970 (Технология тонких пленок / Под ред. Л. Майссела, Р. Глэнга. М.: Сов.радио, 1977. Т.1; Т.2).
9. Лукин О.В., Магунов А.Н. // Микроэлектроника. 1998. Т.27, №6. С.440.
10. Visser R.J. // J.Vac.Sci.Technol.A. 1989. V.7, №2. P.189.
11. Steffen H., Kersten H., Wulff H. // J.Vac.Sci.Technol.A. 1994. V.12, №5. P.2780.
12. Kersten H., Snijkers R.J.M.M., Schulze J. et al. // Appl.Phys.Lett. 1994. V.64, №12. P.1496.
13. Ausiello O., Ibbotson D.E., Flamm D.L. // Nucl.Instrum. and Methods in Phys.Research. 1987. V.B23. P.419.
14. Сазанов Ю.Н. Термический анализ органических соединений. Л.: Наука, 1991.
15. Harshbarger W.R. // In: Plasma Processing for VLSI/ Eds. N.G. Einspruch, D.M. Brown. Orlando, etc.: Academic, 1984. Ch.11 (Харшбарджер У.Р. // В сб.: Плазменная технология в производстве СБИС. М.: Мир, 1987. Гл.11).
16. Korotchenko V., Matthews A. // Vacuum. 1988. V.36, №1-3. P.61.
17. Shenfeld O., Belotserkovsky E., Goldwasser B. et al. // Opt. Eng. 1993. V.32, №2. P.216.
18. Wong P.Y., Hess C.K., Miaoulis J.N. // Opt. Eng. 1995. V. 34, №6. P.1776.
19. Egerton E.J., Nef A., Millikin W. et al. // Sol.St.Technol. 1982. V.25, №2. P.84.
20. Hussla I., Enke K., Grünwald H. et al. // J.Phys.D: Appl.Phys. 1987. V.20. P.889.
21. Магунов А.Н., Лукин О.В., Мальшаков В.Г., Попов А.А. // Тр.ФТИАН. Т.12. М.: Наука, 1997. С.99.
22. Данилин Б.С., Киреев В.Ю., Каплин В.А., Врублевский Э.М. // ПТЭ. 1982. №1. С.13.
23. Gottscho R.A., Miller T.A. // Pure&Appl.Chem. 1984. V.56, №2. P.189.
24. Deshmukh V.G.I., Cox T.I. // Plasma Phys. Control. Fusion. 1988. V.30, №1. P.21.

25. Koch A.W. // Intern. School Plasma Phys. "Piero Caldirola"/ Eds. G.Bonizzoni, W.Hooke, E.Sindoni. SIF, Bologna, 1993. P.377.
26. Магунов А.Н. // ПТЭ. 1995. №5. С.131.
27. Магунов А.Н. // Письма в ЖТФ. 1992. Т.18, №23. С.1.
28. Магунов А.Н., Лукин О.В. // Микроэлектроника. 1996. Т.25, №2. С.97.
29. Olson G.L., Roth J.A. // Materials Sci.Repts. 1988. V.3, №1. P.1.
30. Sturm J.C., Schwartz P.V., Garone P.M. // Appl.Phys.Lett. 1990. V.56, №10. P.961.
31. Магунов А.Н. // ПТЭ. 1998. №3. С.6.
32. Donnelly V.M., Ibbotson D.E., Chang C.-P. // J.Vac.Sci.Technol.A. 1992. V.10, №4. Pt.1. P.1060.
33. Лукин О.В., Магунов А.Н. // Микроэлектроника. 1995. Т.24, №2. С.119.
34. Магунов А.Н. // Физ. плазмы. 1997. Т.23, №11. С.1018.
35. Магунов А.Н. // Письма в ЖТФ. 1995. Т.21, №5. С.44.
36. Moreau W.M. Semiconductor Lithography. N.Y.: Plenum, 1988 (Моро У. Микролитография. М.: Мир, 1990).
37. Durandet A., Joubert O., Pelletier I., Pichot M. // J.Appl.Phys. 1990. V.67, №8. P.3862.
38. Joubert O., Paniez P., Pons M., Pelletier J. // J.Appl.Phys. 1991. V.70, №2. P.977.
39. Zaidi S.H., Brueck S.R.J., McNeil J.R. // J.Vac.Sci.Technol.B. 1992. V.10, №1. P.166.
40. Lang M.K., Donohoe G.W., Zaidi S.H., Brueck S.R.J. // Opt. Eng. 1994. V.33, №10. P.3465.
41. Hercher M., Wyntjes G., DeWeerd H. // Proc. SPIE. 1987. V.746. P.187.
42. Voorhes D.W., Hall D.M. // Proc. SPIE. 1991. V.1595. P.61.
43. Кизель В.А. Отражение света. М.: Наука, 1973.
44. Timans P.J., McMahon R.A., Ahmed H. // J.Appl.Phys. 1989. V.66, №6. P.2285.
45. Qiu T.Q., Grigoropoulos C.P., Tien C.L. // Experim.Heat Transfer. 1993. V.6, P.231.
46. Lee A.S., Norris P.M. // Rev.Sci.Instrum. 1997. V.68, №2. P.1307.
47. Grosse P. Freie Elektronen in Festkörpern. Berlin, etc.: Springer-Verlag, 1979 (Гроссе П. Свободные электроны в твердых телах. М.: Мир, 1982).
48. Azzam R.M.A., Bashara N.M. Ellipsometry and polarized light. Amsterdam: North-Holland, 1977 (Аззам Р, Башара Н. Эллипсометрия и поляризованный свет. М.:Мир, 1981).
49. Ibrahim M.M., Bashara N.M. // J.Vac.Sci.Technol. 1972. V.9. P.1259.
50. Бакланов М.Р., Свитащев К.К., Семененко Л.В., Соколов В.К. // Оптика и спектроскопия. 1975. Т.39, №2. С.362.
51. Tomita T., Kinosada T., Yamashita T. et al. // Jap.J.Appl.Phys. 1986. V.25, №11. P. L925.
52. Kroesen G.M.W., Oehrlein G.S., Bestwick T.D. // J.Appl.Phys. 1991. V.69, №5. P.3390.

53. Мардежов А.С., Чикичев С.И., Швец В.А. // Сб.: Эллипсометрия: теория, методы, приложения/ Под ред. К.К.Свиташева, А.С.Мардежова. Новосибирск: Наука, 1991. С.127.
54. Hansen G.P., Krishnan S., Hauge R.H., Margrave J.L. // Appl.Opt. 1989. V.28, №10. P.1885.
55. Соколовская А.И., Кудрявцева А.Д., Бреховских Г.Л. // Тр. ФИАН. 1991. Т.212. С.16.
56. Pazonis G.D., Tang H., Herman I.P. // IEEE J. Quant. Electron. 1989. V.25. P.976.
57. LaPlant F., Laurence G., Ben-Amotz D. // Appl. Spectrosc. 1996. V.50. P.1034.
58. Dai S., Young J.P., Begun G.M., Mamantov G. // Appl. Spectrosc. 1992. V.46. P.375.
59. Jellison G.E., Jr., Lowdnes D.H., Wood R.F. // Phys. Rev. B. 1983. V.28, №6. P.3272.
60. Pankove J.I. Optical Processes in Semiconductors. NJ: Prentice-Hall, 1971 (Панков Ж. Оптические процессы в полупроводниках. М.: Мир, 1973).
61. Zhang W., Lu X., Wang X. et al. // J. Luminescence. 1988. V.40-41. P.850.
62. Allison S.W., Gillies G.T. // Rev.Sci.Instrum. 1997. V.68, №7. P.2615.
63. Grattan K.T.W., Palmer A.W. // Rev.Sci.Instrum. 1985. V.56, №9. P.1784.
64. Baggerman J.A.G., Visser R.J., Collart E.J.H. // J.Appl.Phys. 1994. V.75, №2. P.758.
65. Van Delft F.C.M.J.M., Giesbers J.B. // Microelectron. Eng. 1998. V.41/42. P.387.
66. Daviet J.-F., Peccoud L., Mondon F. // J. Appl. Phys. 1993. V.73, №3. P.1471.
67. Anderson R.L. // Proc. SPIE. 1990. V.1392. P.437.
68. Kolodner P., Katzir A., Hartsough N. // Appl. Phys. Lett. 1983. V.42, №4. P.749.
69. Wilhelm B., Janssen M., Romano V. et al. // VDI Berichte, Temperatur'98. 1998. V.1379. P.133.
70. Гасилов А.Ю., Магунов А.Н., Маковийчук М.И. и др. // Тез. докл. I-й Росс. конф. по физике полупроводников. Н.-Новгород, 1993. С.225.
71. Holm R.T., McKnight S.W., Palik E.D., Lukosz W. // Appl. Opt. 1982. V.21, №14. P.2512.
72. Барабан А.П., Булавинов В.В., Коноров П.П. Электроника слоев SiO₂ на кремнии. Л.: Изд-во ЛГУ, 1988.
73. Ахманов С.А., Емельянов В.И., Коротеев Н.И., Семиногов В.Н. // УФН. 1985. Т.147, №4. С.675.
74. Hicks J.M., Urbach L.E., Plummer E.W., Dai H.-L. // Proc. SPIE. 1990. V.1208. P.127.
75. Pedanekar N.R., Yin H., Laurendeau N.M. // Appl. Opt. 1996. V.35, №21. P.4169.
76. Born M., Wolf E. Principles of Optics. Oxford, 1968 (Борн М., Вольф Е. Основы оптики. М.: Наука, 1970).
77. Merkulov S.V., Magunov A.N. // "Frontiers in Low Temperature Plasma Diagnostics III", Saillon, Switzerland, 15-19 Feb.1999. Book of papers. Ecole Polytechnique Federale de Lausanne, 1999. P.101.

78. Магунов А.Н., Буяновская П.Г., Гасилов А.Ю., Преображенский М.Н. // *Опт. и спектр.* 1998. Т.84, №1. С.68.
79. Магунов А.Н., Гасилов А.Ю. // *Микроэлектроника.* 1997. Т.26, №5. С.384.
80. Гасилов А.Ю., Магунов А.Н. // *Завод. лаб.* 1997. Т.63, №8. С.32.
81. Голубев А.Н. // *Оптическая техника.* 1995. №4. С.40.
82. Гривицкас В.В., Абraitис В.Б., Амстибовский В.В. и др. *Регистрация геометрической неоднородности кремниевых пластин при помощи панорамной интерферометрии.* Вильнюс: Изд-во Вильнюсского ун-та, 1990.
83. Mantz A.W. // *Spectrochimica Acta Pt.A.* 1995. V.51. P.2211.
84. Байков И.С., Безотосный В.В. // *Прикладная физика.* 1995. №2. С.3.
85. Johnson S.R., Lavoie C., Tiedje T., Mackenzie J.A. // *J.Vac.Sci.Technol. B.* 1993. V.11, №3. P.1007.
86. Pearsall T.P., Saban S.R., Booth J. et al. // *Rev.Sci.Instrum.* 1995. V.66, №10. P.4977.
87. Wang Z., Kwan S.L., Pearsall T.P. et al. // *J.Vac.Sci.Technol. B.* 1997. V.15, №1. P.116.
88. Tkharev E.E., Danilyuk A.L. // *Vacuum.* 1985. V.35, №4-5. P.183.
89. Soref R.A., Bennett B.R. // *IEEE J.Quant.Electron.* 1987. V.QE-23, №1. P.123.
90. Bond R.A., Dzioba S., Naguib H.M. // *J.Vac.Sci.Technol.* 1981. V.18, №2. P.335.
91. Магунов А.Н. // *Письма в ЖТФ.* 1992. Т.18, №10. С.44.
92. Foissac C., Supiot P., Dessaux O., Goudmand P. // *Proc. XXIV ICPIG. Warsaw, Poland, 1999.* V.2. P.7.
93. Horiike Y., Shibagaki M. // *Jap.J.Appl.Phys.* 1976. V.15. Suppl.1. P.13.
94. Магунов А.Н. // *Письма в ЖТФ.* 1994. Т.20, №4. С.36.
95. Magunov A.N., Lukin O.V. // *XIII ESCAMPIG. Poprad, Slovakia, 1996. Europhys. Conf.Abstr.* Vol.20E. Pt.B. P.319.
96. Магунов А.Н. // *Физика плазмы.* 1999. Т.25, №8. С.704.
97. Магунов А.Н. // *Письма в ЖТФ.* 1994. Т.20, №7. С.65.
98. Adel M.E., Ish-Shalom Ya., Mangan S. et al. // *Proc. SPIE.* 1992. V.1803. P.290.
99. Donnelly V.M., Ibbotson D.E., Chang C.-P. // *J.Vac.Sci.Technol. A.* 1992. V.10, №4. P.1060.
100. Kurosaki R., Kikuchi J., Kobayashi Ya. et al. // *Proc. SPIE.* 1995. V.2635. P.224.
101. Swinkels G., Kroesen G. // "Frontiers in Low Temperature Plasma Diagnostics III", Saillon, Switzerland, 15-19 Feb.1999. Ecole Polytechnique Federale de Lausanne, 1999. P.199.
102. *Низкотемпературная плазма. Т.4. Плазмохимическая технология/ Под ред. В.Д. Пархоменко, Ю.Д. Третьякова.* Новосибирск: Наука, 1991.
103. Large bandgap electronic materials and components // *Proc.IEEE.* 1991. V.79, №5. P.595.