

文章编号:1002-2082(2018)04-0579-06

一种用于MOCVD石墨盘的红外测温装置

杨超普^{1,2},方文卿³,阳帆³,刘蕊雨³,李春^{1,2},张美丽^{1,2},韩茜^{1,2},刘彦峰^{1,2}

(1.商洛学院 化学工程与现代材料学院,陕西 商洛 726000;2.陕西省尾矿资源综合利用重点实验室,陕西 商洛 726000;
3.南昌大学 国家硅基 LED 工程技术研究中心,江西 南昌 330047)

摘要:根据MOCVD(metal organic chemical vapor deposition)在线红外测温的发展需要,结合Thomas Swan CCS MOCVD反应室的结构特征,考虑加热比调节空烧过程的特定条件,设计了一种能够在线监测MOCVD石墨盘上表面温度及径向19个点温度分布的简易940 nm红外测温装置。通过安装于光学视窗上方的红外探头,探测高温石墨盘及外延片的红外辐射强度,根据Planck黑体辐射公式及光谱发射率修正进行测温。红外测温装置主要由可读数轨道、红外探头、连接板以及精密平移台4部分组成。将该装置应用于MOCVD Si(111)衬底上制备InGaN/GaN多量子阱(MQW)结构外延片加热程序的空烧过程,结果表明:最低能够测量的温度为430℃,700℃~850℃测量误差在2.3℃内,900℃~1100℃测量误差在1℃内,700℃~1100℃范围内,重复性均在0.6℃内,无需反射率修正、探孔有效面积校准;能稳定工作。

关键词:红外测温;金属有机物化学气相沉积;在线监测;光学设计

中图分类号:TN219;TN305

文献标志码:A

DOI:10.5768/JAO201839.0406002

Infrared thermometry apparatus for MOCVD graphite plate

Yang Chaopu^{1,2}, Fang Wenqing³, Yang Fan³, Liu Biyu³, Li Chun^{1,2}, Zhang Meili^{1,2},
Han Xi^{1,2}, Liu Yanfeng^{1,2}

(1. College of Chemical Engineering and Modern Materials, Shangluo University, Shangluo 726000, China;
2. Shaanxi Key Laboratory of Comprehensive Utilization of Tailings Resources, Shangluo University,
Shangluo 726000, China;3. National Engineering Technology Research Center for LED on Silicon Substrate,
Nanchang University, Nanchang 330047, China)

Abstract: According to the development needs of online infrared thermometry of metal organic chemical vapor deposition (MOCVD), integrating the character of Thomas Swan CCS MOCVD reaction chamber, and considering the particular conditions of the process of heating ratio control vacuum calcination, a simple 940 nm infrared thermometry apparatus was designed, which can measure the surface temperature of MOCVD graphite plate and the radial temperature profile at 19 probe points online. The infrared radiation intensity of the high-temperature graphite disk and the epitaxial wafer was detected by an infrared probe installed above the optical window, and the temperature was measured according to the Planck blackbody radiation formula and the spectral emissivity correction. The infrared temperature measuring device is mainly composed of a readable track, an infrared probe, a connecting plate, and a

收稿日期:2017-12-20; 修回日期:2018-02-17

基金项目:国家重点研发计划“战略性先进电子材料”重点专项(2017YFB0403700);陕西省自然科学基础研究计划资助项目(2017JQ6011);陕西省教育厅专项科研计划项目(16JK1241);商洛市科技计划项目(SK2015—29)

作者简介:杨超普(1987—),男,陕西商州人,讲师,硕士,主要从事MOCVD在线监测设备研发工作。

E-mail:1754510624@qq.com

通信作者:方文卿(1964—),男,江西抚州人,教授,硕士,主要从事外延生长的在线光电监测仪器方面的研究。

E-mail:fwq@ncu.edu.cn

precision translation stage. The apparatus was used in the process of silicon(111) substrate growing epitaxial wafer with InGaN/GaN MQW vacuum calcination by MOCVD. Result shows that the lowest range of thermometry is equally 430°C; the accuracy is within 2.3°C from 700 °C to 850°C, the accuracy is within 1°C from 900 °C to 1100°C, the repeatability is within 0.6°C from 700 °C to 1100°C. The apparatus work stably, without the need for reflectivity correction and effective hole area calibration.

Key words: infrared thermometry; MOCVD; online monitoring; optical design

引言

金属有机物化学气相沉积(metal organic chemical vapor deposition, MOCVD)是制备 LED 外延片的核心设备^[1]。随着国家对半导体照明的大力支持,LED 产业迅速壮大,MOCVD 的装机量快速攀升。2015 年中国 MOCVD 保有量已达 1 372 台,拥有量占全球 70% 以上。为了进一步降低成本,61 片机甚至更大反应室的 MOCVD 相继出现。在 MOCVD 外延生长过程中,反应室内石墨盘上表面的温度及其均匀性直接影响外延层质量以及 LED 的最终性能。例如:在 Si(111)衬底上制备 InGaN/GaN 多量子阱(MQW)结构 LED 外延片的掺铟过程中,温度每偏差 1°C,将最终引起 LED 中心波长漂移 1.2 nm^[2-4]。因此,精确测量并控制 MOCVD 反应室内石墨盘上表面温度及其分布,特别是大尺寸 MOCVD 反应室温度,对高质量 LED 外延生长至关重要^[5-6]。

在线红外测温可通过光学方式,在外延生长过程中,非接触实时对石墨盘上表面温度进行精确测量。对于英国 Thomas Swan 公司的低压近场喷淋式(close coupled showerhead, CCS)MOCVD 系统,目前广泛应用的在线红外测温设备主要有:德国 LayTec 公司的 Epi 系列在线监测设备^[7],AIXTRON 公司的 Argus(CCSPyrometric profiling system),以及 Thomas Swan CCS MOCVD 系统配套的 Mikron M680。Epi 价格昂贵,EpiTT 3W 设备和与其配套校准设备,国内售价高达 85 万元^[5],且无法测量径向温度分布;Argus 采用多个探测器并排固定放置的设计方式,受探测器大小影响,摆放个数有限,探测间距较大,温度分布测量不精确,且随着 MOCVD 反应室的增大,使用探测器个数增多,成本增大;Mikron M680 为单波长多通道红外测温仪,每次使用时均要利用黑体辐射炉对石英探针进行校准,且仅能通过 MOCVD 喷头顶部预留的光学探孔测量对应点温度。

MOCVD 在生长多炉外延片后,为了去除石墨盘上的沉积物,常将石墨盘在高温下空烧。在 MOCVD 电阻加热器不同区加热比调节过程中,对于空烧 2 次的石墨盘可近似为黑体,刷干净的反应室喷头可不考虑探测喷淋孔大小受沉积物的影响。基于以上特有条件,开发了一种应用于 Thomas Swan CCS MOCVD 加热比调节过程,能精确监测石墨盘径向温度分布的简易红外测温装置。详细分析了该红外测温装置的原理,给出了实物照片、探头设计图、电路图,并利用该装置在线模拟测量了 Si(111) 衬底上制备 InGaN/GaN MQW 结构外延片过程中石墨盘上表面温度,证明了该红外测温装置具有一定的应用价值,可为相关设备开发提供参考。

1 原理与方法

1.1 MOCVD 红外测温原理

Thomas Swan CCS MOCVD 反应器为低压近场喷淋式 5.08 cm(2 英寸)7 片系统,采用电热丝辐射加热。由较大电流的电热丝发热,辐射至上方旋转的石墨盘,进而加热位于石墨盘上表面圆形凹坑内的外延片^[5]。应用于 MOCVD 反应器的红外测温装置,是通过安装于光学视窗上方的红外探头,探测高温石墨盘及外延片的红外辐射强度,根据 Planck 黑体辐射公式及光谱发射率修正进行测温^[8],原理见图 1 所示。

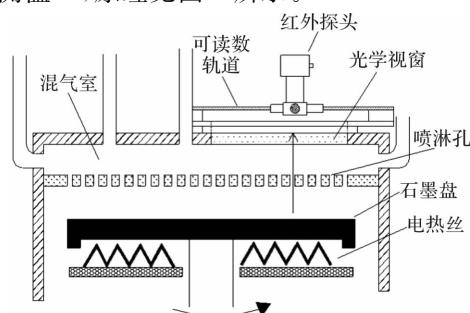


图 1 MOCVD 在线红外测温示意图

Fig. 1 Schematic of MOCVD online infrared thermometry

应用于 MOCVD 的红外测温方法,根据探测波长数目不同,可分为单色辐射测温法和双波长比色测温法^[9],本装置采用单色辐射测温法。单色辐射测温法测量真实温度需根据 Kirchhoff 定律进行光谱发射率 ϵ_λ 修正,未经发射率修正,直接将被测物简化为黑体,即令 $\epsilon_\lambda=1$,测得的温度称为表观温度。MOCVD 单色辐射测温原理表示为

$$M(\lambda, T) = \epsilon_\lambda C_1 \lambda^{-5} \frac{1}{e^{C_2/\lambda T} - 1} \quad (1)$$

温度表达式为

$$T = \frac{hc}{\lambda k \ln \left[\frac{2\pi c e R S \eta \lambda^{-4} \epsilon_\lambda}{\alpha V(\lambda, T)} \right]} \quad (2)$$

发射率偏差引起的表观温度相对误差为

$$\frac{dT_{\text{lum}}}{T_{\text{lum}}} = \left(\frac{C_2}{\lambda T} - \ln \epsilon_\lambda \right)^{-1} \frac{d\epsilon_\lambda}{\epsilon_\lambda} \quad (3)$$

真实温度与表观温度相对偏差计算式为

$$\frac{\Delta T_{\text{lum}}}{T} = \left| \frac{\lambda T \ln \epsilon_\lambda}{\lambda T \ln \epsilon_\lambda - C_2} \right| \quad (4)$$

式中: M 、 C_1 、 C_2 、 λ 分别为单色辐出度、第 1 辐射常数、第 2 辐射常数、被探测的红外波长; h 、 c 、 k 、 e 、 R 分别为玻尔兹曼常数、光速、普朗克常数、元电荷电量、运算放大器的反馈电阻阻值,这些参数均已知; α 为红外辐射传播过程中的衰减系数; η 为光电探测器的量子效率,这 2 个参数之比可用黑体辐射炉测定; S 为反应室光学探孔的有效面积,在外延生长过程中沉积物会影响 S 的大小,需要定期利用专用设备对 S 进行校准修正; $V(\lambda, T)$ 为放大电路处理后的电压信号, ϵ_λ 为光谱发射率,由 Kirchhoff 定律与能量守恒定律可知 $\epsilon(\lambda)=1-R(\lambda)$,可通过反射率测量得到; T_{lum} 为单色辐射测温的表观温度。

对于 MOCVD 石墨盘能否简单地利用表观温度 T_{lum} 代替真实温度 T ? 根据上述公式,结合 Si 衬底上制备 InGaN/GaN MQW 外延的温度范围,计算 $720^\circ\text{C} \sim 1100^\circ\text{C}$ 真实温度与表观温度的相对偏差,结果如图 2 所示。以生长 P 型 GaN 层 1000°C 为例,相对偏差 1.33361% ,绝对偏差高达 13.3361°C ,不符合 MOCVD 测温精度要求,故不能将石墨盘近似为黑体。

根据相关文献资料可得石墨的光谱发射率^[10-11]。该单色辐射测温被测波长 λ 为 940 nm , ϵ_λ 近似取定值 0.85 。根据上述公式,计算 $720^\circ\text{C} \sim 1100^\circ\text{C}$ 范围内, ϵ_λ 偏差为 0.01 时,引起表观温度

T_{lum} 的相对误差,结果见图 2 所示。以 MQW 结构 LED 外延片的掺 In 温度 720°C 为例,相对偏差为 0.075527% ,绝对偏差仅为 0.75527°C 。故在该测温过程中石墨盘 ϵ_λ 可近似恒为 0.85 。

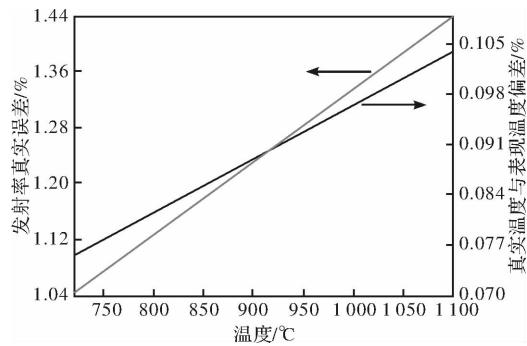


图 2 MOCVD 石墨盘单色辐射测温发射率引起表观温度误差及真实温度与表观温度偏差

Fig. 2 Error of apparent temperatures , deviation between actual temperatures and apparent temperatures of due to monochromatic radiation thermometry emissivity for MOCVD graphite plate

1.2 简易测温的实现

Thomas Swan CCS MOCVD 反应室喷头上顶板有为 Argus 多通道高温计预留的石英光学视窗,石英光学视窗呈带状,由喷头中心位置沿径向至石墨盘边缘的正上方,见图 3(左)所示。通过该光学视窗,透过喷头喷淋孔可观察到高温下的石墨盘,喷头喷淋孔见图 3(右)所示。Thomas Swan CCS MOCVD 反应室喷淋孔直径 0.5 mm ,沿径向 2 个喷淋孔间距 3.54 mm 。

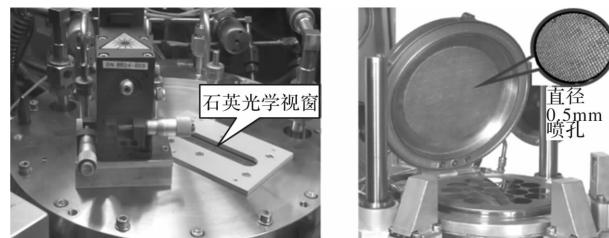


图 3 MOCVD 反应室石英光学视窗(左)和喷头喷淋孔实物照片(右)

Fig. 3 Quartz optical window of MOCVD reaction chamber (left) and jet hole (right)

在石英光学视窗上方安装可指示位置读数的精密轨道,在轨道上方安装可移动的高灵敏度红外探头,可实现 MOCVD 反应室径向温度分布的在线测量。根据上述计算分析可知,对于空烧 2 次的干净石墨盘,可近似 ϵ_λ 恒为 0.85 ,无需光谱发射率修正。对于刷干净的 MOCVD 反应室喷头,可

近似为各个喷淋孔直径均为 0.5 mm, 在空烧调节加热比过程中, 喷淋孔大小无变化, 无需考虑探孔的有效面积变化影响。在上述特定条件下, 可实现 MOCVD 石墨盘的单色辐射测温。

2 设计与分析

2.1 整体设计

该简易红外测温装置主要由可读数轨道、红外探头、连接板以及精密平移台 4 部分组成, 如图 4 所示。连接板安装于石英光学视窗上方, 由 4 颗沉头螺丝固定。可读数轨道主要由一个 50 分度游标卡尺改装而成, 精度为 0.02 mm, 主尺上有 $21 \times \phi 2$ mm 探测孔, 两孔间距 3.5 mm, 游标卡尺上有一个 $\phi 2.5$ mm 探测孔, 可读数轨道沿 MOCVD 反应室切向 8 mm 范围内调节。精密平移台位于可读数轨道游标探测孔正上方, 中间留有 $\phi 4$ mm 探测孔, 平移台可在垂直于轨道方向移动, 行程 4 mm。在精密平移台探测孔正上方安装红外探头, 探测波长为 940 nm。

由图 3(左)可见, 石英光学视窗周围有激光干涉仪、光学探孔、管道等, 环境复杂。为了保证该简易红外测温装置在安装使用过程中不受周围环境影响, 测绘了 Thomas Swan CCS MOCVD 反应室喷头上顶板(见图 4), 特别是石英光学视窗周围环境。利用 AutoCAD 3D 建模, 将该简易红外测温装置所有零件装配, 模拟安装于石英光学视窗上方。模拟探头沿轨道滑动, 确保探头能够透过喷淋孔探测到石墨盘中心位置至外边缘所有点。该装置能够探测 19 个点, 而 Argus 仅为 7 个点。

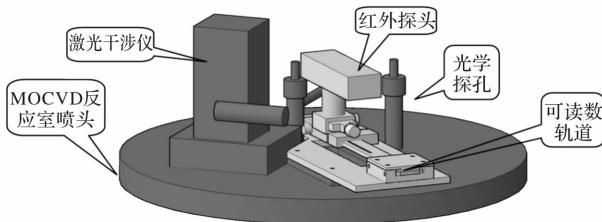


图 4 红外测温装置安装于 MOCVD 反应室的
AutoCAD 3D 图

Fig. 4 AutoCAD 3D diagram of infrared thermometry apparatus installed in MOCVD reaction chamber

该简易红外测温装置实物照片如图 5 所示。连接板、可读数轨道支架及切向调节部件材质均为不锈钢, 因为这些部件上均有多个螺纹孔, 且

使用较为频繁, 为避免滑丝, 采用硬度较大的钢。红外探头圆柱状中空部件材质为硬铝, 表面采用阳极氧化发黑处理。为了屏蔽外界电磁信号及光线影响, 红外探头电路部分用 0.1 mm 铜皮包裹, 探头电路盒端部有电源输入及电压信号输出引线。

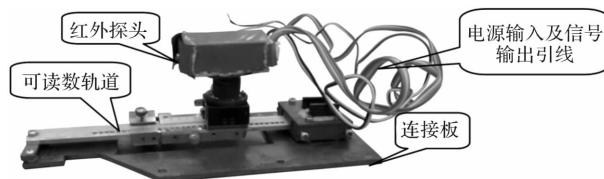


图 5 简易红外测温装置实物照片

Fig. 5 Actual sample of simple infrared thermometry apparatus

2.2 探头设计

该简易红外测温装置的核心部件为红外探头。红外探头设计原理如图 6(左)所示, 通光孔上方有一中心波长为 940 nm, 半峰宽为 10 nm, OD 值为 6 的窄带滤光片, 滤光片上方有硅光电池。硅光电池连接信号放大电路, 如图 6(右)所示。高温石墨盘的红外辐射经 940 nm 窄带滤光片滤波, 940 nm 红外辐射至硅光电池转化为微弱电流信号, 经运算放大器放大, 转换为电压信号。由于信号微弱, 运算放大器的反馈电阻为 1 000 MΩ。输出信号可上传至上位机, 经 AD 采集卡处理, 在屏幕上实时显示在线温度。对于简易红外测温装置输出信号也可直接连接高精度数字万用表电压档, 由测量的电压值根据上述公式可得到对应温度值。

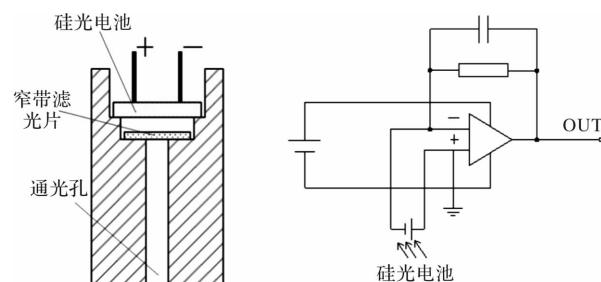


图 6 红外测温装置探头设计图(左)及电路图(右)

Fig. 6 Design drawing (left) and circuit diagram (right) of infrared thermometry probe

3 结果与讨论

为了验证该简易红外测温装置的可行性及稳定

性,将该装置安装于 Thomas Swan CCS MOCVD 反应室石英光学视窗。输出端连接至上位机 AD 采集卡,设置相关参数,上位机在线显示温度随时间变化。将石墨盘空烧 2 次,MOCVD 反应室喷头刷干净,关闭各种源,使 MOCVD 按照 Si(111) 衬底上制备 InGaN/GaN MQW 结构外延片的加热程序空烧。利用该装置在线监测石墨盘 B-Zone 固定点温度,测温结果如图 7 所示。由图 7 可见,该装置能够在整个过程中稳定工作。为了精确得到该探头测温的最低量程,对 0~1 500 s 段测温结果进行局部放大,见图 7 中插图,可得最低测量温度为 430℃,满足 MOCVD 在线测温要求。

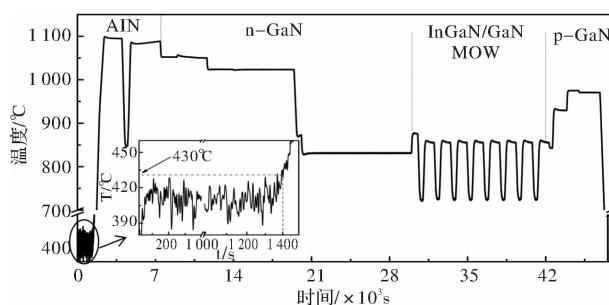


图 7 简易红外测温装置在线监测 MOCVD 石墨盘的测温结果(插图为局部放大图)

Fig. 7 Temperature measurement result of online monitoring MOCVD graphite plate by simple infrared thermometry apparatus (illustration is partially enlarged)

将该装置安装于 Thomas Swan CCS MOCVD 反应室石英光学视窗,红外探头固定在反应室 B-Zone 光学探孔的等效位置。根据该装置和 Mikron M680 测量值的偏差进行误差分析,重复测量同一温度点,根据 2 次测量结果的差值分析该装置的重复性,结果如表 1 所示。由表 1 可见,在 700℃~850℃ 测量误差在 2.3℃ 内,900℃~1 100℃ 测量误差在 1℃ 内,700℃~1 100℃ 范围内重复性均在 0.6℃ 内。

分别在 20 kW、25 kW、30 kW 加热功率下,测量 Thomas Swan CCS MOCVD 反应室石墨盘径向 19 个点的温度分布,结果如图 8 所示。由图 8 可见,石墨盘温度分布由高至低依次为 B-Zone、A-Zone、C-Zone,该结果与相关文献一致^[12]。加热功率 30 kW 时,石墨盘温差最大,为 2.5℃。

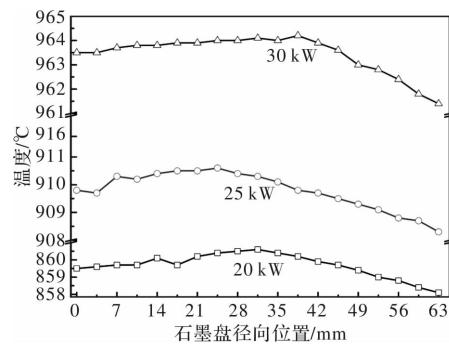


图 8 不同加热功率下 MOCVD 石墨盘径向温度分布测量结果

Fig. 8 Measurement results of radial temperature distribution for MOCVD graphite plate at different heating powers

表 1 简易红外测温装置性能测试分析

Table 1 Performance test analysis of simple infrared thermometry apparatus

温度/℃	700	750	800	850	900	950	1 000	1 050	1 100
误差分析/℃	+2.3	+2.1	+1.1	-1.4	-0.9	+0.7	-0.3	-0.5	+0.2
重复性分析/℃	-0.6	+0.3	+0.5	-0.4	+0.3	+0.2	-0.3	-0.2	-0.2

4 结论

本文提出了一种应用于 Thomas Swan CCS MOCVD 反应室,在线监测加热比调节过程中石墨盘上表面温度及其径向分布点温度的简易红外测温装置。给出了具体实现方法和设计图纸,并对其进行了详细说明。将该装置应用于 MOCVD Si(111) 衬底上制备 InGaN/GaN MQW 结构外延片加热程序的空烧过程,结果表明:

1) 该装置应用于 Thomas Swan CCS MOCVD 反应室,对于 5.08 cm(2 inch)7 片机,能够径向探测石墨盘上 19 个点的温度,最低能够测

量的温度为 430℃;

2) 该装置在 700℃~850℃ 测量误差在 2.3℃ 内,900℃~1 100℃ 测量误差在 1℃ 内,700℃~1 100℃ 范围内重复性均在 0.6℃ 内。

综述所述,该简易红外测温装置设计方案具有一定可行性,满足 MOCVD 红外测温要求,可为 MOCVD 在线红外测温设备开发提供参考。

参考文献:

- [1] LU Dacheng, DUAN Shukun. Metal organic vapor phase epitaxy base and application[M]. Beijing: Science Press, 2009.

陆大成,段树坤. 金属有机化合物气相外延基础及

- 应用[M]. 北京:科学出版社,2010.
- [2] YANG Chaopu, FANG Wenqing. Influence of atmosphere and pressures on infrared temperature measurement of MOCVD reactor [J]. Journal of Shangluo University, 2015,29(4):43-46.
杨超普,方文卿. 气氛及压强对MOCVD红外测温的影响[J]. 商洛学院学报, 2015,29(4):43-46.
- [3] KROST A, DADGAR A. GaN-based optoelectronics on silicon substrates[J]. Materials Science and Engineering B, 2002,93(1/2/3):77-84.
- [4] BRUNNER F, KNAUER A, SCHENK T, et al. Quantitative analysis of in situ wafer bowing measurements for III-nitride growth on sapphire [J]. Journal of Crystal Growth, 2008, 310 (10): 2432-2438.
- [5] YANG Chaopu, FANG Wenqing, LIU Mingbao, et al. Comparative study on in situ infrared thermometry methods of MOCVD[J]. Journal of Applied Optics, 2016,37(2):297-302.
杨超普,方文卿,刘明宝,等. MOCVD原位红外测温方法的比较研究[J]. 应用光学, 2016,37(2):297-302.
- [6] YANG Chaopu, FANG Wenqing, LIU Mingbao, et al. Design and implementation of multi-function in situ monitoring probe based on MOCVD[J]. Acta Photonica Sinica, 2017,46(6):0622002.
杨超普,方文卿,刘明宝,等. MOCVD多功能在线监测探头的设计与实现[J]. 光子学报, 2017,46(6):0622002.
- [7] WANG Chao, ZHANG Zezhan, CHEN Lei, et al. In-situ monitoring technology for growth of III nitrides by metal organic chemical vapor deposition[J]. Journal of University of Electronic Science and Technology of China, 2016,45(4):650-658.
王超,张泽展,陈磊,等. 氮化物外延生长在线监测技术[J]. 电子科技大学学报, 2016,45(4):650-658.
- [8] LIAO Panpan, ZHANG Jiamin. Research on influence factors for measuring and method of correction in infrared thermometer [J]. Infrared Technology, 2017,39(2):173-177.
廖盼盼,张佳民. 红外测温精度的影响因素及补偿方法的研究[J]. 红外技术, 2017,39(2):173-177.
- [9] XU Baochang, ZHANG Dingyuan. An improved colorimetric temperature measurement method[J]. Opto-Electronic Engineering, 2014,38(4):1-6.
徐宝昌,张丁元. 一种改进的比色测温方法研究[J]. 光电工程, 2014,38(4):1-6.
- [10] WANG Zongwei, DAI Jingmin, HE Xiaowa, et al. Calibration of FT-IR spectral emissivity measurement at ultra-high temperature [J]. J. Infrared Millim. Waves, 2010,29(5):367-371.
王宗伟,戴景民,何小瓦,等. 超高温FT-IR光谱发射率测量系统校准方法[J]. 红外与毫米波学报, 2010,29(5):367-371.
- [11] WANG Wendi, XU Guoyue, TAN Shujuan, et al. Preparation and properties of solar spectral optical cool coatings [J]. Infrared Technology, 2015, 37 (12):1063-1067.
王文第,徐国跃,谭淑娟,等. 光谱选择散热涂层的制备及性能研究[J]. 红外技术, 2015, 37 (12):1063-1067.
- [12] XU Longquan, LIU Xinwei, TANG Zihan, et al. Optimization design of GaN-MOCVD induction heating device [J]. Mechanical Science and Technology for Aerospace Engineering, 2017, 36 (12): 1921-1925.
徐龙权,刘新卫,唐子涵,等. 氮化镓MOCVD感应加热装置的优化设计[J]. 机械科学与技术, 2017,36 (12): 1921-1925.