

VENTAJAS DE LAS TÉCNICAS DE MEDICIÓN ÓPTICAS EN EL CONTROL DE PROCESOS

Huerta-Ruelas Jorge¹, López-López Máximo²
Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada del IPN,
José Siurob 10, Querétaro, Qro 76040, México
Tel/fax (4) 2121111, 2129466 jhuerta@cicatagro.ipn.mx
Departamento de Física, Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN,
Apartado Postal 14-740, México, D. F. 07000.

Resumen: En este trabajo se describen algunas técnicas de medición ópticas, que son fácilmente aplicables para el control de procesos industriales. Se describe cuales son sus principales ventajas comparadas con técnicas de medición más convencionales, como lo son su aplicación de manera remota y en tiempo real. Se tratan detalles sobre la validación inicial del instrumento que es necesaria para que cumpla con los requerimientos definidos por las normas de calidad aplicables. Se presenta un ejemplo de medición de espesores de películas delgadas ($\approx 1\mu\text{m}$) con diferentes técnicas de medición, resaltando la ventaja de las técnicas ópticas. Se mencionan otros ejemplos de potenciales variables de proceso, susceptibles de ser medidas por medios ópticos. Se muestra la posibilidad de controlar un determinado proceso utilizando mediciones ópticas como señal de retroalimentación para mantener los parámetros del proceso de un producto dentro de los límites que aseguren cumplen con las especificaciones deseadas.

INTRODUCCIÓN

Este trabajo tiene como propósito presentar resultados de mediciones ópticas, contrastadas con otras técnicas. También describir sus ventajas y su gran campo de aplicación.

Dentro de la metrología Industrial es necesario desarrollar instrumentos y sistemas de medición que permitan aumentar la productividad disminuyendo los costos por rechazo, inspección de material y tiempos de prueba. Por lo tanto la Metrología Científica debe desarrollar nuevos métodos de medición que permita lograr este objetivo.

Existen un sinnúmero de técnicas de laboratorio que ayudan a evaluar las propiedades del producto obtenido durante un proceso industrial. Sin embargo, los tiempos requeridos para la evaluación pueden ocasionar grandes pérdidas en la producción cuando se determina que el producto no se produjo conforme a las especificaciones. Otra fuente no menos importante de error es la alteración por condiciones ambientales y su manejo ocasionado por la necesidad de retirar el producto bajo estudio del proceso de producción para su caracterización. La interacción de la técnica con el producto, también puede ocasionar una modificación en los resultados obtenidos lo cual se refleja en un error en la medición. Debido a estos problemas es necesario contar con técnicas de medición de aplicación a tiempo real y en el lugar del proceso, que sean no destructivas, no invasivas,

con incertidumbre baja y que sean de bajo costo para su rápida y fácil incorporación por el industrial. Estas características las tienen las técnicas ópticas.

Las técnicas ópticas proporcionan información que puede sustituir a la obtenida por técnicas convencionales de laboratorio. Estas técnicas pueden aplicarse para el control a tiempo real durante un proceso industrial, permitiendo obtener información rápida y que no es afectada por el proceso de medición, por lo que es información con menos fuentes de error. Es posible la determinación a tiempo real y en el lugar del proceso de parámetros como la rugosidad, dimensiones físicas, color, espesor de películas, su velocidad de crecimiento o disminución, su composición, estado estructural, formación de defectos.

La reflexión, dispersión o transmisión de luz en un material nos proporciona uno o más parámetros de éste. El uso de fuentes de luz coherente espacial y temporalmente como son los láseres facilita en gran medida su incidencia en el material bajo estudio y su posterior detección. También, los avances en cuanto a modulación de la luz y su detección con dispositivos semiconductores, y el análisis de la señal con técnicas sensibles a la fase (Amplificador Lock-in), facilitan en la actualidad el desarrollo de técnicas ópticas de medición [1].

Implementar el uso de técnicas ópticas basadas en la modulación de la polarización de la luz aumenta su sensibilidad y campos de aplicación. Podemos

modular el estado de polarización de la luz por medio de prismas polarizadores o por un modulador fotoelástico.

El proyecto general tiene como objetivo principal el desarrollo de técnicas ópticas con la capacidad de medir variables de un proceso o producto a tiempo real con la finalidad de desarrollar sistemas de control de lazo cerrado. En este trabajo, se presenta en particular la implementación de un sistema de luz láser dispersa específico para su aplicación en el control de rugosidad, desoxidación, espesores, textura y cantidades relacionadas.

DETALLES EXPERIMENTALES

Como ejemplo se da a continuación una breve descripción de las técnicas experimentales que fueron utilizadas en este trabajo para medir espesores de películas delgadas.

Técnicas ópticas

Reflectividad

Las medidas de reflectividad pueden ser utilizadas para determinar el espesor de películas. La reflectividad para una estructura como la mostrada en la Figura 1, que consiste de una capa de espesor d e índice de refracción n_1 , sobre un substrato con índice de refracción n_2 , está dada por [2]:

$$R = \frac{r_1^2 + r_2^2 + 2r_1r_2 \cos(q)}{1 + r_1^2r_2^2 + 2r_1r_2 \cos(q)}$$

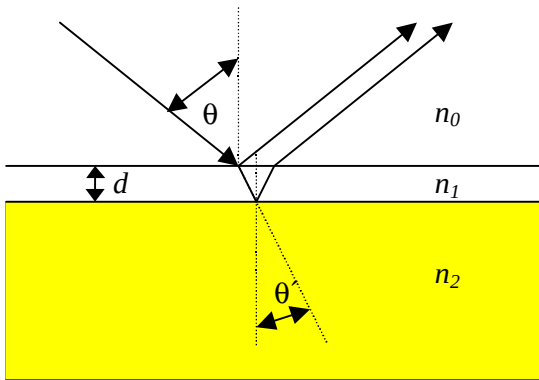


Fig. 1 Luz reflejada por una película de espesor d , crecida sobre un substrato

donde
$$r_1 = \frac{n_0 - n_1}{n_0 + n_1}, \quad r_2 = \frac{n_1 - n_2}{n_1 + n_2},$$

$$q = \frac{4\pi n_1 d \cos(q')}{\lambda} \quad q' = \sin^{-1} \left[\frac{n_0 \sin(q)}{n_1} \right]$$

Si igualamos $q = 2m\pi$ obtenemos máximos en las siguientes longitudes de onda

$$\lambda = \frac{4\pi n_1 d \cos(q')}{2m\pi}$$

y de aquí puede ser demostrado que el espesor de la película puede ser obtenido midiendo las longitudes de onda de varios máximos. El espesor que resulta es:

$$d = \frac{i \lambda_0 \lambda_i}{2n_1(\lambda_i - \lambda_0) \cos(q')}$$

donde i es el número completo de ciclos de λ_0 a λ_i , que son las dos longitudes de onda de picos que encierran los i ciclos. Podemos escribir, usando la ley de Snell, el espesor en términos del ángulo de incidencia q :

$$d = \frac{i \lambda_0 \lambda_i}{2(\lambda_i - \lambda_0) \sqrt{n_1^2 - n_0^2 \sin^2(q)}} \quad (1)$$

La reflectividad fue medida en el rango de infrarrojo cercano por medio de un espectrómetro de transformada de Fourier (FT-IR). El sistema empleado fue un espectrómetro NICOLET modelo Magna-IR 750, utilizando un divisor de fluoruro de calcio, una fuente de luz de filamento y un detector de InSb.

En la Figura 2 se da un ejemplo de la señal obtenida por la técnica de FT-IR. Si utilizamos la ecuación (1) obtenemos un valor muy aproximado al real según lo verificamos con otras técnicas que veremos mas adelante.

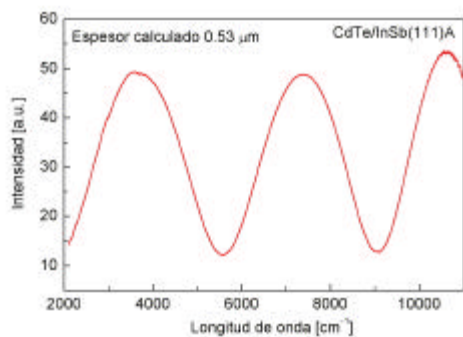


Fig. 2 Reflectividad medida por FT-IR, de una película epitaxial de CdTe crecida sobre un sustrato de InSb.

Dispersión de luz láser (LLS)

Descripción de la técnica

La técnica LLS (del Inglés: Laser Light Scattering), consiste en el análisis de la luz que se dispersa elásticamente (no reflejada) al incidir un haz de luz en un material. Existe una dependencia en función del estado de polarización de la luz en los procesos de dispersión. Esta dispersión es producida por partículas inmersas en un líquido o gas y también puede producirse en superficies con variaciones aleatorias de un plano superficial ideal. Por lo tanto el sistema bajo estudio puede estar en estado sólido, líquido o gaseoso [3]. Su potencial puede ser aumentado analizando el estado de polarización de la luz dispersada.

La determinación *in-situ* de parámetros como la rugosidad, espesor de la película, velocidad de crecimiento, composición, y relajación de esfuerzos, es muy importante para fabricar productos complejos, con precisión y sin defectos. Se han desarrollado técnicas ópticas muy variadas y se han clasificado dependiendo de los parámetros que pueden ser determinados como: a) de bulto, b) de superficie, c) de superficie en específico [4]. La técnica LLS esta clasificada como una técnica orientada a la superficie. Algunas aplicaciones de la técnica entre una gran cantidad son: medidas cuantitativas de polvo y defectos especulares en superficies [5], anisotropía de dispersión superficial correlacionada con fallas de apilamiento en direcciones preferenciales, llamadas maclas (en Inglés: twins) [6].

En la Figura 3 se muestra un diagrama esquemático del montaje de la técnica de luz láser dispersada LLS. Se utiliza un láser semiconductor de 2mW de

potencia. El haz de luz es modulado por un cortador mecánico de haz Stanford Research, modelo SR540. Con la finalidad de eliminar la luz dispersa no deseada de la orilla de la muestra, se utilizó un diafragma para reducir el tamaño final del haz que incide en la muestra. El haz fue introducido a una cámara de crecimiento en ultra alto vacío (UHV) a través de una ventana tal que el ángulo de incidencia es de 70° medido respecto a la normal del sustrato (ver Figura 3).

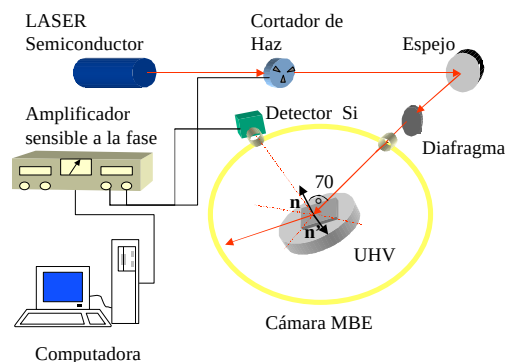


Fig. 3 Montaje de la técnica de luz láser dispersa (LLS) acoplado a la cámara de crecimiento por epitaxia por haces moleculares (MBE) para mediciones *in-situ* y a tiempo real.

Técnicas de polarización modulada

Existen otras técnicas ópticas que utilizan los cambios que se originan en el estado de polarización de un haz, al pasar a través de un medio o reflejarse. Ejemplo de estas técnicas son el Dicroísmo circular [7] con la que podemos medir la actividad óptica de una solución, o la reflectancia diferencial en la que se mide la diferencia en reflectividad para dos estados de polarización lineales ortogonales, pudiéndose determinar anisotropías de los materiales [4].

RESULTADOS Y DISCUSION

La técnica LLS fue probada y calibrada utilizando sustratos de GaAs que son mejor conocidos. Con la finalidad de asegurar la estabilidad del láser semiconductor se mantuvo encendido por al menos dos horas antes de iniciar cualquier medición. Para su alimentación eléctrica se utilizó un convertidor digital analógico programable del amplificador sensible a la fase (Lock-in), el cual asegura una estabilidad de $\pm 0.1\%$ del voltaje programado. Las variaciones obtenidas en la señal detectada de luz dispersa fueron de $\pm 2\%$ del valor inicial durante un

lapso de 2 horas. Al momento de medir la señal de luz láser dispersada, también fue medida la presión de la cámara en función del tiempo y la temperatura del porta-substratos. La temperatura del porta-substratos difiere de la real en la muestra en una cantidad considerable, ya que depende de la cantidad y tipo de material depositado en crecimientos anteriores. En la Figura 4 se muestran medidas simultáneas de (a) la señal de luz láser dispersada, (b) la presión de la cámara de epitaxia por haces moleculares (MBE) y (c) la rampa de temperatura utilizada para la desoxidación de substratos de GaAs.

Puede observarse una clara correlación entre los cambios en la presión de la cámara, producidos por la desorción de algunas de las especies de la superficie del substrato, y los cambios en la señal LLS asociados a cambios en la rugosidad por la desorción. A temperaturas de termopar mayores de 650°C (equivalente a 600°C, real) se observa un aumento en la rugosidad que esta relacionado al inicio de la pérdida de estequiometría de la superficie.

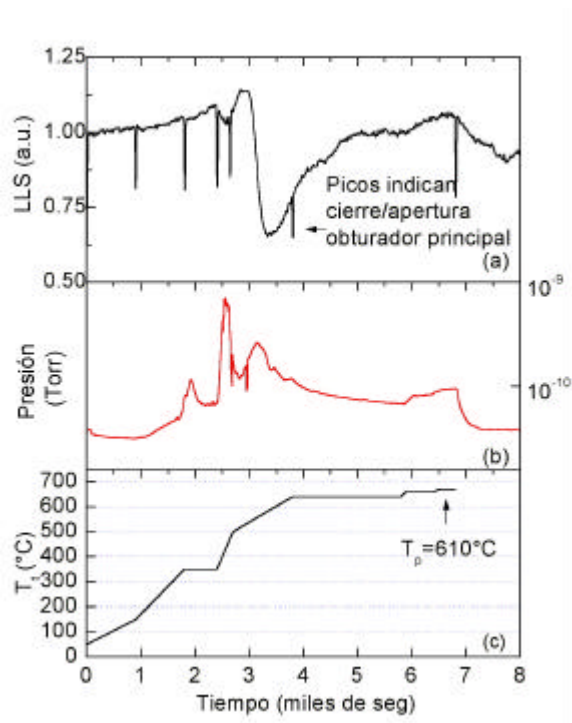


Fig. 4 Se muestran medidas simultáneas de (a) la señal de luz láser dispersada, (b) la presión de la cámara de MBE y (c) la rampa de temperatura utilizada para la desoxidación.

A continuación, a manera de ejemplo que muestre las ventajas de las técnicas ópticas sobre otras técnicas, se comparan diferentes tipos de mediciones del espesor de una película delgada de Teluro de Cadmio (CdTe) crecidas sobre substrato de Antimoniuro de Indio (InSb). Las técnicas comparadas son: reflectividad (Figura 2), LLS (Figura 5), microscopia electrónica de transmisión (TEM) (Figura 6), y Microscopia electrónica de barrido (SEM) (Figura 7). Durante el crecimiento, se realizaron medidas de LLS, en las que se obtuvo un comportamiento oscilatorio que fue relacionado a interferencia de la luz. Existen dos fuentes primordiales de información en esta señal. Según podemos observar en la Figura 5. La primera esta relacionada al cambio de rugosidad y es muy notable en los primeros minutos del crecimiento, mediante una disminución de alrededor de 65% en la intensidad de la intensidad inicial. La segunda característica, son oscilaciones originadas por interferencia entre la luz dispersada de la cara exterior del substrato (interfaz) y la superficie de la película en crecimiento [3].

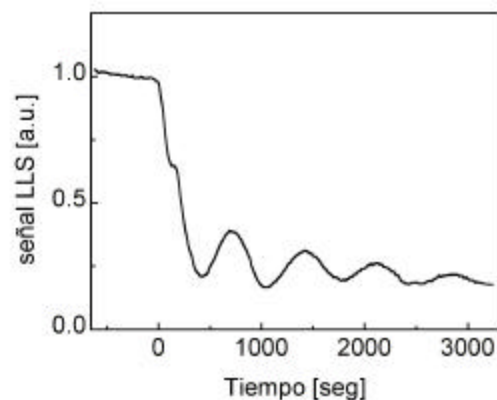


Fig. 5 Se muestra la señal de luz láser dispersada durante el crecimiento de una película de CdTe sobre un substrato de InSb

Podemos estimar a tiempo real el espesor de la película usando el modelo geométrico de interferencia en películas delgadas, si n_2 es el índice de refracción del substrato, n_1 el índice de refracción de la película epitaxial con $n_2 > n_1$, y haciendo la consideración de que el ángulo de incidencia es igual al ángulo de la luz dispersa respecto a la misma normal, obtenemos:

$$\Delta q \approx \frac{2p}{l} (2nd \cos j')$$

donde d es el espesor de la película, n es el índice de refracción de la película epitaxial, y j' es el ángulo del rayo refractado en la película respecto a la normal. Haciendo $Dq=2p$, podemos evaluar el valor de d . Para las películas crecidas durante una hora, se estimó el espesor con los siguientes valores: $j' \gg 6.5$ obtenido aplicando ley de Snell con ángulo de incidencia 20° (respecto al plano de la muestra), $n=3.016$ para el CdTe, y $\lambda=647\text{nm}$ (según la). El valor obtenido de la razón de crecimiento, son de aproximadamente 550 nm/hr , utilizando un promedio de los diferentes periodos de la oscilación. El espesor de la película obtenido con esta ecuación está de acuerdo, con el espesor medido por imágenes de sección transversal por la técnica de SEM, reflectividad por FT-IR y por imagen de TEM.

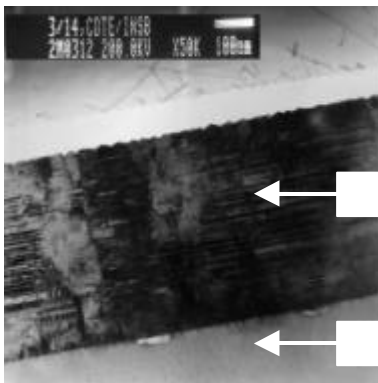


Fig. 6 Imagen de la sección transversal de la película de CdTe crecida sobre el sustrato de InSb (111).

Aunque la técnica de microscopía por electrones transmitidos TEM, nos puede proporcionar mayor información sobre la estructura y espesor de la película, es una técnica destructiva, costosa y requiere mucho trabajo de laboratorio.

La microscopía electrónica de barrido (SEM) es una técnica que también nos puede ayudar a determinar el espesor de películas, pero tiene los mismos inconvenientes que TEM y es más imprecisa para espesores pequeños como los de este ejemplo.

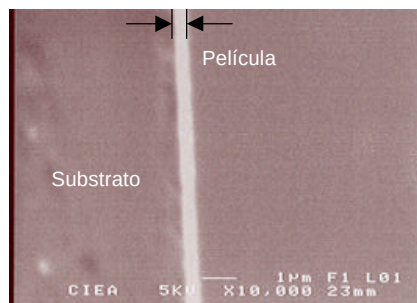


Fig. 7 Imagen de sección transversal de sustrato de InSb con película epitaxial de CdTe de aproximadamente $5400\text{\AA}$ de espesor

CONCLUSIONES

Se ha mostrado mediante un ejemplo, el potencial que tienen las técnicas ópticas para el control a tiempo real de procesos. Los sistemas de medición ópticos al estarse utilizando durante el proceso, pueden inspeccionarlo mediante una señal relacionada con la variable a controlar, que posibilita un control de lazo cerrado. Al compararse con técnicas convencionales, resaltan sus ventajas tanto operativas como de costo.

AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Masao Tamura, la toma de las imágenes de TEM. Se agradece el soporte técnico proporcionado por las siguientes personas M. Guerrero y N. Castillo.

Se agradece el apoyo del CONACYT para la realización de este proyecto (Registro I35656-U) y al IPN mediante proyecto CGPI 200143.

REFERENCIAS

- [1] Huerta-Ruelas J., tesis de doctorado, Facultad de Ingeniería, UASLP, 2000
- [2] Schroder D.K., *Semiconductor material and device characterization*, Wiley-Interscience, New York, 1990, p.476-478.
- [3] Huerta J., López M., and Zelaya O., Observation of thermal desorption and MBE growth rate using laser light scattering, *Thin Solid Films* 373, 2000 239-242.
- [4] Aspnes D.E., Real time optical diagnostics for epitaxial growth, *Surf. Sci.* **307-309** 1017 (1994).
- [5] Adley J.M., Gorey E.F., *J. Electrochem. Soc.* **11**, 971 (1970).
- [6] Pickering C., Dixon S., Gasson D.B., Robbins D.J., Hodge A.M., *J. Cryst. Growth* **84**, 180 (1987).
- [7] López D., Arreglo óptico para caracterizar soluciones líquidas ópticamente activas, Simposio de metrología 2002.