

Zintegrowany układ oświetlenia próbki do mikroskopu ze skanującą sondą

Streszczenie. W artykule przedstawiono budowę oraz funkcjonalność układu oświetlenia próbki zintegrowanego z systemem mikroskopu ze skanującą sondą. Układ ten umożliwia pobudzenie próbki promieniowaniem optycznym w trakcie pomiaru lokalnych właściwości elektrycznych metodami skaningowej mikroskopii potencjału powierzchniowego, skaningowej mikroskopii rezystancji rozproszonej oraz skaningowej mikroskopii pojemnościowej. Ma to na celu uzyskanie dodatkowych informacji o niejednorodnościach właściwości powierzchniowych stanach pułapkowych czyli o ich typie, położeniu w przerwie zabronionej oraz o czasach generacji/rekombinacji. Pierwsze eksperymenty przeprowadzone na zmodyfikowanym stanowisku Bruker Multimode V w trybie skaningowej mikroskopii pojemnościowej pozwoliły zaobserwować istnienie wpływu konstrukcji heterostruktury AlGaIn/GaN/Si na właściwości defektów występujących w warstwie bariery AlGaIn.

Abstract. In the work the design assumptions, construction and performance of integrated illumination system for scanning probe microscope is presented. The system allows for optical stimulation of sample during measurements of local electrical properties by Scanning Potential Microscopy, Scanning Spreading Resistance Microscopy and Scanning Capacitance Microscopy. Illumination of semiconductor sample using various wavelengths allow to obtain additional information about type, energy position and generation/recombination processes connected electronic surface states. First experiments using Bruker Multimode V Nanoscope AFM equipped with this system working in Scanning Capacitance Microscopy Mode showed the influence of AlGaIn/GaN/Si heterostructure construction on electronic properties of surface defects in AlGaIn barrier layer. (**Integrated illumination system for scanning probe microscope**)

Słowa kluczowe: mikroskop ze skanującą sondą, skaningowa mikroskopii pojemnościowa, skaningowa mikroskopii potencjału powierzchniowego, skaningowa mikroskopii rezystancji rozproszonej, AlGaIn/GaN/Si

Keywords: Scanning probe microscope, scanning spreading resistance microscopy, scanning potential microscopy, scanning capacitance microscopy, AlGaIn/GaN/Si

Wprowadzenie

Zmniejszanie wymiarów charakterystycznych obszarów aktywnych przyrządów półprzewodnikowych oraz wprowadzenie nowych materiałów są jednymi z głównych kierunków rozwoju współczesnej elektroniki. Działania te prowadzą do zwiększenia częstotliwości pracy urządzeń oraz skali ich integracji, zmniejszenia wartości napięć zasilających oraz zużywanej energii, umożliwiają również powstawanie urządzeń, których zasady działania bazują na efektach kwantowych a także pozwalają na zwiększenie czułości i czasu reakcji elementów czujnikowych. Jednocześnie, wraz ze zmniejszającymi się geometrycznymi wymiarami elementów aktywnych, właściwości powierzchni oraz jej lokalne niejednorodności zaczynają odgrywać znaczącą rolę w działaniu całego przyrządu. Z tego powodu metody badań pozwalające na określanie lokalnych właściwości materiałów mają coraz większe znaczenie przy opracowywaniu technologii nowoczesnych przyrządów elektronicznych. Jedną z metod możliwych do tego typu zastosowań są metody będące rozwinięciem klasycznej mikroskopii sił atomowych, w których badanie różnego typu oddziaływań między próbnikiem w postaci końcówki ostrza mikroskopu i powierzchnią próbki pozwala na określenie jej właściwości z rozdzielczością nanometrową. Takimi metodami pozwalającymi obserwować lokalne, elektryczne właściwości powierzchni są m. in.: Skaningowa Mikroskopii Potencjału Powierzchniowego (ang. Scanning Potential Microscopy – SPM), Skaningowa Mikroskopii Rezystancji Rozproszonej (ang. Scanning Spreading Resistance Microscopy – SSRM) i Skaningowa Mikroskopii Pojemnościowa (Scanning Capacitance Microscopy – SCM). Techniki te są wykorzystywane w Wydziałowym Zakładzie Mikroelektroniki i Nanotechnologii na Wydziale Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki Politechniki Wrocławskiej do badań warstw epitaksjalnych oraz struktur przyrządowych półprzewodników złożonych AIIIIN. W skaningowej mikroskopii potencjału powierzchniowego poprzez pomiar oddziaływań między przewodzącym

ostrzem, które jest polaryzowane napięciem zmiennym a powierzchnią badanej struktury możliwa jest obserwacja ładunków elektrycznych, zmian pracy wyjścia elektronu z powierzchni materiału oraz rozkładu potencjału w spolaryzowanych próbkach oraz [1]. W metodzie SSRM ostrze przewodzące podczas skanowania próbki znajduje się w kontakcie z powierzchnią i jest polaryzowane napięciem stałym. Poprzez pomiar rezystancji tak uzyskanego kontaktu możliwe jest uzyskanie informacji o typie i koncentracji nośników prądu w półprzewodniku oraz o zmianie składu materiału oraz rozkładu potencjału [2]. Podobne właściwości pozwala określić Skaningowa Mikroskopii Pojemnościowa, w której ostrze także jest w kontakcie z powierzchnią próbki półprzewodnikowej, (która powinna być pokryta cienką warstwą tlenkową) jednak wykorzystywany jest sygnał zmienny, a sama zasada działania jest zbliżona do klasycznej metody pomiarów C-V [3]. We wszystkich tych metodach możliwe jest uzyskanie dodatkowych, istotnych informacji o właściwościach struktur (np. o typie i poziomach energetycznych stanów powierzchniowych, dynamiki generacji i rekombinacji nośników związanych z defektami) z rozdzielczością dziesiątek nanometrów, poprzez ich pobudzenie promieniowaniem świetlnym o różnej długości fali i/lub prowadzeniem pomiarów dla różnych temperaturach. Z tego powodu postanowiono zaprojektować i stworzyć dodatkowy układ pozwalający na kontrolowane pobudzenie promieniowaniem optycznym próbki w czasie pomiarów elektrycznymi trybami mikroskopu ze skanującą sondą.

Opis konstrukcji układu

Głównymi założeniami przy projektowaniu układu oświetlenia były:

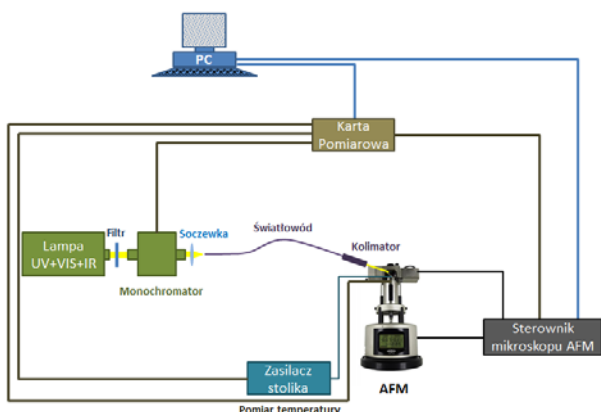
- szeroki zakres emitowanych długości fal od ultrafioletu do podczerwieni umożliwiający badanie wiele typów materiałów półprzewodnikowych,
- wbudowanie w układ istniejącego modułu służącego do regulacji temperatury próbki,
- otwarta architektura pozwalająca w przyszłości dokonywać łatwych zmian konfiguracji i sterowanie nowymi

elementami układu (np.: zewnętrznym zasilaczem do polaryzacji próbki, pikoamperomierzem do pomiaru prądu płynącego przez ostrze lub też przerywaczem wiązki optycznej).

Schemat stworzonego układu jest przedstawiony na rysunku 1. Bazowy system sterowania pomiarem w mikroskopie AFM Bruker Multimode V składa się z komputera klasy PC z zainstalowanym firmowym oprogramowaniem połączonego ze sterownikiem mikroskopu Nanoscope. Sterownik ten odpowiada za kontrolę ruchu skanera piezoelektrycznego w osiach x-y-z podczas skanowania powierzchni oraz kieruje pracą modułów pomiarów SCM, SSRM i SPM wymiennie montowanych w głowicy mikroskopu. Do komunikacji komputera z dodatkowymi elementami systemu wybrano kartę akwizycji danych na magistrali USB firmy National Instruments model NI USB-6289. Jest to karta posiadająca nadmiarową ilość portów w stosunku do obecnych potrzeb systemu, ale dzięki temu bezproblemowe stanie się przyszłe rozwijanie jego funkcjonalności. Urządzenie tej firmy wybrano ze względu na możliwość jego szybkiej implementacji w środowisku programistycznym LabView, które zostało wybrane do realizacji tego zadania. W obecnej konfiguracji w karcie pomiarowej jest wykorzystywanych 8 portów:

- 2 cyfrowe wejścia sygnałów płynących ze sterownika mikroskopu
- 2 cyfrowe wyjścia do wysyłania sygnału do sterownika silnika krokowego
- 1 analogowe wejście do odbierania sygnału z czujnika mierzącego temperaturę stolika mikroskopu AFM
- 1 analogowe wyjście sterujące pracą zasilacza prądowego do grzanego stolika.

Program sterujący pomiarem w mikroskopie Multimode nie pozwala na podłączenie zewnętrznych modułów programowych, dlatego do synchronizacji układu oświetlacza z pomiarami mikroskopowymi zastosowano rozwiązanie sprzętowe, polegające na wykorzystaniu cyfrowych wyjść dostępnych w sterowniku mikroskopu. Na pierwszym pojawia się sygnał w standardzie TTL w momencie początku i końca skanowanej linii obrazu, a drugim podobny sygnał pojawia się w momencie rozpoczęcia i zakończenia skanowania całego obrazu. Pozwala to na np.: ustawienie w odpowiednim momencie odpowiedniej długości fali promieniowania padającego na próbkę.



Rys. 1. Schemat zintegrowanego układu oświetlenia i grzania próbki do mikroskopu ze skanującą sondą.

W układzie wykorzystano monochromator Jobin Yvon HR 250 który posiada bardzo dobre parametry optyczne, lecz jego oryginalny sterownik nie jest już kompatybilny z obecnym oprogramowaniem. Z tego powodu zdecydowano się zastąpić oryginalny sterownik układem uniwersalnym

DRV8834 stosowanym do niskonapięciowych silników krokowych. Do jego obsługi wykorzystywane są dwa wyjścia cyfrowe karty pomiarowej sterujące kierunkiem obrotu i wykonaniem kroku przez silnik monochromatora. Takie sterowanie pozwala na uzyskanie rozdzielczości 0,05 nm co jest wystarczające dla obecnych potrzeb, ale możliwe jest dalsze zwiększenie rozdzielczości nawet 32 krotnie.

Wykorzystano oświetlacz deuterowo-halogenowy zawierający dwa źródła światła co pozwala używać zakres widmowy wynoszący 185 – 2000 nm. Skolimowana wiązka z oświetlacza przechodzi przez monochromator i jest skupiana na wejściu światłowodu przez soczewkę kwarcową. Na wyjściu światłowodu znajduje się kolimator wyjściowy, również wykorzystujący optykę kwarcową oraz warstwy antyodbiciowe na zares promieniowania UV, w specjalnym uchwycie pozwalającym na oświetlenie aktualnie skanowanego przez ostrze miejsca na próbce. Zastosowana włókno światłowodowe odporne na promieniowanie ultrafioletowe o rdzeniu o średnicy 600 μm.

Doatkowym modułem przedstawionego układu jest układ pozwalający na wykonanie pomiarów w podwyższonych temperaturach (eksperymentalnie sprawdzona maksymalna temperatura wynosi 110 °C) poprzez zastosowanie stolika próbki grzanego oporowo. Taki układ został wykonany wcześniej i został włączony do przedstawianego układu, aby zwiększyć możliwości wykonywanych badań. Układ ten posiada możliwość stabilizacji temperatury stolika poprzez programowo realizowaną regulację PID gdzie sygnałem wejściowym jest sygnał z czujnika temperatury (rezystor PT100 lub termopara typu K, a wyjściem jest sygnał napięciowy sterujący zasilaczem prądowym podłączonym do grzejnika oporowego stolika).

Tak skonfigurowany układ wraz z stworzonym oprogramowaniem pozwala na przeprowadzenie pomiarów w następujących trybach:

- manualnego ustawiania długości promieniowania oświetlającego próbkę i wykonanie skanu powierzchni
- automatycznej zmiany długości fali (o zadany krok lub zadanej wartości z listy) po zakończeniu skanowania linii lub całego obrazu
- zatrzymanie ostrza mikroskopu w określonym miejscu próbki i pomiar zmian mierzonego parametru przy zmieniającej się długości promieniowania (z określonym krokiem i szybkością zmiany).

W trybie drugim i trzecim powiązanie między długością fali promieniowania pobudzającego a uzyskanym obrazem z mikroskopu uzyskuje się ustalenie odpowiedniej nazwy plików zapisywanych przez mikroskop z ustaloną inkrementacją. Wprawdzie możliwe jest uzyskanie z odpowiedniego wyjścia mikroskopu aktualnie mierzonej wartości, lecz eksperymentalnie sprawdzono, że tak zbierany i zapisywany sygnał powoduje uzyskanie informacji znacznie gorszej jakości (pojawiają się szумы i losowe zniekształcenia).

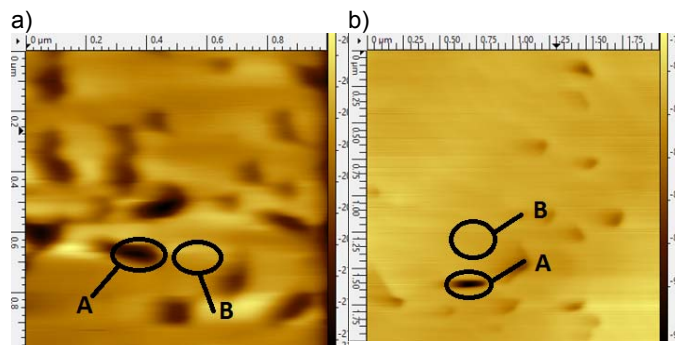
Pomiary testowe heterostruktur ALGAN/GAN/SI

Na opracowanym stanowisku zostały przeprowadzone pierwsze pomiary mające w pierwszym rzędzie praktycznie sprawdzić czy moc promieniowania optycznego padająca na próbkę jest wystarczająca, aby wywołać mierzalne zmiany sygnałów w trakcie obrazowania w trybach pomiarów właściwości elektrycznych. Jako próbki testowe wybrano dwie heterostruktury AlGaIn/GaN na podłożach krzemowych stosowane do wytwarzania tranzystorów unipolarnych. Próbki te mają bardzo podobną konstrukcję, poza warstwą nanomaski SiN dodanej do próbki nr II w celu zmniejszenia ilości defektów w strukturach. Dokładny opis konstrukcji, technologii oraz właściwości tych struktur został

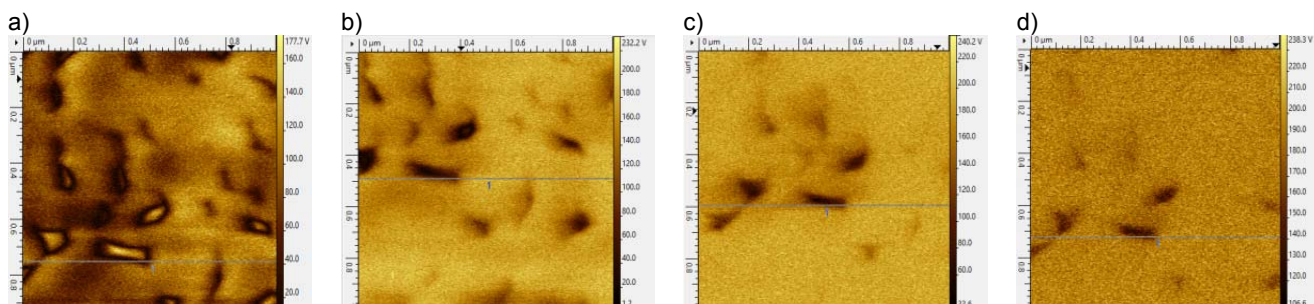
umieszczony w [4]. Do zbadania tych próbek wybrano metodę skaningowej mikroskopii pojemnościowej, która w porównaniu do SSRM i SPM posiada największą czułość i rozdzielczość przestrzenną pomiaru.

Na rysunku 2 przedstawione są obrazy topografii o wielkości $1 \times 1 \mu\text{m}$ próbki nr I (bez warstwy nanomaski) i próbki nr II (z warstwą nanomaski SiN). Mapy sygnałów SCM obu próbek, wykonane bez oświetlenia i przy oświetleniu promieniowaniem o długości fali wynoszącej $\lambda=450, 400$ i 350 nm znajdują się odpowiednio na rysunkach 3 i 4. W Tabeli 1 zamieszczono wartości sygnału SCM zmierzone w punktach występowania defektu na powierzchni heterostruktury oraz na obszarze gdzie taki defekt nie występuje – miejsca te zaznaczone są na rysunku 3 odpowiednio jako A i B. Z przedstawionych map sygnału SCM i danych przedstawionych w Tabeli 1, wynika, że wpływ oświetlenia i stosowanej długości fali na wartość sygnału ma określone tendencje, różne dla obydwu próbek. W przypadku próbki 1, że wraz ze zmniejszaniem długości fali promieniowa następuje wzrost sygnału zarówno w miejscu defektu jak i obszarze bezdefektowym. W przypadku próbki II oświetlenie coraz krótszymi długościami fal powoduje spadek mierzonego sygnału w obszarze defektu, natomiast w obszarze wolnym od defektu, po

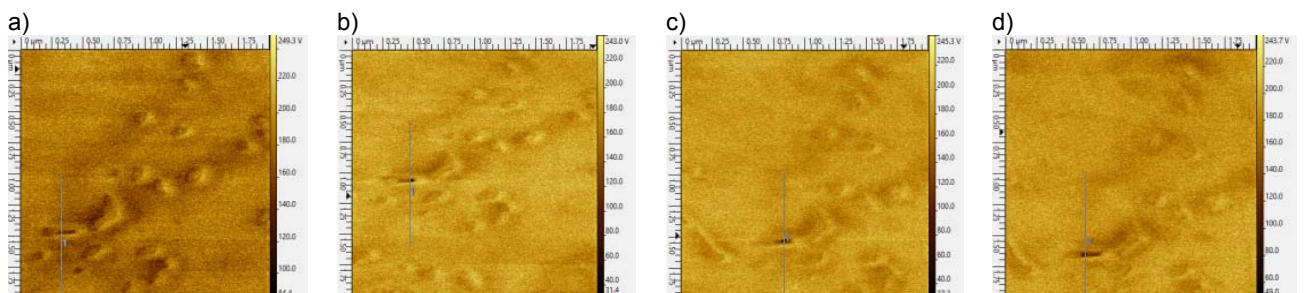
oświetleniu następuje wzrost sygnału, w zasadzie niezależny od długości fali. Na tym wstępnym etapie badań, nie jest możliwe przeprowadzenie interpretacji obserwacji, lecz niewątpliwie zauważone różnice świadczą o odmiennych właściwościach defektów występujących w tych dwóch próbkach.



Rys. 2. Obrazy topografii AFM: a) próbki I (bez nanomaski SiN) i b) próbki II z nanomaską SiN.



Rys. 3. Mapy sygnału SCM heterostruktury bez nanomaski SiN: a) nieoświetlonej, b) oświetlonej promieniowaniem o $\lambda=450$ nm, c) oświetlonej promieniowaniem o $\lambda=400$ nm, d) oświetlonej promieniowaniem o $\lambda=350$ nm.



Rys. 4. Mapy sygnału SCM heterostruktury z nanomaską SiN: a) nieoświetlonej, b) oświetlonej promieniowaniem o $\lambda=450$ nm, c) oświetlonej promieniowaniem o $\lambda=400$ nm, d) oświetlonej promieniowaniem o $\lambda=350$ nm.

Tabela 1. Wartości sygnału SCM zmierzone w miejscu defektu powierzchniowego (A) i obszarze wolnym od defektów dla dwóch próbek AlGaIn/GaN/Si

λ [nm]	Sygnał SCM [mV]			
	Próbka I		Próbka II	
	A	B	A	B
Brak	50,20	115,97	154,90	175,05
450	68,36	180,23	140,05	188,53
400	107,23	190,79	138,52	184,70
350	155,76	194,21	122,41	186,64

Podsumowanie

Praktycznie zrealizowany zintegrowany układ oświetlenia próbki do mikroskopu ze skanującą sondą spełnia założone wymagania, a pomiary testowe udowodniły użyteczność zastosowanych rozwiązań. Pomiary wstępne przeprowadzone metodą skaningowej mikroskopii pojemnościowej, przy jednoczesnym

oświetlaniu różnymi długościami fal promieniowania, dwóch heterostruktur AlGaIn/GaN/Si ujawniły istotny wpływ zastosowania nanomaski SiN na właściwości defektów powierzchniowych występujących w tych warstwach.

Praca była współfinansowana w ramach badań statutowych Politechniki Wrocławskiej, przez Unię Europejską ze środków Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego w ramach Programu Innowacyjna Gospodarka (POIG.01.01.02-00-008/08), przez NCN w ramach projektu 2015/19/B/ST7/02494, przez NCBIR w ramach projektów: LIDER/027/533/L-5/13/NCBIR/2014 i TECHMASTRATEG No.1/346922/4/NCBR/2017, oraz przez Slovak-Polish International Cooperation Program

Autorzy: dr inż. Adam Szyszka, Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki Politechnika Wroclawska ul. Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław, prof. dr hab. inż. Regina Paszkiewicz Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki Politechnika Wroclawska ul. Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław, mgr inż. Tomasz Szymański Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki Politechnika Wroclawska ul. Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław, prof. dr hab. inż. Marek Tłaczała Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki Politechnika Wroclawska ul. Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław

LITERATURA

- [1] A. Szyszka, B. Paszkiewicz, W. Macherzyński, R. Paszkiewicz, M. Tłaczała, „Microscale characterisation of optical and electrical parameters of UV GaN planar detectors”, Journal of Electrical Engineering-Elektrotechnický Časopis. 2009, vol. 60, nr 5, s. 283-286.
- [2] A. Szyszka Adam, B. Ściana Beata, D. Radzewicz, W. Macherzyński, B. Paszkiewicz, M. Tłaczała, „Characterization of AlInBV epitaxial layers by scanning spreading resistance microscopy”, Optica Applicata. 2011, vol. 41, nr 2, s. 281-288
- [3] A. Szyszka Adam, W. Dawidowski, A. Stafiniak, J. Prazmowska-Czajka, B. Ściana, M. Tłaczała, „Cross-sectional scanning capacitance microscopy characterization of GaAs based solar cell structures”, Crystal Research and Technology. 2017, vol. 52, nr 6, art. 1700019, s. 1-5
- [4] T. Szymański, M. Wośko, M. Wzorek, B. Paszkiewicz and R. Paszkiewicz. „Origin of surface defects and influence of an in situ deposited SiN nanomask on the properties of strained AlGaIn/GaN heterostructures grown on Si(111) using metal-organic vapour phase epitaxy” CrystEngComm, 18, 8747, 2016.