

Badanie elektrycznych właściwości powierzchni heterostruktur AlGaIn/GaN/Si technikami mikroskopii ze skanującą sondą i oświetleniem

Streszczenie. W artykule przedstawiono wstępne wyniki charakteryzacji elektrycznych właściwości heterostruktur AlGaIn/GaN, osadzonych na podłożu krzemowym, wykonane skaningową mikroskopią pojemnościową oraz mikroskopią potencjału powierzchniowego przy jednoczesnym wykorzystaniu pobudzania optycznego próbki. Dzięki takiemu podejściu osiągnięto rozdzielczość przestrzenną rzędu dziesiątki nanometrów (typową dla pomiarów SPM) lecz jednocześnie możliwe było uzyskanie znacznie większej ilości użytecznych informacji o właściwościach struktury.

Abstract. The paper presents preliminary results of the characterization of the electrical properties of AlGaIn/GaN heterostructures on a silicon substrate by scanning capacitance microscopy and scanning surface potential microscopy using the optical stimulation of a sample. Owing to such an approach, spatial resolution of tens of nanometers (typical for SPM measurements) was achieved, but at the same time it was possible to obtain much more useful information about material properties than using scanning probe microscopy alone, without illumination. **Characterization of the electrical properties of AlGaIn/GaN heterostructures on a silicon substrate by scanning capacitance and scanning surface potential microscopy**

Słowa kluczowe: azotek galu, AlGaIn/GaN, skaningowa mikroskopia pojemnościowa, skaningowa mikroskopia potencjału powierzchniowego, SCM, SSPM, SPM

Keywords: gallium nitride, AlGaIn/GaN/Si, scanning potential microscopy, scanning capacitance microscopy, SCM, SSPM, SPM

Wstęp

Techniki mikroskopii ze skanującą sondą (ang. Scanning Probe Microscopy – SPM) takie jak mikroskopia sił atomowych (ang. Atomic Force Microscopy – AFM) oraz skaningowa mikroskopia tunelowa (ang. Scanning Tunneling Microscopy – STM) stały się podstawowymi metodami mapowania topografii powierzchni materiałów z rozdzielczością dochodzącą do dziesiątek części nanometrów. W trakcie dalszego rozwoju tych technik opracowano wiele tak zwanych zaawansowanych trybów pomiarowych, pozwalających na uzyskanie informacji o lokalnych elektrycznych, mechanicznych i magnetycznych właściwościach materiałów. W technologii przyrządów półprzewodnikowych, których rozwój odbywa się w głównej mierze poprzez zmniejszanie wymiarów charakterystycznych aktywnych obszarów struktur oraz wprowadzanie nowych materiałów, szczególnie ważne jest określanie właściwości elektrycznych z rozdzielczością nanometrową. Techniki takie jak: skaningowa mikroskopia potencjału powierzchniowego (ang. Scanning Surface Potential Microscopy – SSPM), skaningowa mikroskopia rezystancji rozproszonej (ang. Scanning Spreading Resistance Microscopy – SSRM) oraz skaningowa mikroskopia pojemnościowa (ang. Scanning Capacitance Microscopy – SCM) są wykorzystywane zarówno do badań klasycznych przyrządów krzemowych [1], ale też między innymi: ogniw słonecznych GaAs [2], detektorów optycznych GaN [3], heterostruktur tranzystorowych AlGaIn/GaN/Si [4] oraz nanowłókien ZnO [5]. W niniejszej pracy, przedstawione zostaną wyniki charakteryzacji heterostruktur AlGaIn/GaN/Si metodami skaningowej mikroskopii pojemnościowej i skaningowej mikroskopii potencjału powierzchniowego z jednoczesnym, kontrolowanym oświetleniem próbki określonymi długościami fal. Pomiar przeprowadzony w taki sposób, ma umożliwić dokładniejsze zbadanie lokalnych niejednorodności struktur spowodowanych występowaniem defektów i/lub niejednorodności składu lub grubości warstw epitaksjalnych

Eksperyment

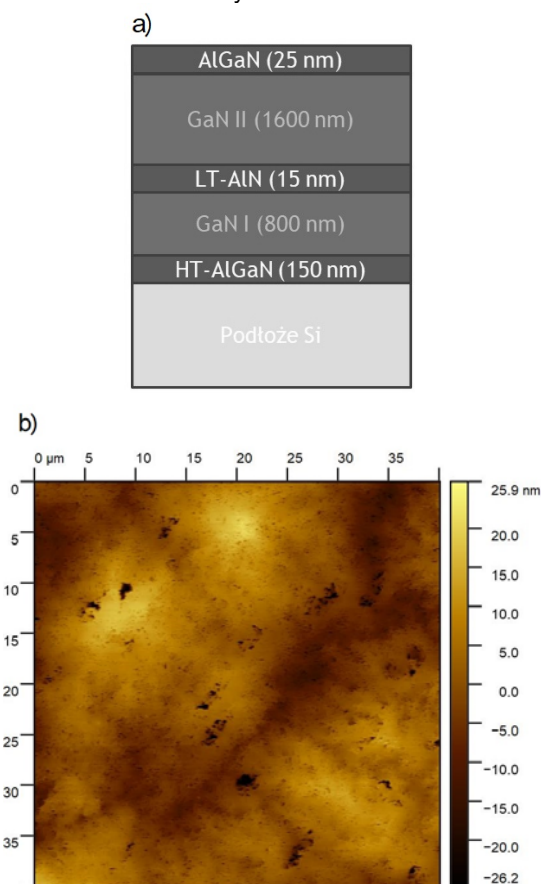
Pomiary zostały wykonane z wykorzystaniem mikroskopu Bruker Multimode Nanoscope V wyposażonego w moduły pomiarowe skaningowej mikroskopii

pojemnościowej i skaningowej mikroskopii potencjału powierzchniowego. W skaningowej mikroskopii pojemnościowej ostrze pokryte warstwą metalu w trakcie skanowania powierzchni znajduje się w kontakcie z powierzchnią próbki półprzewodnikowej, która powinna być pokryta cienką warstwą tlenkową. Tworzona jest w ten sposób struktura metal-tlenek-półprzewodnik, której średnica wynosząca około 30 nm jest określona wielkością promienia końcówki ostrza. W czasie pomiaru wykorzystywane jest napięcie zmienne przykładane pomiędzy ostrze a kontakt pomocniczy znajdujący się na spodzie próbki, a sama zasada działania jest zbliżona do klasycznej metody pomiarów C-V [6]. Poprzez pomiar sygnału SCM możliwe jest uzyskanie informacji o typie i koncentracji nośników prądu w półprzewodniku, zmianie składu materiału oraz istniejących ładunkach elektrycznych. W skaningowej mikroskopii potencjału powierzchniowego poprzez pomiar oddziaływań między spolaryzowanym napięciem zmiennym przewodzącym ostrzem unoszącym się nad powierzchnią próbki a powierzchnią struktury, możliwa jest obserwacja ładunków elektrycznych, zmian pracy wyjścia elektronu z powierzchni materiału a także rozkładu potencjału w spolaryzowanych próbkach [3]. W obydwu przedstawionych w tej pracy trybach pomiarowych wykorzystano te same ostrza krzemowe pokryte warstwą PtIr. Zastosowana amplituda napięcia zmiennego przykadanego na ostrze wynosiła 2000 mV, natomiast prędkość skanowania została ustalona na 2 $\mu\text{m/s}$.

Do oświetlenia próbki w czasie pomiarów wykorzystano dedykowany oświetlacz światłowodowy z dwiema lampami (halogenową i ksenonową), monochromatorem i optyką światłowodową, którego sterowanie zostało zintegrowane z kontrolerem mikroskopu przy zastosowaniu uniwersalnej karty akwizycji danych oraz oprogramowania stworzonego w środowisku LabView [7]. W pracy wykorzystano dwa tryby pomiarowe: w pierwszym wykonywano mapy sygnału SCM/potencjału powierzchniowego tego samego obszaru próbki przy zadanej długości fali promieniowania optycznego, w drugim ostrze mikroskopu było utrzymywane w jednej pozycji i dokonywano pomiaru widma SCM/potencjału powierzchniowego w funkcji długości fali promieniowania.

Opisaną metodą dokonano pomiarów heterostruktury AlGaIn/GaN wytworzonej techniką epitaksji z fazy gazowej z

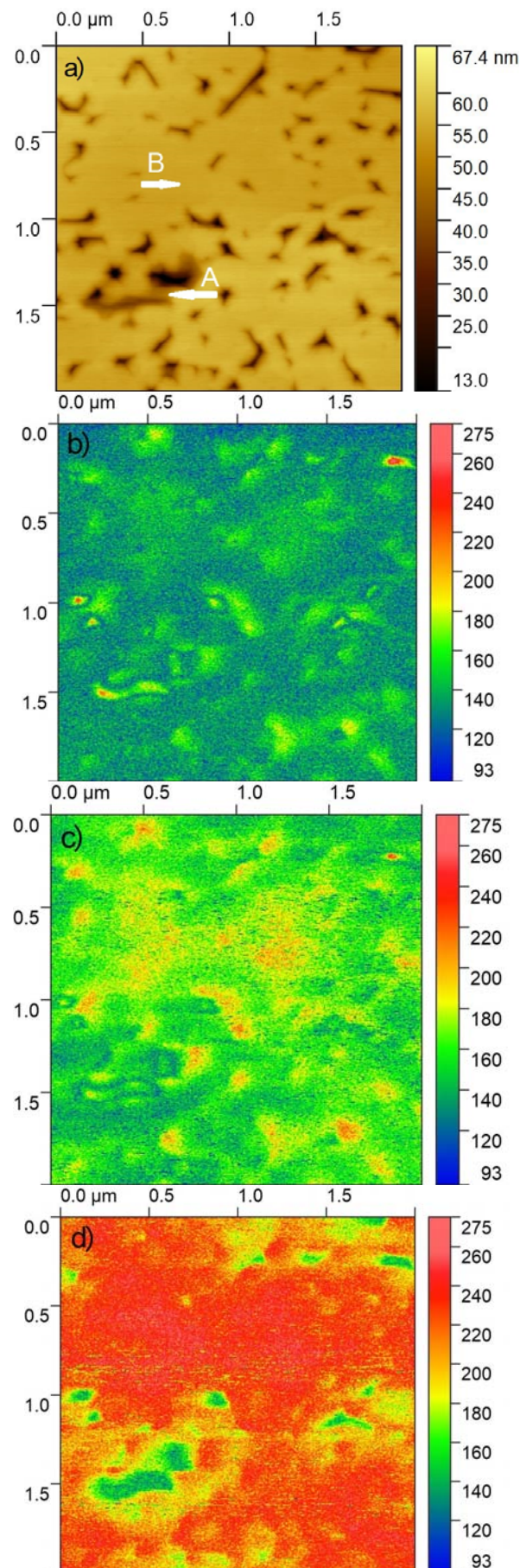
użyciem związków metaloorganicznych na podłożu krzemowym, której konstrukcja jest przedstawiona na rysunku 1a. Jest to jedna z całej serii próbek, których budowa pozostawała niezmienna, a zmieniane były parametry procesu epitaksjalnego osiągnięcia jak najlepszej jakości struktur pozwalającej zastosować je do budowy tranzystora unipolarnego. Dokładny opis procesu wytwarzania warstw oraz ich właściwości strukturalne i elektryczne można znaleźć w pracach [4, 8]. Parametry próbki wykorzystanej do badań przedstawionych w tej pracy były jednymi z gorszych z całej serii (koncentracja dwuwymiarowego gazu elektronowego poniżej $1 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$, duża gęstość dyslokacji śrubowych $10.4 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ oraz naprężenia w strukturze na poziomie 448 MPa. Jednak ze względu na znaczną liczbę defektów powierzchniowych (widocznych na rysunku 1b) bardzo dobrze nadawała się na próbkę testową do badań lokalnych zmian właściwości elektrycznych spowodowanych występowaniem niejednorodności strukturalnych w strukturze.



Rys.1. Schemat konstrukcji badanej heterostruktury AlGaIn/GaN/Si (a) i mapa topografii powierzchni próbki (b).

Wyniki

Na rysunku 2 przedstawione są: mapa topografii fragmentu powierzchni heterostruktury AlGaIn/GaN/Si o wymiarach $2 \times 2 \mu\text{m}$ oraz mapy sygnału skaningowej mikroskopii pojemnościowej (SCM) zmierzone w warunkach braku oświetlenia oraz przy oświetleniu długością fal: 400 nm i 300 nm. Takie długości fali zostały wybrane, gdyż pozwalały one na zbadanie próbki zarówno przy pobudzeniu struktury promieniowaniem o energii fotonów mniejszej i większej niż szerokość przerwy zabronionej GaN i $\text{Al}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{N}$. W każdym przypadku zauważyć można zmianę wartości sygnału SCM w miejscu występowania defektu powierzchniowego, ale także w obszarach próbki graniczących z defektem.

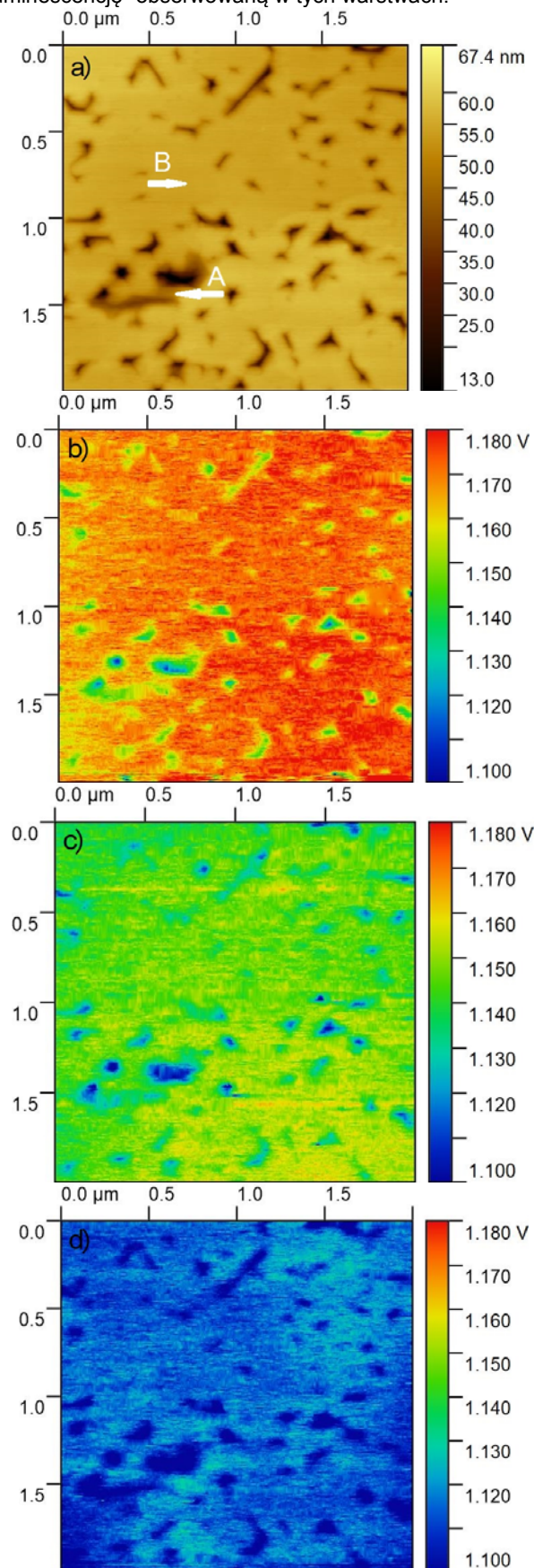


Rys.2. Mapa topografii heterostruktury AlGaIn/GaN/Si (a) oraz mapy sygnału SCM próbki nieoświetlonej (b), oświetlonej promieniowaniem o długości fali 400 nm (c) oraz oświetlonej promieniowaniem o długości fali 300 nm.

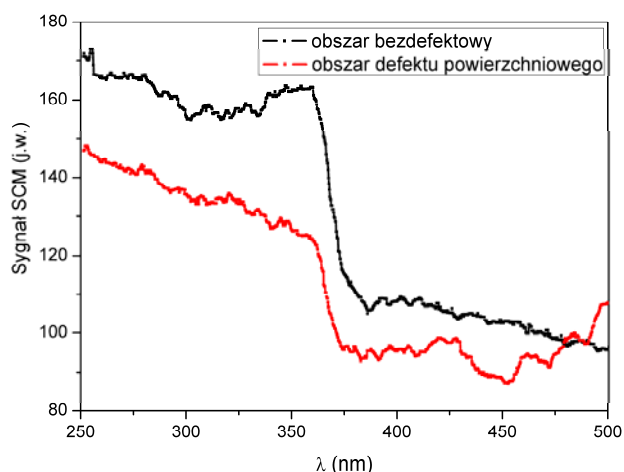
W przypadku samego defektu należy wziąć pod uwagę, iż pomiar może być zniekształcony zmianą wielkości i kształtu kontaktu ostrze-próbka przy skanowaniu miejsca zagłębienia. Po oświetleniu próbki następuje ogólne, średnie zwiększenie sygnału na całej powierzchni, przy czym dla długości fali 400 nm kształt niejednorodności pozostaje w zasadzie niezmienny, natomiast dla 300 nm, następuje ujednoludnienie wielkości sygnału dla znacznej obrazowanej powierzchni (w obszarach występowania mniejszych defektów bardziej oddalonych od siebie). Możliwym wyjaśnieniem tego efektu jest optyczna generacja ładunku elektrycznego zgromadzonego na poziomach energetycznych związanych z defektami lub ekranowaniem tego ładunku przez optycznie wygenerowane nośniki w strukturze. Na wykresie zależności wielkości sygnału SCM od długości fali promieniowania (rysunek 4), dla miejsca w pobliżu defektu (punkt oznaczony jako A na rysunku 2a) dla zakresu energii fotonów poniżej szerokości przerwy zabronionej GaN widoczne są duże zmiany tego sygnału, co może sugerować występowanie przejść optycznych z poziomów energetycznych wewnątrz przerwy zabronionej. Dla wybranego obszaru bezdefektowego (punkt oznaczony jako B na rysunku 2a), taka zmienność sygnału nie występuje, natomiast pojawiają się zmiany sygnału dla promieniowania z zakresu 300 – 330 nm, które można powiązać z przejściami w warstwie bariery AlGaIn, której szerokość przerwy zabronionej przy danym składzie wynosi ~ 3.83 eV, co odpowiada długości fali 323 nm.

Na rysunku 3 znajduje się mapa topografii fragmentu powierzchni heterostruktury AlGaIn/GaN/Si o wymiarach $2 \times 2 \mu\text{m}$ oraz mapy potencjału powierzchniowego zmierzone w tych samych warunkach oświetleniowych jak w przypadku pomiarów z rysunku 2. W miejscach występowania defektów powierzchniowych widoczne są obniżenia sygnału potencjału powierzchniowego, z tym, że dla mniejszych defektów efekt jest mniej widoczny ze względu na mniejszą rozdzielczość i czułość pomiaru, gdyż w tym przypadku ostrze w trakcie skanowania jest zawieszone 90 nm nad powierzchnią próbki. Po oświetleniu powierzchni (niezależnie od długości fali) można zauważyć, że następuje obniżenie mierzonego potencjału, z tym, że dla użytych długości fal jest ono znacznie większe dla obszarów bez widocznych defektów na powierzchni. Takie obniżenie potencjału powierzchniowego jest zgodne z oczekiwaniami, gdyż jest związane ze zmniejszeniem zagęszczenia pasm przy powierzchni wynikającym z istnienia stanów powierzchniowych (ładunek na nich zgromadzony, na skutek rozdzielania wygenerowanych optycznie par elektron-dziura ulega zmniejszeniu). W przypadku miejsc, w których występują defekty, możliwe jest, że efektywność rozdzielania przestrzennego elektronów i dziur przez pole elektryczne przypowierzchniowej warstwy zubożonej jest znacznie mniejsza, ze względu na znacznie mniejszy czas życia nośników (większe prawdopodobieństwo rekombinacji). Na wykresach zależności fotopotencjału powierzchniowego od długości fali (rysunek 5), dla obu próbek następuje jego największe obniżenie dla długości fali równej 365 nm, co odpowiada szerokości przerwy zabronionej w azotku galu, dla której generacja nośników powinna być najbardziej efektywna. Dodatkowo, dla obszaru przy defekcie takie obniżenie występuje dla długości fali oświetlenia odpowiadającej szerokości przerwy zabronionej bariery AlGaIn. Widoczny stopniowy, ciągły spadek fotopotencjału dla obszaru defektu od długości fali 500 nm do 380 nm, może natomiast być spowodowany przejściami optycznymi związanymi z poziomami znajdującymi się wewnątrz przerwy zabronionej GaN, które

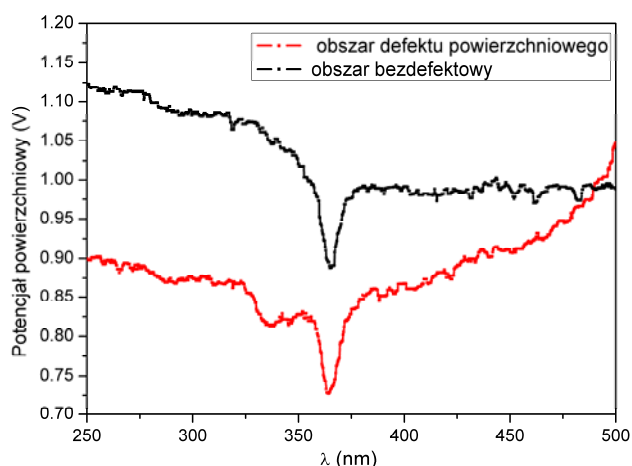
także są odpowiedzialne za tak zwaną „żółtą luminescencję” obserwowaną w tych warstwach.



Rys.3. Mapa topografii heterostruktury AlGaIn/GaN/Si (a) oraz mapy potencjału powierzchniowego próbki nieoświetlonej (b), oświetlonej promieniowaniem o długości fali 400 nm (c) oraz oświetlonej promieniowaniem o długości fali 300 nm.



Rys.4. Wykresy zależności wielkości sygnału SCM od długości fali promieniowania oświetlającego próbkę dla obszaru bez występujących defektów powierzchniowych oraz obszaru znajdującego się w pobliżu defektu powierzchniowego.



Rys.4. Wykresy zależności wielkości potencjału powierzchniowego od długości fali promieniowania oświetlającego próbkę dla obszaru bez występujących defektów powierzchniowych oraz obszaru w pobliżu defektu powierzchniowego.

Podsumowanie

W pracy przedstawione zostały wyniki charakterystyki powierzchniowych niejednorodności właściwości elektrycznych, po raz pierwszy przeprowadzone dla heterostruktur AlGaIn/GaN/Si, metodami skaningowej mikroskopii pojemnościowej i skaningowej mikroskopii potencjału powierzchniowego przy jednoczesnym oświetleniu próbki. Dzięki takiemu podejściu osiągnięto rozdzielczość przestrzenną rzędu dziesiątek nanometrów (typową dla pomiarów SPM) lecz jednocześnie możliwe było uzyskanie znacznie większej ilości użytecznych informacji o właściwościach materiału niż w przypadku wykorzystania metod mikroskopii ze skanującą sondą bez wykorzystania oświetlenia. W wypadku badanych heterostruktur zauważono wpływ występowania defektów powierzchniowych na lokalne zmiany parametrów elektrycznych warstw. Przeprowadzono wstępną analizę zjawisk mogących powodować te niejednorodności, jednak uzyskanie pełnego opisu efektów występujących w tych strukturach wymaga dalszych badań przedstawionymi

technikami oraz ich uzupełniania wynikami pomiarów przeprowadzonymi innymi metodami.

Podziękowania

Praca była współfinansowana w ramach projektu Narodowego Centrum Badań i Rozwoju TECHMATSTRATEG nr 1/346922/4/NCBR/2017, projektu Narodowego Centrum Nauki nr DEC-2015/19/B/ST7/02494, badań statutowych Politechniki Wrocławskiej oraz słowacko-polskiego programu współpracy międzynarodowej.

Jej powstanie było możliwe dzięki wskaźnikom produktu i wskaźnikom rezultatu osiągniętym w ramach projektów współfinansowanych przez Unię Europejską w ramach Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego, poprzez dotację z Innowacyjnej Gospodarki (POIG.01.01.02-00-00-008 / 08-05) oraz w ramach projektu Narodowego Centrum Badań i Rozwoju w ramach Programu Badań Stosowanych nr 178782 oraz LIDER nr 027/533/L-5/13/NCBR/2014.

Autorzy: dr inż. Adam Szyszka, Politechnika Wrocławska, Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki, ul. Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław, E-mail: adam.szyszka@pwr.edu.pl; dr inż. Mateusz Wośko, Politechnika Wrocławska, Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki, ul. Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław, E-mail: mateusz.wosko@pwr.edu.pl; prof. dr hab. inż. Regina Paszkiewicz, Politechnika Wrocławska, Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki, ul. Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław, E-mail: regina.paszkiewicz@pwr.edu.pl

LITERATURA

- [1] Giannazzo F., Mirabella S., Raineri V., De Salvador D., Napolitano E., Terrasi A., Camera A., Drigo A.V., Priolo F., Two-dimensional interstitial diffusion in silicon monitored by scanning capacitance microscopy, *Materials Science and Engineering B* 10 (2203) 2148 – 151
- [2] Szyszka A., Dawidowski W., Stafiniak A., Prażmowska J., Ściana B., Tłaczała M., Cross-sectional scanning capacitance microscopy characterization of GaAs based solar cell structures. *Crystal Research and Technology*. 52 (2017), n.6, art. 1700019, s. 1-5,
- [3] Szyszka A., Paszkiewicz B., Macherzyński W., Paszkiewicz R., Tłaczała M., Microscale characterisation of optical and electrical parameters of UV GaN planar detectors. *Journal of Electrical Engineering-Elektrotechnický Časopis*. 60 (2009), n.5, s. 283-286
- [4] Szyszka A., Wośko M., Paszkiewicz B., Paszkiewicz R. Surface electrical characterization of defect related inhomogeneities of AlGaIn/GaN/Si heterostructures using scanning capacitance microscopy. *Materials Science in Semiconductor Processing*. 94 (2019), s. 57-63.
- [5] Stafiniak A., Szyszka A., Prażmowska J., Boratyński B., Baranowska-Korczyc A., Fronc K., Elbaum D., Tłaczała M., Surface potential measurements of a single ZnO nanofiber. *Proceeding of The Ninth International Conference on Advanced Semiconductor Devices and Microsystems, ASDAM 2012*, Smolenice, Slovakia, (2012) s. 271-274,
- [6] Bhushan B. (Ed.) *Scanning Probe Microscopy in Nanoscience and Nanotechnology 2*, Springer International Publishing AG, (2011)
- [7] Szyszka A., Paszkiewicz R., Szymański T., Tłaczała M., Zintegrowany układ oświetlenia próbki do mikroskopu ze skanującą sondą. *Przegląd Elektrotechniczny*. R. 94 (2018) nr.8, s. 21-24
- [8] Szymański T., Wośko M., Wzorek M., Paszkiewicz B., Paszkiewicz R. 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 (2016) 8747