SLOVENSKÁ TECHNICKÁ UNIVERZITA V BRATISLAVE FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A INFORMATIKY

FYZIKA MATERIÁLOV LABORATÓRNE CVIČENIA

Michal Daniška Eva Vitkovská

1. Zadanie

a.) Pripravte PN prechod (GaAs), IrLED (PN prechod + kvantová jama) pomocou OMVPE

b.) Charakterizujte kvalitu povrchu narastenej vrstvy pomocou AFM

c.) Napravte ohmické kontakty + vyrobte čipy (nalámaním), umiestnite do púzdra a nakontaktujte

d.) Zmerajte I-V charakteristiku a vykonajte diskusiu k tejto charakteristike. Popíšte závislosť intenzity emitovaného žiarenia od veľkosti prechádzajúceho prúdu.

e.) Vykonajte meranie fotoluminiscenčných vlastností diódy a určite vlnovú dĺžku emitovaného žiarenia

2. Teoretický úvod

Stručná teória PN priechodu

PN prechod vzniká na rozhraní polovodičov typu N a P. V dôsledku gradientu koncentrácie voľných nosičov, dochádza na rozhraní k ich difúzii z polovodiča kde su majoritnými do polovodiča, kde sú minoritné a rekoinujú. Vzniká tak oblasť priestorového náboja ochudobnená o voľné nosiče, ktorá vytvára bariérový potenciál U_b zabraňujúci ďalšej difúzii. Tento sa podľa polarity vonkajšieho napätia buď zväčšuje alebo zmenšuje, a teda dovoľuje prechod prúdu alebo mu v tom bráni. PN prechod sa teda vyznačuje usmerňujúcimi vlastnosťami. Výslednú VACH PN priechodu možno teoreticky popísať vzťahom I=I₀*exp(eU/k_BT-1).



Zakrivenie energetických pásov na rozhraní PN prechodu

Termodynamická rovnováha na rozhraní PN nastane, ak sa vyrovnajú chemické potenciály oboch

strán. Hladina chemického potenciálu v N polovodiči sa nachádza tesne pod spodným okrajom vodivodtného pásma, naopak v P polovodiči tesne nad horným okrajom valenčného pásma. Pri spojení oboch štruktúr, teda musí v okolí rozhrania dochádzať k zakriveniu priebehu energetických hladín. Energia hrany valenčného pásu v P polovodiči je potom o ΔE vyššie oproti hrane v N polovodiči, a teda prechod voľných nosičov bariérou je umožnený po priložení vhodne polarizovaného napätia U>U_P v priepustnom smere alebo v dôsledku tunelového efektu v závernom smere (U<U_R), kedy dochádza k dostatočnému zmenšeniu šírky potenciálovej bariéry.

RAST POLOVODIČOVÝCH EPITAXNÝCH VRSTIEV A ŠTRUKTÚR TECHNOLÓGIOU OMCVD - OMVPE

OMCVD je technológia pomocou ktorej sa pripravujú vrstvy pevnej látky, pričom zdrojová látka je vo forme pary organokovovej zlúčeniny. Depozícia z plynnej fázy (CVD) sa uskutočňuje depozíciou pevnej látky na vyhriaty povrch podložky pomocou chemickej reakcie z plynnej fázy. Látka potrebná pre vytvorenie nanášanej vrstvy je transportovaná nad podložku v plynnej forme, kde sa rozkladá. Pri OMCVD sa organokovové zlúčeniny rozkladajú tepelne už od 400 °C, čo je výrazne nižšia hodnota ako pri iných CVD technológiách.

Polovodiče majú často praktické použitie vo forme monokryštálu alebo systému viacerých vrstiev v monokryštalickej štruktúre, čo možno dosiahnuť epitaxným rastom. Epitaxia je definovaná ako depozícia monokryštalickej vrstvy na monokryštalickej podložke (substráte), pričom vrstva zachováva kryštalografickú štruktúru substrátu. Technológia OMVPE (organo metalic vapour phase epitaxy) je špeciálnym prípadom OMCVD určeným na epitaxný rast.

Aby bolo možné pripraviť polovodičové zlúčeniny typu AIII-BV alebo AII-BVI technológiou OMCVD musí byť zvládnutá príprava zdrojových organokovových zlúčenín. Zdrojová látka musí mať dobrú stabilitu pri izbovej teplote (mnohoročné použitie bublačky, malá pravdepodobnosť reakcie s molekulami iných zdrojov už počas transpotu do reaktora), súčasne dobrú rozložiteľnosť molekuly pri čo najnižších teplotách v reaktore a jej nasýtené pary musia mať dostatočný tlak (1 až 100 milibarov pri teplotách –10 až 17 °C). Zdroje musí byť možné vyrobiť v čistote (99,9999 hmot. %). Systém sa musí prechodom z plynnej fázy do pevnej fázy dostať do stavu s nižšou energiou. Vedľajšie produkty chemických reakcií musia byť v plynnej forme, musia sa ľahko desorbovať z povrchu pripravovanej vrstvy a pomocou nosného plynu musia byť transportované z reaktora.

Veľkou výhodou OMCVD technológie je, že pre mnohé kombinácie zdrojových látok (plynná fáza) a pripravovaných polovodičovývh vrstiev (pevná fáza), je reakčná zmena Gibbsovej voľnej energie veľká, a teda je možné deponovať aj také materiály, ktoré sa nedajú pripraviť inými epitaxnými technikami (Al, GaAlInP). Vďaka malej rastovej rýchlosti je možné pripraviť štruktúry s rozmermi v ráde nanometrov. Technologická výhoda spočíva v jednoduchšej konštrukcii a možnosti použitia aj pre priemyselnú produkciu, pretože sú vyvinuté reaktory pre depozíciu na veľkej ploche. Nevýhodami použitia OMCVD, je že, organokovové molekuly obsahujú atómy uhlíka, ktoré sa môžu zabudovávať do deponovanej vrstvy, a preto nie je možné dosiahnuť takú čistotu vrstiev ako pri použití vysokovákuových technológií.

Zdrojová para sa získava z bublačky v nádobe čiastočne zaplnenej kvapalinou (prípadne aj pevnou látkou), dochádza k odparovaniu látky. Pri stálej teplote nastane rovnováha, pri ktorej je počet odparených a skondenzovaných častíc rovnaký. Para sa z bublačky unáša pomocou nosného plynu do reaktora. Ako nosný plyn sa môžu použiť inertné plyny o vysokej chemickej čistote, napr. N2, Ar, Ne, He. Veľmi často sa v polovodičovej technológii používa ako nosný plyn vodík, pretože molekula H2 je vďaka vysokej energii väzby veľmi málo reaktívna a v reaktoroch nereaguje s molekulami zdrojových látok.



Priebeh OMCVD depozície

Zdrojové molekuly sa v horúcej zóne reaktora termicky rozkladajú na atómy alebo jednoduché molekuly. Tieto difundujú smerom k rastovému rozhraniu, kde dochádza k chemickej reakcii, pri ktorej vzniká na podložke vrstva žiadaného zloženia a vedľajšie produkty reakcie (v plynnej forme) sú unášané preč od rastového rozhrania.

Rastová rýchlosť je určená najpomalším z vyššie uvedenej postupnosti procesov. Epitaxný rast najčastejšie uskutočňujeme pri teplotách 450 – 700°C, kedy je rastová rýchlosť limitovaná rýchlosťou difúzie zdrojových molekúl cez hraničnú vrstvu k rastovému rozhraniu a je nezávislá od teploty. V oblasti teplôt nad 700°C sa s rastúcou teplotou znižuje hnacia sila pre epitaxiu, dochádza k vysokej desorpcii reakčných molekúl z rastového rozhrania a parazitným reakciám, rastová rýchlosť klesá s rastúcou teplotou. V oblasti teplôt pod 450°C sú najpomalšími procesmi reakcie na rastovom rozhraní. Difúziou cez hraničnú vrstvu sa ku rastovému rozhraniu dostáva dostatok zdrojových molekúl. Tie sú tu v prebytku, pretože povrchové reakcie sú príliš pomalé na to, aby sa všetky rastové molekuly ihneď zabudovali do vrstvy. Rýchlosť povrchových reakcií klesá s klesajúcou teplotou, a preto klesá aj rastová rýchlosť.

Časti OMCVD aparatúry sú zobrazené na nižšie uvedenej schéme:



Schéma aparatúry na prípravu polovodičových vrstiev

ATÓMOVÁ SILOVÁ MIKROSKOPIA

AFM slúži na výskum povrchových vlastností vzoriek sledovaním pohybu miniatúrneho ostrého hrotu vytvarovaného na voľnom konci pružného nosníka. Nosník sníma interakčné sily medzi hrotom a povrchom vzorky. Detekcia pohybu je realizovaná sledovaním odrazu laserového lúča na fotodetektore, pričom vertikálna rozlišovacia schopnosť sa môže pohybovať až na úrovni 0.1 nm. AFM môže precovať v kontaktnom, nekontaktnom alebo prerušovanom móde.

V kontaktnom móde je hrot pritláčaný k povrchu vzorky určitou silou a fyzicky sa ho dotýka. Topografické dáta môžu byť snímané v móde konštantnej sily (pri väčšine meraní) alebo konštantnej výšky (atómovo rovné povrchy).

V nekontaktnom móde sa nosník nedotýka vzorky, registruje iba silové pôsobenie povrchu na diaľku. Pretože tieto sily sú malé, merajú sa pomocou synchrónnej detekcie, a preto hrot musí oscilovať. Na detekciu sa využíva zmena amplitúdy, fázy alebo frekvencie oscilujúceho nosníka. Systém sleduje zmeny rezonančnej frekvencie alebo amplitúdu kmitania a pomocou spätnej väzby ich nastavuje na konštantnú hodnotu, čím je zachovaná konštantná vzdialenosť medzi hrotom a vzorkou počas skenovania. Tento mód poskytuje rozlíšenie lepšie ako 0,01 nm v smere osi z. Tento mód je odolnejší voči poškodeniu povrchu vzorky, pre merania mäkkých a elastických vzoriek, no skresľuje v prípade prítomnosti vrstiev skondenzovanej vody.

Pri prerušovanom móde nosník osciluje a hrot sa povrchu dotýka iba jemne, v najväčšom rozkmite, čím sa zabezpečuje vysoká presnosť rozlíšenia, no zabraňuje sa ťahaniu hrotu po vzorke a jeho zatupeniu. Keď hrot prechádza cez výčnelok na povrchu, nosník má menej miesta na kmitanie čím sa zníži amplitúda oscilácií. Opačne, ak hrot prechádza priehlbinou, nosník má väčší priestor na kmitanie a jeho amplitúda sa zväčší. Oscilačná amplitúda nosníka je meraná detektorom a elektronicky kontrolovaná. Spätná väzba potom nastaví vzdialenosť hrotu od vzorky na udržanie konštantnej amplitúdy a sily na vzorku. Zmeny v amplitúde oscilácií sú využívané na meranie povrchu. Tento mód kombinuje výhody oboch predošlých metód.



Principiálna schéma zapojenia AFM

CHARAKTERIZÁCIA POLOVODIČOV METÓDOU FOTOLUMINESCENCIE

V stave termodynamickej rovnováhy je počet elektrón - dierových párov rekombinujúcich so súčasným vyžiarením fotónu totožný s počtom elektrón - dierových párov generovaných pri absorpcii žiarenia. V takejto situácii nepozorujeme v žiadnom smere vystupovať z pevnej látky žiarenie. Ak časť elektrónov excitujeme na vyššie energetické hladiny, ako zodpovedá rovnovážnemu stavu, zvyšuje sa počet prechodov z vyšších hladín na nižšie v porovnaní s opačnými, a teda počet generovaných fotónov bude väčší ako pohltených. Rozdiel – luminescenčné žiarenie - môžeme pozorovať vhodným detekčným zariadením.

Vybudenie elektrónov v tuhej látke je možné dosiahnuť rôznymi spôsobmi: absorpciou svetelného žiarenia (potom hovoríme o fotoluminiscencii), zahriatím (termoluminiscencia), prechodom elektrického prúdu (elektroluminiscencia), bombardovaním časticami (katodoluminiscencia). Vo fotoluminiscenčných experimentoch sa v súčasnosti na excitáciu používajú takmer výlučne lasery. Výsledkom takýchto meraní sú emisné spektrá, charakteristické pre konkrétnu štruktúru polovodiča a okolité podmienky. Na týchto spektrách sú jasne viditeľné maximá spektrálnej intenzity prislúchajúce fotónom so šírkou ~ Eg. Pološírka FWHM týchto maxím sa zvyšuje jednak pri zvyšovaní teploty (pri izbových teplotách dosahujú rádovo 50 až niekoľko sto meV), jednak v dôsledku rôznych nehomogenít, prímesí, porúch a pod. Pološírka PL pásiem je preto dôležitým ukazovateľom kvality polovodičového materiálu. Pre získanie užších spektier sa vykonávajú merania pri nižších teplotách, pričom v dôsledku nárastu Eg dochádza aj k posuvu spektra.

3. Praktická časť:

- 3.1) Vlastnosti narastených vzoriek:
- a.)v zorka č. 1146 (4.11.2009) p-n homoprechod GaAs

0) substrát GaAs n+ (1×10¹⁸)

1) GaAs :Si dot (cca 8,5×10¹⁷) 400 nm buffer

2) GaAs :Zn dot (1×10¹⁸) 800 nm

b.) vzorka č. 1147 (6.11.2009) p-n prechod v AlGaAs so vsunutou trojnásobnou GaAs kvantovou jamou.

0)	substrát	GaAs n+	(1×10 ¹⁸))
υ,	Substrat	Oans III	1010	1

1) GaAs :Si dot (cca 8,5×10¹⁷) 400 nm buffer

2) Al_{0,295}Ga_{0,705}As :Si dot (cca 6,1×10¹⁷) 1300 nm

3) Al_{0,295}Ga_{0,705}As :u.d. 48 nm

4) GaAs :u.d. 9 nm

5) Al_{0,295}Ga_{0,705}As :u.d. 24 nm

4) GaAs :u.d. 9 nm

5) Al_{0,295}Ga_{0,705}As :u.d. 24 nm

4) GaAs :u.d. 9 nm

3) Al_{0,295}Ga_{0,705}As :u.d. 48 nm

6) Al_{0,295}Ga_{0,705}As :Zn dot (1×10¹⁸ ako MO1063) 800 nm

7) GaAs :Zn dot 86 nm

3.2.) AFM povrchu vzorky č. 1146



AFM sken vzorky bol vykonaný v kontaktnom móde. Na povrchu vzorky sú jasne viditeľné "schodíky" s výškou ~ 0.3 nm. Ich pravidelné rozmiestnenie svedčí o správnom priebehu procesu rastu. Uvedená časť povrchu bola zoskenovaná ešte s pomocou ostrého hrotu AFM súpravy, v ďalšom priebehu skenovania sa hrot už zatupil, čo výrazne zhoršilo rozlíšenie skenu.

3.3.) Príprava diód (príprava ohmickej metalizácie, lámanie na jednotlivé čipy, upevnenie a nakontaktovanie čipov (diód) v držiakoch)

Vlastnosti kontaktov naparených na obe vzorky:

- z n strany (spodná strana substrát) Au+Sn (Sn 10% hmotnostných)
- z p strany (horná strana) Au+Zn (Zn 10% hmotnostných)
- hrúbka naparených kontaktov cca 100 nm.
- zažíhnuté pri 500°C počas 4 min vo formovacom plyne H2+N2 (20%N2).

Zažíhnutie vzorky malo za cieľ umožniť difúziu atómov kovových konatktov hlbšie do objemu vrchných polovodičových vrstiev, čím sa umožní elektrónom prechod cez oblasť PN prechodu, bez značných strát na kontakte kov-polovodič.

Po naparení kovových konatktov, boli vzorky nalámané s pomocou ostrého skalpela v smere kryštalografických rovín na kúsky požadovanej veľkosti a následne boli pomocou vodivého lepidla pripevnené na držiak diódy. Druhý kontakt bol vytvorený priložením tenkého drôtiku na vrchný povrch diódy a pri prvom prechode prúdu sa naň natavil.



Fotografia umiestnenia diódy na držiaku aj s nataveným vrchným drôtikom.



Schématický nákres sústavy držiak-dióda

3.4.) Meranie I-V charakteristík (zapojenie merania, jednotlivé namerané charakteristiky, ich zaujímavé oblasti, lineárna/ logaritmická mierka pre ukázanie exponenciálneho nárastu prúdu, diskusia k jednotlivým krivkám)



Schéma zapojenia diódy pri meraní I-V charakteristík



Namerané I-V charakteristiky pre priepustný aj záverný smer. I v lineárnej mierke



Namerané I-V charakteristiky pre priepustný smer. I v logaritmickej mierke.



Namerané I-V charakteristiky pre záverný smer. I v lineárnej mierke.

Z nameraných charakteristík vyplýva, že pre vzorku č. MO 1146 sú prahové napätia v pomerne širokom rozmedzí \sim 700 až 1000 mV. Tento značný rozptyl je spôsobený v hlavnej miere

individualitou každého jedného čipu, nakoľko proces ich lámania a kontaktovania nebol pre všetky rovnaký a ani veľkosťou sa nezhodujú. Výrazne vyššie prahové napätie u vzorky č. MO1147 je spôsobené jej inou štruktúrou oproti predchádzajúcej vzorke – obsahuje 3 kvantové jamy. Charakteristika diódy IrLED1 jednoznačne svedčí o jej nevyhovujúcich vlastnostiach, je poškodená. Z V-I charakteristiky, kde je I vynesené v logaritmickej mierke, je evidentná exponenciálna závislosť prúdu od napätia v priepustnom smere pre všetky správne pripravené diódy (okrem IrLED1).Z posledného grafu je zrejmé, že hoci prúd IrLED2 v závernom smere sa držal na šumovej úrovni, čipy pripravené zo vzorky MO1146 vykazovali výrazný nárast prúdu v závernom smere už pri napätiach ~-1V, čo možno zrejme pripísať malej hrúbke narasteného PN priechodu v tejto vzorke.

3.5 Merania pomocou fotoluminescencie



Schéma zapojenia pri meraní fotoluminescencie





Fotografie zobrazujúce intenzitu emitovaného žiarenia z IrLED2 pri prúdoch 1,5,7,10,12,15,20 mA.

Emitované žiarenie bolo fotografované pomocou mobilného telefónu bez IR filtra. S rastúcim prúdom rastie aj intenzita emitovaného žiarenia.

Namerané spektrá



Fotoluminescenčné spektrum štruktúry MO1147 pri T=300K.



Fotoluminescenčné spektrum štruktúry MO1147 pri T = 6K.

Vidno posun spektra oproti predošlému obrázku v dôsledku nárastu Eg pri poklese teploty. Polšírka maxím výrazne je užšia než v predchádzajúcom prípade.



Fotoluminescenčné spektrum diód pripravených s použitím vzorky č. 1147.

Maximum emitovanej energie pripadá na cca 1.47 eV, čo zodpovedá vlnovej dĺžke 844 nm, teda žiareniu z infračervenej oblasti svetelného spektra.