



ΕΘΝΙΚΟ ΚΕΝΤΡΟ ΕΡΕΥΝΑΣ
ΦΥΣΙΚΩΝ ΕΠΙΣΤΗΜΩΝ "ΔΗΜΟΚΡΙΤΟΣ"
Ινστιτούτο Επιστήμης Υλικών



ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΕΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ

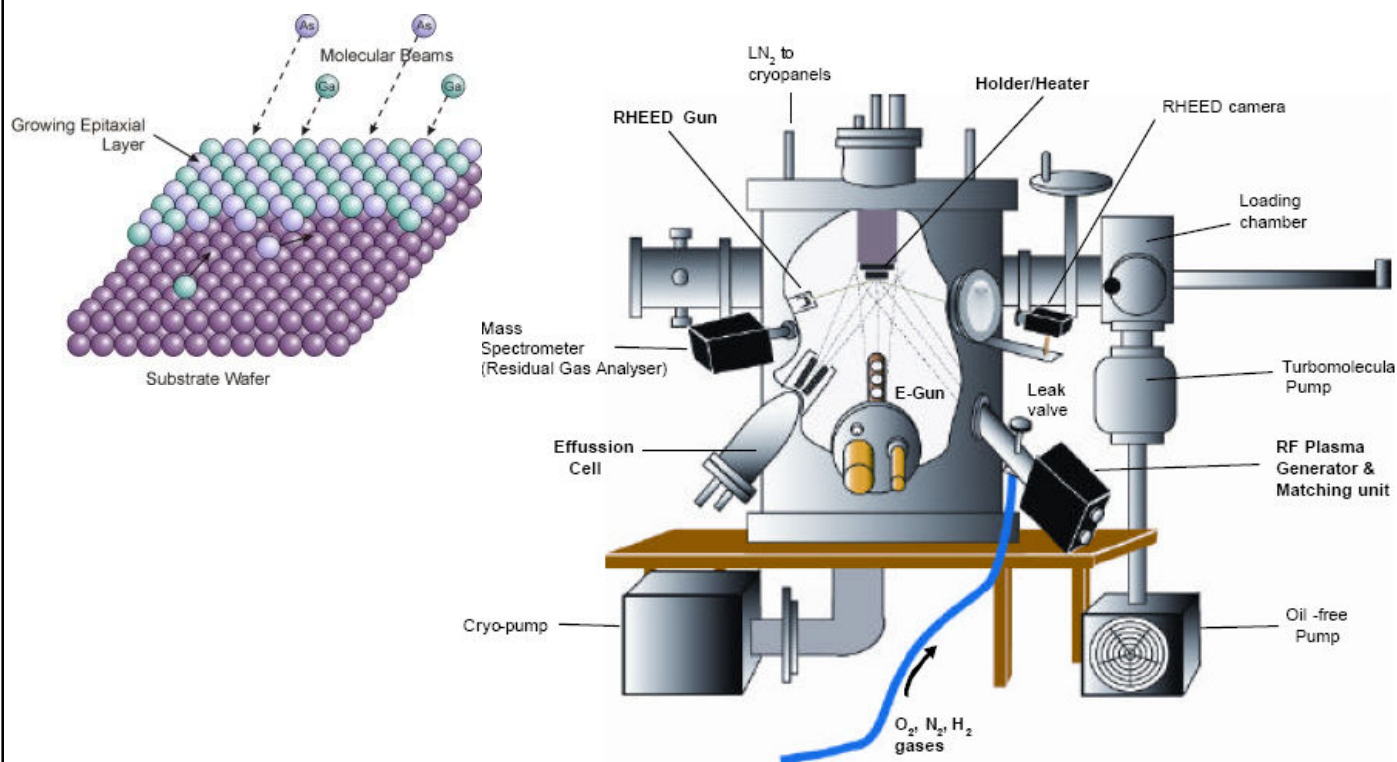
Τμήμα Σ.Ε.Μ.Φ.Ε.

Σημειώσεις για το εργαστήριο Επιταξίας με Μοριακές Δέσμες

Δρ. Αθανάσιος Δημουλάς
Ερευνητής Α'

Δρ. Γεράσιμος Παναγιωτάτος
Συνεργαζόμενος Ερευνητής

Ινστιτούτο Επιστήμης Υλικών
ΕΚΕΦΕ "Δημόκριτος"



Αθήνα, Μάιος 2008

Περιεχόμενα

Κεφάλαιο 1. Μεθοδολογία και στοιχεία θεωρίας.....	3
1.1. Επιταξία με μοριακές δέσμες (Molecular Beam Epitaxy - MBE)	3
1.2. Εξάχνωση με δέσμη ηλεκτρονίων	4
Κεφάλαιο 2. Περιγραφή του συστήματος MBE.....	7
2.1. Θάλαμος ανάπτυξης.....	9
2.1.1. Κελί Knudsen (Effusion Cell).....	9
2.1.2. Κανόνι ηλεκτρονίων	10
2.1.2. RF πηγή πλάσματος αερίων.....	11
Κεφάλαιο 3. Τεχνικές μελέτης της διαδικασίας ανάπτυξης υμενίων και αρχές λειτουργίας τους	13
3.1. Περίθλαση ανακλώμενων ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας (RHEED).....	13
3.1.1. Αρχή λειτουργίας RHEED.....	14
3.2. Περίθλαση ακτίνων X (Γεωμετρία Bragg-Brentano).....	17
3.3. Φασματογράφος μάζας.....	18
3.3.1. Φασματογράφοι μάζας και λειτουργία τους.....	19
3.3.2. Φασματογράφος μάζας τύπου τετράπολου (Quadrupole type)	20
3.3.3. Ερμηνεία του φάσματος μαζών	20
3.4. Προσδιορισμός πάχους (Thickness monitor).....	21
3.4.1. Αρχή λειτουργίας Thickness monitor	22
Κεφάλαιο 4. Θεωρία και Τεχνικές μελέτης ηλεκτρικών ιδιοτήτων υμενίων	23
4.1. Ιδανική δίοδος Μετάλλου-Μονωτή-Ημιαγωγού (MIS: Metal Insulator Semiconductor).....	23
4.1.1. Εφαρμογή τάσης στη δίοδο MIS	23
4.2. Ισοδύναμο ηλεκτρικό πάχος (EOT: Equivalent Oxide Thickness)	25
4.3. Επιμετάλλωση υμενίου	27
4.4 Μελέτη ηλεκτρικών ιδιοτήτων υμενίου.....	27
Κεφάλαιο 5. Πειράματα.....	30
5.1 Πείραμα 1 ^ο : Ανάπτυξη ZrO ₂ /La ₂ O ₃ επάνω σε υπόστρωμα n-Ge	30
5.1.1. Εισαγωγή δείγματος στο θάλαμο	30
5.1.2. Διαδικασία καθαρισμού υποστρώματος	30
5.1.3. Ανάπτυξη La ₂ O ₃ και ZrO ₂	31
5.2 Εργαστηριακή αναφορά.....	32
Αναφορές	33

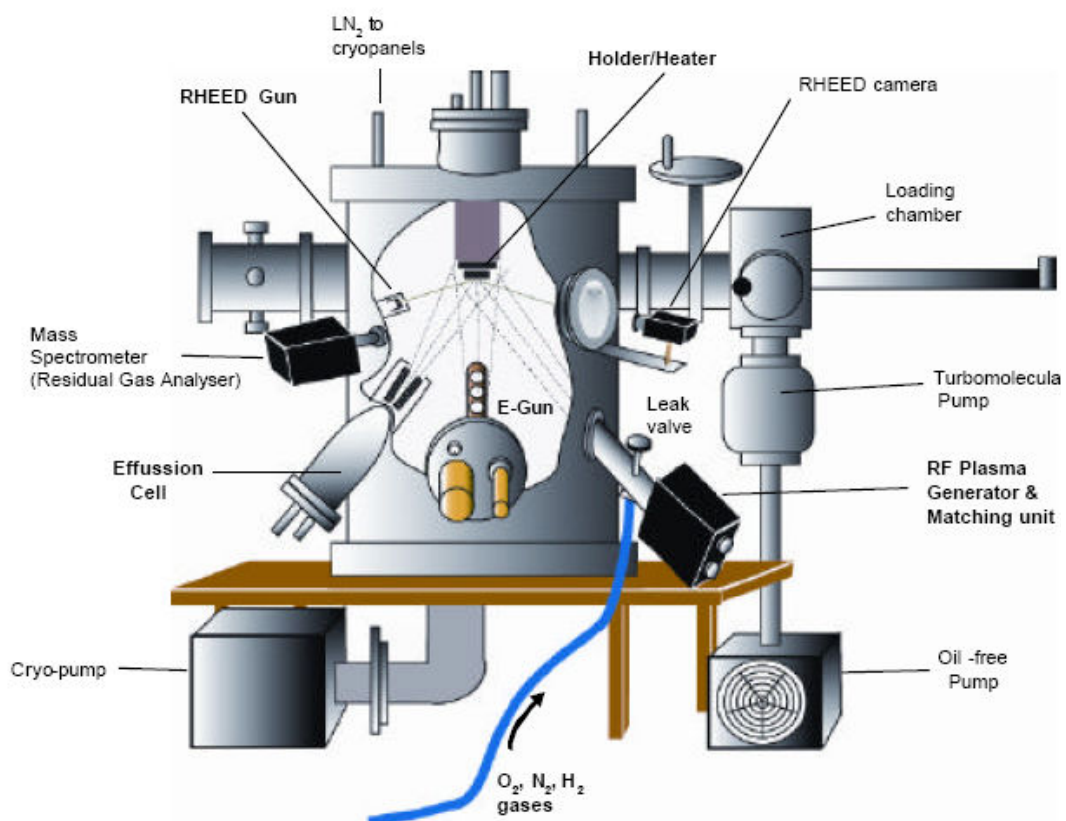
Κεφάλαιο 1. Μεθοδολογία και στοιχεία θεωρίας

Στο παρόν κεφάλαιο περιγράφονται οι βασικές αρχές λειτουργίας της μεθόδου της επιταξίας με μοριακές δέσμες (MBE) και της εξαχνωσης με δέσμη ηλεκτρονίων (EBE).

1.1. Επιταξία με μοριακές δέσμες (Molecular Beam Epitaxy - MBE)

Η επιταξία με μοριακές δέσμες (MBE), είναι μια τεχνική ανάπτυξης λεπτών επιταξιακών ετεροδομών. Αν και η συγκεκριμένη μέθοδος αναπτύχθηκε στις αρχές της δεκαετίας του 70 ως μια τεχνική ανάπτυξης υψηλής καθαρότητας ημιαγωγών, τα τελευταία χρόνια έχει υποστεί κατάλληλες τροποποιήσεις ώστε να χρησιμοποιείται και για την ανάπτυξη ημιαγωγών III-V καθώς και μετάλλων και μονωτών (οξειδία - Metal Oxide MBE).

Η ανάπτυξη ετεροδομών με τη μέθοδο MBE πραγματοποιείται μέσα σε ένα θάλαμο υπερυψηλού κενού, λόγω της ανάγκης δημιουργίας υλικών υψηλής ποιότητας χωρίς ατέλειες και ανεπιθύμητες προσμίξεις. Η συνολική πίεση σε ένα τυπικό θάλαμο MBE είναι $\sim 10^{-10}$ Torr και συντηρείται με χρήση κρουοαντλίας. Συνήθως η χρήση συμβατικών μηχανικών και μοριακών αντλιών έχει ως αποτέλεσμα τη μείωση της συνολικής πίεσης στο θάλαμο σε τιμές $\sim 10^{-6}$ Torr ενώ οι τελικές τιμές πίεσης επιτυγχάνονται με τη χρήση της κρουοαντλίας (συνήθως υγρού αζώτου). Ένας τυπικός θάλαμος MBE φαίνεται στο σχήμα 1.1. Σε επόμενο κεφάλαιο, θα περιγραφεί με λεπτομέρεια ο θάλαμος MBE του ΙΕΥ/Ε.ΚΕ.Φ.Ε καθώς και όλα τα εξαρτήματά του.



Σχήμα 1.1: Τυπικός θάλαμος MBE.

Σε μια τυπική διαδικασία δημιουργίας ετεροδομών με τη μέθοδο MBE, τα προϊόντα (πηγές) τοποθετούνται σε στερεά μορφή σε κατάλληλα κελιά (Knudsen cells) και θερμαίνονται σε κατάλληλη θερμοκρασία με σκοπό την εξάχνωσή τους. Στην περίπτωση λιγότερο πτητικών υλικών, η εξάχνωση πραγματοποιείται με τη χρήση δέσμης ηλεκτρονίων συγκεκριμένης ενέργειας η οποία προσπίπτει πάνω στο υλικό. Οι δέσμες των ατόμων ή μορίων θερμικών ενεργειών που παράγονται από αυτήν την εξάχνωση, κατευθύνονται προς ένα κρυσταλλικό υπόστρωμα (Si, Ge, GaAs, κ.α.) με πολύ μικρή πιθανότητα σκέδασης εξαιτίας των συνθηκών κενού που επικρατούν. Στη συνέχεια, αλληλεπιδρούν κοντά και πάνω σε αυτό το υπόστρωμα το οποίο διατηρείται σε κατάλληλη θερμοκρασία με αποτέλεσμα τη δημιουργία του εκάστοτε υλικού. Τα τυπικά συστήματα MBE έχουν τη δυνατότητα περιστροφής του υποστρώματος κατά τη διάρκεια της εναπόθεσης για καλύτερη ομοιομορφία του επιστρώματος, όπου και όταν αυτό χρειάζεται.

Η σύνθεση (στοιχειομετρία) του αναπτυσσόμενου επιστρώματος και το ποσοστό των προσμίξεών του, εξαρτάται από τους σχετικούς ρυθμούς άφιξης των ατόμων ή μορίων των προϊόντων στο υπόστρωμα ή, αντίστοιχα, από τους σχετικούς ρυθμούς εξάχνωσης των πηγών. Οι ρυθμοί αυτοί μπορούν να καθορισθούν με μεγάλη ακρίβεια ρυθμίζοντας τη θερμοκρασία και την ενέργεια των προσπιπτόντων ηλεκτρονίων για τα κελιά Knudsen και το κανόνι ηλεκτρονίων, αντίστοιχα, δίνοντας έτσι τη δυνατότητα έλεγχου της στοιχειομετρίας.

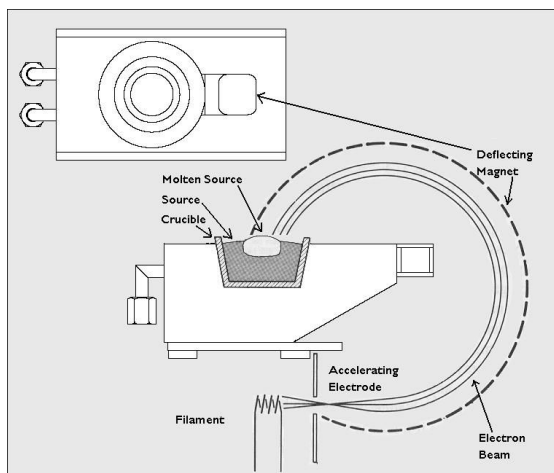
Αντίθετα με άλλες τεχνικές επιταξιακής ανάπτυξης όπως η επιταξία υγρής φάσης (liquid phase epitaxy) και η επιταξία ατμών (vapor phase epitaxy), στις οποίες η ανάπτυξη των υλικών γίνεται σε συνθήκες κοντά στη θερμοδυναμική ισορροπία, η ανάπτυξη υλικών με τη μέθοδο MBE πραγματοποιείται σε συνθήκες μη θερμοδυναμικής ισορροπίας εξαιτίας των συνθηκών υπερυψηλού κενού. Κάτω από αυτές τις συνθήκες, η σύνθεση του υλικού κυριαρχείται από την κινητική των επιφανειακών διεργασιών που λαμβάνουν χώρα όταν οι ατομικές ή οι μοριακές δέσμες των προϊόντων αντιδρούν με τα πάνω ατομικά στρώματα του κρυσταλλικού υποστρώματος. Οι ρυθμός πρόσπτωσης των ατόμων ή μορίων στο υπόστρωμα είναι συνήθως μικρός (~ 1 monolayer/s) έτσι ώστε να επιτρέπεται η μετακίνησή τους με σκοπό την απόκτηση των κατάλληλων θέσεων που απαιτούνται ιδιαίτερα στην ανάπτυξη κρυσταλλικών υμενίων.

Εξαιτίας των συνθηκών κενού που επικρατούν, η μέθοδος MBE δίνει τη δυνατότητα επιτόπου ελέγχου και ανάλυσης της διεργασίας ανάπτυξης των υλικών χρησιμοποιώντας διαγνωστικές τεχνικές όπως, περίθλαση υψηλής ενέργειας ανακλώμενων ηλεκτρονίων (RHEED), φασματοσκοπία ηλεκτρονίων Auger (AES) και ελλειψομετρία. Ο επιτόπου έλεγχος της ανάπτυξης σε ατομικό επίπεδο και της στοιχειομετρίας καθιστά τη μέθοδο MBE μια πολύτιμη τεχνική δημιουργίας πολύπλοκων δομών με εφαρμογή στη μικροηλεκτρονική και οπτοηλεκτρονική.

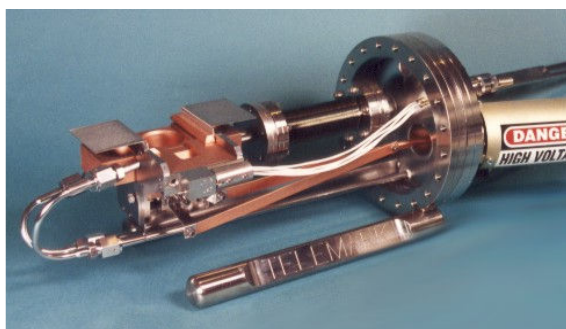
Αν και η μέθοδος MBE παρουσιάζει αρκετά πλεονεκτήματα σε σχέση με άλλες μεθόδους ανάπτυξης, παρουσιάζει επίσης και μερικά μειονεκτήματα τα οποία επικεντρώνονται κυρίως στη δυσκολία βιομηχανικής χρήσης της μεθόδου.

1.2. Εξάχνωση με δέσμη ηλεκτρονίων

Στην εξάχνωση με δέσμη ηλεκτρονίων (e-beam evaporation – EBE) το προς εναπόθεση υλικό θερμαίνεται και εξαχνώνεται. Η θέρμανση γίνεται με μεταφορά κινητικής ενέργειας από μια δέσμη ηλεκτρονίων υψηλής εντάσεως που προσκρούει στην επιφάνεια του εξαχνούμενου υλικού, που βρίσκεται τοποθετημένο σε μια κατάλληλη χοάνη (crucible) η οποία ψύχεται (Σχήμα 1.2, 1.3).



Σχήμα 1.2: Σχηματική διάταξη ενός εξαχνωτή δέσμης ηλεκτρονίων. Διακρίνονται το κύκλωμα ψύξης, η χοάνη, το νήμα, που εκπέμπει ηλεκτρόνια, η δέσμη των ηλεκτρονίων και οι μαγνήτες εκτροπής.



Σχήμα 1.3: Φωτογραφία διάταξης εξαχνωτή δέσμης ηλεκτρονίων.

Τα σημαντικά πλεονεκτήματα της EBE και κυρίως το πολύ χαμηλό ποσοστό προσμίξεων στα υμένια που παράγει την έχουν καταστήσει την κυρίαρχη τεχνική για τις επιμεταλώσεις στη βιομηχανία της μικροηλεκτρονικής. Τα κύρια υλικά επιμεταλώσεων στη μικροηλεκτρονική που παρασκευάζονται με EBE είναι Pt, Al, Cu, Ti, Co κλπ.

Στην EBE χρησιμοποιείται ένα νήμα βολφραμίου στο οποίο εφαρμόζεται μια πολύ υψηλή τάση (>7 kV). Το νήμα εκπέμπει ηλεκτρόνια τα οποία συγκροτούν τη δέσμη. Η δέσμη περνά και εκτρέπεται από ένα ταλαντούμενο μαγνητικό πεδίο που δημιουργείται από δύο ζεύγη ηλεκτρομαγνητών. Η ένταση και η συχνότητα ταλάντωσης του μαγνητικού πεδίου καθορίζουν την επιφάνεια σάρωσης της δέσμης των ηλεκτρονίων.

Ο ρυθμός εναπόθεσης εξαρτάται έντονα τόσο από τα χαρακτηριστικά της δέσμης των ηλεκτρονίων όσο και από το υλικό (σημείο τήξης, τάσεις ατμών κλπ). Ένας άλλος παράγοντας, που επηρεάζει τη διαδικασία εξάχνωσης είναι η μορφή του εξαχνούμενου υλικού (ρινίσματα, σκόνη, χοντρά κομμάτια κλπ). Η χρήση μικρών κομματιών ή σκόνης διευκολύνει την εξάχνωση αλλά συγχρόνως παρέχει μεγάλη ενεργό επιφάνεια με αποτέλεσμα τα προσροφάται μεγάλο ποσοστό προσμίξεων. Συνεπώς το μέγεθος των κόκκων του εξαχνούμενου υλικού καθορίζεται συνυπολογίζοντας και τους δύο παραπάνω παράγοντες.

Αν και η μέθοδος MBE παρουσιάζει αρκετά πλεονεκτήματα σε σχέση με άλλες μεθόδους ανάπτυξης, παρουσιάζει επίσης και μερικά μειονεκτήματα τα οποία επικεντρώνονται κυρίως στη δυσκολία βιομηχανικής χρήσης της μεθόδου. Τα κυριότερα πλεονεκτήματα και μειονεκτήματα της μεθόδου ανάπτυξης MBE, αναφέρονται συνοπτικά στον πίνακα 1.1.

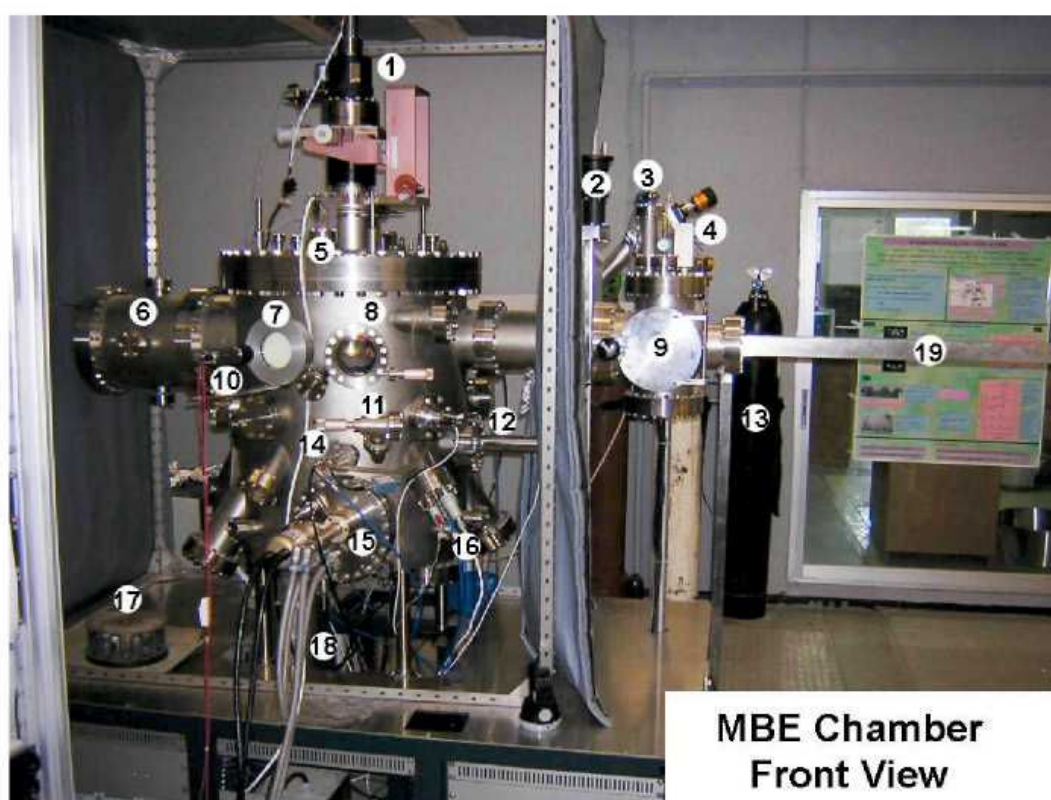
Πίνακας 1.1: Πλεονεκτήματα και μειονεκτήματα της ΜΒΕ

Πλεονεκτήματα	Μειονεκτήματα
In situ και Real time έλεγχος της ανάπτυξης σε ατομικό επίπεδο (RHEED)	Ακριβή μέθοδος
Επιτόπου έλεγχος της στοιχειομετρίας	Μικροί ρυθμοί ανάπτυξης
Δημιουργία υλικών υψηλής ποιότητας χωρίς ατέλειες και ανεπιθύμητες προσμίξεις	Αδυναμία ανάπτυξης των υλικών σε πολλά υποστρώματα ταυτόχρονα
Ασφάλεια (δεν απαιτούνται τοξικά ή εύφλεκτα αέρια)	
Ίδανική τεχνική για τη μελέτη νέων υλικών	
Πολύ καλή ομοιομορφία στο πάχος	
Δυνατότητα ανάπτυξης ετεροδομών ατομικών διαστάσεων	

Κεφάλαιο 2. Περιγραφή του συστήματος MBE

Παρακάτω θα δοθεί μια περιγραφή του συστήματος MBE του Ι.Ε.Υ/Ε.ΚΕ.Φ.Ε και των εξαρτημάτων, που είναι προσαρμοσμένα σε αυτό.

Στα σχήματα 2.1 και 2.2 απεικονίζεται η εμπρόσθια και η οπίσθια όψη του θαλάμου MBE DCA 600. Το συγκεκριμένο σύστημα είναι έτσι κατασκευασμένο ώστε να παρέχει: (α) συνθήκες υπερυψηλού κενού ($P \sim 10^{-10}$ Torr), (β) ομοιομορφία στην ανάπτυξη, (γ) σταθερότητα στο ρυθμό ανάπτυξης, (δ) σταθερότητα και ομοιογένεια στη θερμοκρασία του υποστρώματος, (ε) ευκολία στην εισαγωγή δειγμάτων, και (στ) αξιοπιστία των διαφόρων εξαρτημάτων. Αποτελείται από δύο θαλάμους (προθάλαμος και θάλαμος ανάπτυξης) ενώ έχει τη δυνατότητα εισαγωγής ενός υποστρώματος 2 ιντσών τη φορά. Ο έλεγχος των διαφόρων εξαρτημάτων, και κατά συνέπεια των συνθηκών ανάπτυξης, γίνεται μέσω της κύριας μονάδας ελέγχου.

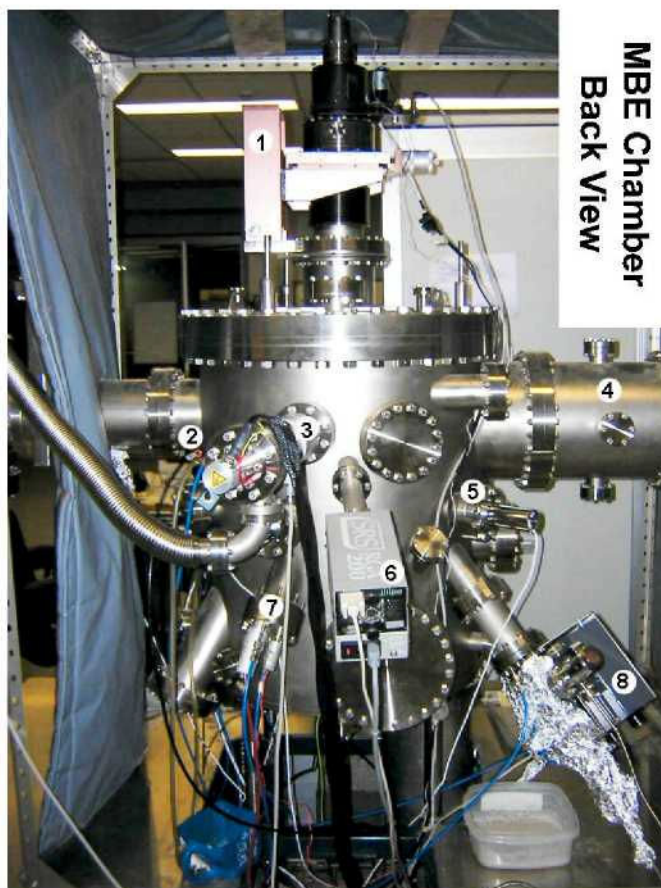


Σχήμα 2.1: Εμπρόσθια άποψη του συστήματος υπερυψηλού κενού MBE DCA 600.

Ακολουθώντας την αρίθμηση του σχήματος, τα επιμέρους εξαρτήματα του θαλάμου είναι:

1. Υποδοχέας, θερμαντήρας και ρυθμιστής θέσης του υποστρώματος
2. Βαλβίδα κενού για το διαχωρισμό προθαλάμου και θαλάμου ανάπτυξης.
3. Μετρητής πίεσης προθαλάμου (IG2)
4. Στροβιλομοριακή αντλία
5. Μετρητής πίεσης θαλάμου ανάπτυξης (IG1)
6. Αντλία Sublimation
7. Οθόνη καταγραφής φάσματος RHEED
8. Παράθυρο παρατήρησης του εσωτερικού του θαλάμου ανάπτυξης
9. Προθάλαμος
10. Κάμερα
11. Παράθυρο παρατήρησης του κανονιού ηλεκτρονίων

12. Μαγνητικό σκέπαστρο (shutter)
13. Φιάλες αερίων
14. Καταγραφέας ρυθμού 1 (Rate Monitor 1)
15. Κανόνι ηλεκτρονίων (e-gun)
16. Κελί Knudsen
17. Θερμαντικό σώμα
18. Κρυοαντλία
19. Μαγνητικός άξονας για την εισαγωγή του υποστρώματος στο θάλαμο ανάπτυξης



Σχήμα 2.2: Οπίσθια άποψη του θαλάμου MBE DCA 600. Ακολουθώντας την αρίθμηση του σχήματος, τα επιμέρους εξαρτήματα του θαλάμου είναι:

- | | |
|---|--|
| 1. Υποδοχέας, θερμαντήρας και ρυθμιστής θέσης του υποστρώματος μέσα στον κυρίως θάλαμο. | 2. Καταγραφέας ρυθμού (Rate Monitor 2) |
| 2. RHEED | 4. Αντλία Sublimation |
| 5. Μαγνητικό σκέπαστρο (shutter) | 6. Φασματογράφος μάζας |
| 7. Κελί Knudsen | 8. RF πηγή πλάσματος αερίων |

Στη συνέχεια θα δοθεί μια πιο αναλυτική περιγραφή των διαφόρων μερών και εξαρτημάτων του θαλάμου DCA 600.

2.1. Θάλαμος ανάπτυξης

Ο θάλαμος ανάπτυξης του συστήματος MBE DCA 600 είναι ένας τυπικός κάθετος θάλαμος MBE ο οποίος μεταξύ άλλων διαθέτει, ένα κανόνι ηλεκτρονίων 3 θέσεων, δύο κελιά Knudsen τα οποία είναι συμμετρικά τοποθετημένα στο εμπρός και πίσω μέρος του θαλάμου και μια RF πηγή πλάσματος αερίων (σχήματα 2.1 και 2.2). Όλες οι πηγές διαθέτουν μαγνητικό σκέπαστρο, η λειτουργία του οποίου ελέγχεται μέσω της κύριας μονάδας ελέγχου.

Η άντληση των αερίων από το θάλαμο ανάπτυξης και η διατήρηση της πολύ χαμηλής πίεσης πραγματοποιείται με τη χρήση κρουαντλίας και μιας αντλίας εξάχνωσης (σχήμα 2.1). Η διεργασία δημιουργίας κενού μέσω της κρουαντλίας συμπεριλαμβάνει τη σύλληψη των διαφόρων αερίων του θαλάμου και στη συνέχεια τη συμπύκνωσή τους στα τοιχώματα της αντλίας, τα οποία διατηρούνται σε πολύ χαμηλές θερμοκρασίες με χρήση υγρού αζώτου. Ο ρυθμός άντλησης της κρουαντλίας διαφέρει ανάλογα με το αέριο το οποίο αντλείται (1500 λίτρα/δευτερόλεπτο για αέρα, 4200 λίτρα/δευτερόλεπτο για υδρατμούς, 1200 λίτρα/δευτερόλεπτο για Αργό και 2200 λίτρα/δευτερόλεπτο για Υδρογόνο). Η αντλία sublimation αποτελείται από τρία πηνία κράματος Τιτανίου-Μολυβδενίου. Η εισαγωγή ρεύματος στα πηνία αυτά έχει ως αποτέλεσμα την εξάχνωση ατόμων Ti τα οποία αντιδρούν με το οξυγόνο μέσα στο θάλαμο και αποτίθενται στα τοιχώματα του θαλάμου, μειώνοντας με αυτόν τον τρόπο περαιτέρω τη συνολική πίεση του θαλάμου.

Η πίεση του θαλάμου καταγράφεται μέσω μιας μονάδας μέτρησης κενού (vacuum gauge unit) η οποία αποτελείται από ένα μανόμετρο (MKS Baratron capacitance manometer and controller) και μια ιοντική κεφαλή μέτρησης (Ion Gauge 1 (IG1)) (σχήμα 2.1). Ο έλεγχος της πίεσης γίνεται μέσω ενός ελεγκτή. Η χαμηλότερη τιμή πίεσης του θαλάμου ανάπτυξης είναι περίπου 2×10^{-10} Torr.

2.1.1. Κελί Knudsen (Effusion Cell)

Το σύστημα διαθέτει δύο κελιά Knudsen (E-cell 1 και 2) τα οποία είναι τοποθετημένα συμμετρικά στο εμπρός και πίσω μέρος του θαλάμου ανάπτυξης (σχήματα 2.1 και 2.2). Όπως φαίνεται και στην απεικόνιση του εσωτερικού ενός κελιού Knudsen (σχήμα 2.3), το υπό εξάχνωση υλικό τοποθετείται σε κατάλληλες χοάνες (crucibles). Υπάρχουν διάφορα υλικά από τα οποία κατασκευάζονται οι χοάνες (Sapphire (Al₂O₃), Pyrolytic Boron Nitride (PBN), Tantalum, κ.α.), έτσι ώστε να καλυφθούν οι ανάγκες εξάχνωσης μεγάλης ποικιλίας υλικών.

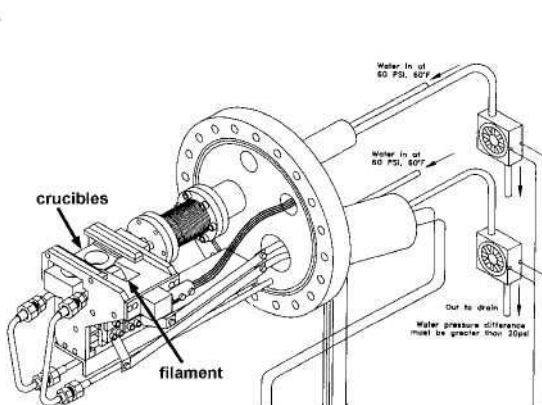
Η θερμοκρασία του κελιού μπορεί να αυξηθεί έως και 2000°C με σκοπό την εξάχνωση του υλικού. Η καταγραφή της θερμοκρασίας γίνεται με τη χρήση ενός θερμοζεύγους. Επειδή η θερμοκρασία που αναπτύσσεται στα κελιά κατά τη διάρκεια λειτουργίας τους είναι αρκετά υψηλή (T_{cell} έως και 2000°C), μέσα από τη φλάντζα διέρχεται νερό (σχήμα 2.3), ώστε να διατηρείται η θερμοκρασία της φλάντζας σε χαμηλά επίπεδα. Η ροή των ατόμων που προκύπτει από την εξάχνωση του υλικού μπορεί να διακοπεί μέσω ενός μαγνητικού σκεπάστρου (shutter) το οποίο ελέγχεται από την κύρια μονάδα ελέγχου.



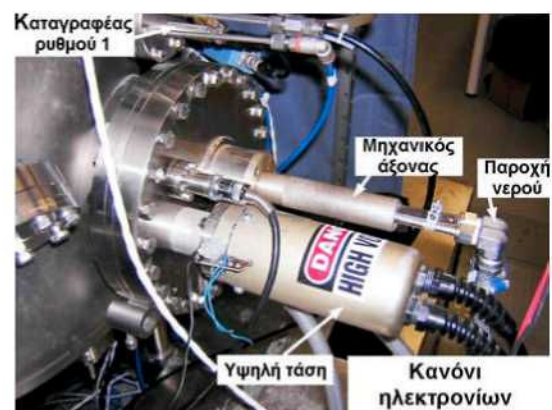
Σχήμα 2.3: Κελί Knudsen.

2.1.2. Κανόνι ηλεκτρονίων

Τα λιγότερο πηκτικά υλικά, όπως προαναφέρθηκε, δεν μπορούν να εξαχνωθούν μέσω του κελιού Knudsen. Για αυτό το λόγο, στα συστήματα ανάπτυξης προσαρμόζουμε ένα κανόνι ηλεκτρονίων (electron gun-e-gun) το οποίο απεικονίζεται στα σχήματα 2.4 και 2.5.



Σχήμα 2.4: Σχεδιάγραμμα του κανονιού ηλεκτρονίων.



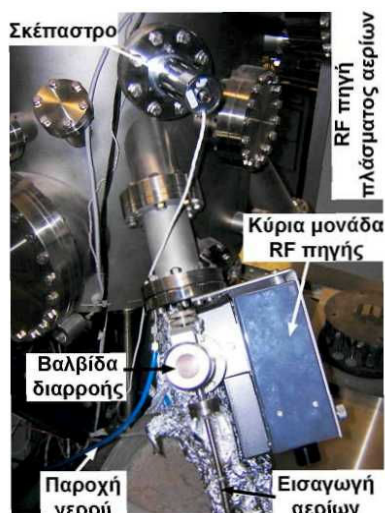
Σχήμα 2.5: Το κανόνι ηλεκτρονίων του συστήματός.

Όπως φαίνεται και στο σχήμα 2.4, το e-gun διαθέτει θέσεις (κελιά) χωρητικότητας 15 κ.εκ. για την τοποθέτηση υλικών και ένα πηνίο (filament). Τα ηλεκτρόνια που παράγονται καθώς εφαρμόζεται υψηλή τάση στο πηνίο, περνούν μέσα από ένα ελεγχόμενο ηλεκτρομαγνητικό πεδίο, το οποίο δημιουργείται από έναν ισχυρό μαγνήτη και έναν πυκνωτή. Ρυθμίζοντας κατάλληλα τις ιδιότητες αυτού του πεδίου μπορούμε να καθορίσουμε με ακρίβεια την τροχιά των ηλεκτρονίων με σκοπό να τα οδηγήσουμε πάνω στο στόχο (crucible). Ο έλεγχος της υψηλής τάσης γίνεται μέσω ενός τροφοδοτικού το οποίο έχει τη

δυνατότητα παροχής υψηλής τάσης μεταξύ 4 και 10 kV και ρεύματος έως και 1 A. Η τροχιά, ο εντοπισμός και η σάρωση της δέσμης των ηλεκτρονίων πάνω στο στόχο καθορίζεται μέσω μιας μονάδας ελέγχου dual sine sweep generator. Η μετακίνηση από το ένα κελί στο άλλο γίνεται μέσω ενός μηχανικού άξονα (σχήμα 2.5). Στη διάταξη του e-gun υπάρχει ένα κλειστό κύκλωμα παροχής νερού ώστε να διατηρηθεί η θερμοκρασία των κελιών σε κανονικά επίπεδα και να ελαχιστοποιηθεί η αύξηση της θερμοκρασίας του θαλάμου. Επίσης υπάρχει η δυνατότητα παρατήρησης της δέσμης των ηλεκτρονίων καθώς αυτή προσπίπτει πάνω στο στόχο μέσω ενός παραθύρου το οποίο διαθέτει περιστρεφόμενο καθρέφτη (σχήμα 2.5). Η ροή των ατόμων που προκύπτει από την εξάχνωση του υλικού μπορεί να διακοπεί μέσω ενός μαγνητικού σκεπάστρου (shutter).

2.1.2. RF πηγή πλάσματος αερίων

Στο σύστημά μας υπάρχει η δυνατότητα εισαγωγής διαφόρων αερίων όπως οξυγόνο, υδρογόνο, άζωτο και αργό, μέσω κατάλληλων σωληνώσεων και φιαλών αερίων. Ο ρυθμός εισαγωγής των αερίων μέσα στο θάλαμο ελέγχεται μέσω μιας βαλβίδας διαρροής για χρήση σε συστήματα υπερυψηλού κενού, η οποία δίνει τη δυνατότητα πολύ καλού ελέγχου της ροής των αερίων με ρυθμούς της τάξης 10^{-10} Torr ανά δευτερόλεπτο. Τα αέρια που εισάγονται στο θάλαμο ανάπτυξης περνούν μέσα από μια RF πηγή έτσι ώστε να είναι δυνατή η δημιουργία πλάσματος αερίων, όποτε αυτό χρειάζεται. Η πηγή αυτή βρίσκεται τοποθετημένη στο πίσω μέρος του θαλάμου MBE και έχει τη δυνατότητα παραγωγής ατομικού οξυγόνου, υδρογόνου, αζώτου κ.ά. (σχήμα 2.6). Η διάσπαση των μορίων των διαφόρων αερίων γίνεται μέσω ηλεκτρικών εκκενώσεων που προκαλούνται από τις αγώγιμες ενώσεις ενός RF πηνίου διέγερσης. Με κατάλληλο συντονισμό των διαφόρων παραμέτρων της διάταξης είναι δυνατή η μεταφορά της RF ισχύος μέσα στο σωλήνα εκκένωσης χωρίς απώλειες. Η παροχή ισχύος στο σωλήνα εκκένωσης της πηγής γίνεται μέσω ενός τροφοδοτικού RF με μέγιστη παρεχόμενη ισχύ 600 W σε συχνότητα 12.56 MHz (σχήμα 2.7). Ο έλεγχος του πλάσματος πραγματοποιείται μέσω ενός οπτικού ανιχνευτή εκπομπής ο οποίος συνδέεται με έναν ελεγκτή πλάσματος (σχήμα 2.7). Ακριβώς πάνω από το σωλήνα εκκένωσης της πηγής, βρίσκεται ένα σκέπαστρο το οποίο μπορεί να ανοίγει/κλείνει μαγνητικά επιτρέποντας/εμποδίζοντας τη ροή ατόμων προς το υπόστρωμα.



Σχήμα 2.6: Εξωτερική άποψη της RF πηγής πλάσματος.

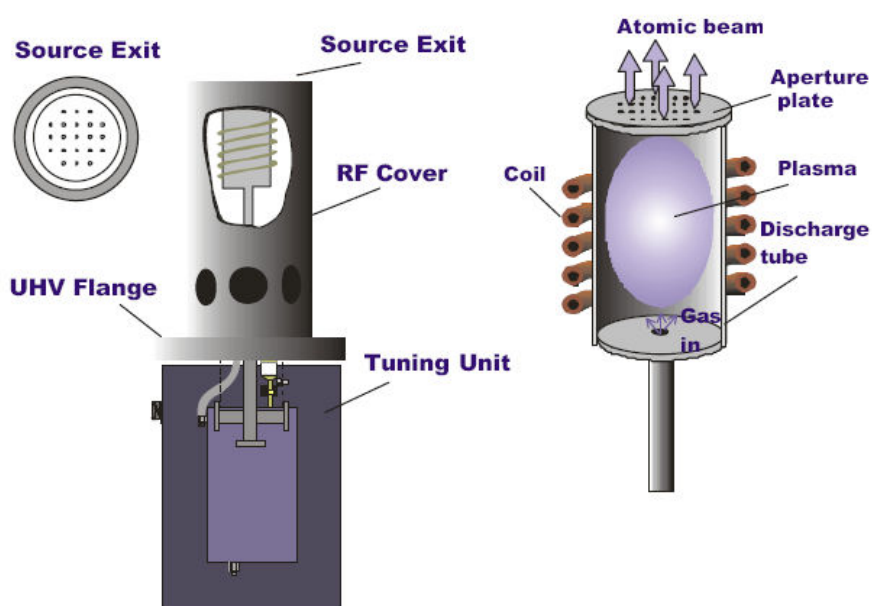


Σχήμα 2.7: Τροφοδοτικό RF και ελεγκτής πλάσματος αερίων που είναι προσαρμοσμένη.

2.1.2.1. Αρχή λειτουργίας RF πηγής πλάσματος αερίων

Η αρχή λειτουργίας της RF πηγής πλάσματος αερίων στηρίζεται σε μια ηλεκτρική εκκένωση, που δημιουργείται μέσω της επαγωγικής σύζευξης ενός RF πηνίου διέγερσης. Ο στόχος του συστήματος είναι να αποδοθεί όλη η διαθέσιμη ισχύς από μια γεννήτρια RF (με συχνότητα λειτουργίας 13,56 MHz, που έχει αφιερωθεί σε βιομηχανικές, επιστημονικές και ιατρικές χρήσεις από την Federal Communication Commission (FCC),) στο σωλήνα εκκένωσης χωρίς απώλεια και χωρίς επιστρεφόμενη ισχύ. Δεδομένου ότι η ισχύς μπορεί μόνο να αποδοθεί σε ωμικά στοιχεία, η κοιλότητα συντονισμού πρέπει να συντονιστεί (με την μεταβολή του κυκλώματος συντονισμού) έτσι ώστε το φορτίο να εμφανίζεται καθαρώς ωμικό. Οι κακοί συνδυασμοί σύνθετης αντίστασης οδηγούν σε αντανάκλαση ισχύος. Το στάσιμο κύμα τάσης αποφεύγεται με το ταίριασμα της ωμικής σύνθετης αντίστασης (φορτίο) της κοιλότητας με την αντίσταση εξόδου της γεννήτριας.

Τα άτομα που παράγονται από το διαχωρισμό του αερίου μέσα στο σωλήνα εκκένωσης μπορούν να δραπέτευσουν στο κενό μαζί με τα αδιαχώριστα μόρια μέσω μιας σειράς λεπτών οπών στο διάφραγμα της διάταξης εντός του θαλάμου (Σχήμα 2.8).



Σχήμα 2.8: Σχηματική αναπαράσταση RF πηγής πλάσματος αερίων.

Τα ηλεκτρικά δυναμικά είναι τέτοια που αμελητέα ρεύματα των ιόντων ή των ηλεκτρονίων ($<20 \text{ nAcm}^{-2}$) διαφεύγουν από την εκκένωση κατά τη διάρκεια της βέλτιστης λειτουργίας της πηγής. Τα χωρισμένα άτομα που υποβάλλονται σε συγκρούσεις με τα τοιχώματα του σωλήνα εκκένωσης, παρουσιάζουν χαμηλό συντελεστή επανασύνδεσης και μπορούν επίσης τελικά να συμβάλουν στη ροή δέσμης ατόμων.

Υπάρχει μια κρίσιμη πίεση επάνω από την οποία θα εμφανιστεί ιονισμός αερίου. Η πίεση αυτή του αερίου εξαρτάται από τη δυνατότητα ιονισμού του. Συνεπώς για μια σταθερή αγωγιμότητα των διαφραγμάτων της πηγής, το απαραίτητο ποσοστό ροής για την επίτευξη του ιονισμού θα διαφέρει από αέριο σε αέριο. Μόλις ο ιονισμός εμφανιστεί, το ποσοστό ροής μπορεί να μειωθεί σημαντικά διατηρώντας ταυτόχρονα την εκκένωση.

Κεφάλαιο 3. Τεχνικές μελέτης της διαδικασίας ανάπτυξης υμενίων και αρχές λειτουργίας τους

3.1. Περίθλαση ανακλώμενων ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας (RHEED)

Στο θάλαμο ανάπτυξης είναι προσαρμοσμένο ένα σύστημα χαρακτηρισμού επιφανειών RHEED (σχήμα 3.1). Το σύστημα αυτό αποτελείται από ένα κανόνι υψηλής ενέργειας ηλεκτρονίων (STAIB EK-150-R1) το οποίο είναι τοποθετημένο στο πίσω μέρος του θαλάμου και έχει τη δυνατότητα παραγωγής δέσμης ηλεκτρονίων με ενέργεια έως και 60 keV. Η δέσμη αυτή παράγεται από ένα νήμα (filament) που βρίσκεται στο εσωτερικό του κανονιού (κάθοδος) ενώ το ρεύμα του νήματος και κατά συνέπεια το ρεύμα εκπομπής και η ενέργεια των ηλεκτρονίων ελέγχονται μέσω ενός τροφοδοτικού υψηλής τάσης. Το τροφοδοτικό συνδέεται με το κανόνι με ένα καλώδιο ενώ διαθέτει και εσωτερική ασφάλεια (interlock) για την προστασία του συστήματος RHEED. Τα παραγόμενα ηλεκτρόνια περνούν μέσα από ελεγχόμενο ηλεκτρομαγνητικό πεδίο με αποτέλεσμα να προκύπτει μια καλά εντοπισμένη και μικρού εύρους μονοενεργειακή δέσμη. Παράμετροι όπως η ένταση, η εστίαση και η θέση της ακτινοβολίας ελέγχονται μέσω ενός ελεγκτή, ενώ πάνω στο τροφοδοτικό υπάρχει η δυνατότητα ψηφιακής απεικόνισης του ρεύματος και της τάσης που εφαρμόζεται στο νήμα. Το σύστημα RHEED, που περιγράφουμε, είναι εφοδιασμένο με διαγνωστικό έλεγχο για την καλύτερη λειτουργία του οργάνου, ενώ δίνει και τη δυνατότητα διακοπής της δέσμης ηλεκτρονίων (beam blanking). Αν και το κανόνι ηλεκτρονίων μπορεί να λειτουργήσει σε πιέσεις έως και 10^{-4} Torr, ο χρόνος ζωής της καθόδου μειώνεται. Για αυτό το λόγο υπάρχει η δυνατότητα άντλησης των διάφορων αερίων από την περιοχή της καθόδου μέσω της αντλίας κενού χωρίς λάδι και της στροβιλομοριακής αντλίας του προθαλάμου.

Το φάσμα RHEED απεικονίζεται σε μια φωσφορίζουσα οθόνη στο εμπρός μέρος του συστήματος και μεταφέρεται στην οθόνη ενός υπολογιστή για περαιτέρω ανάλυση μέσω μιας CCD κάμερας.



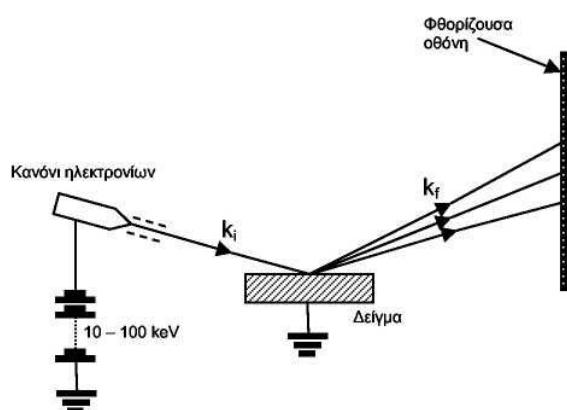
Σχήμα 3.1: Το κανόνι ηλεκτρονίων RHEED STAIB EK-150-R1.

3.1.1. Αρχή λειτουργίας RHEED

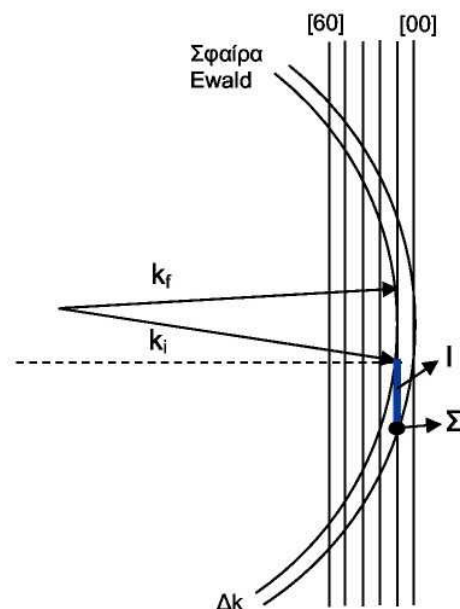
Η περίθλαση ανακλώμενων ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας (RHEED) είναι μια τεχνική ανάλυσης επιφανειών η οποία μπορεί να χρησιμοποιηθεί για in-situ και real-time παρατηρήσεις σε ένα θάλαμο MBE. Μια τυπική διάταξη RHEED αποτελείται από ένα κανόνι ηλεκτρονίων και μια φθορίζουσα οθόνη όπως φαίνεται στο σχήμα 3.2.

Το κανόνι ηλεκτρονίων τοποθετείται με τέτοιο τρόπο ώστε τα ηλεκτρόνια υψηλής ενέργειας που παράγονται από αυτό (ενέργειες μεταξύ 10 και 100 keV) να προσπίπτουν στην υπό ανάλυση επιφάνεια με μικρή γωνία πρόσπτωσης ($\sim 1^\circ - 5^\circ$). Η μικρή γωνία πρόσπτωσης έχει ως αποτέλεσμα τα ηλεκτρόνια να αλληλεπιδρούν μόνο με τα ανώτερα ατομικά στρώματα του κρυστάλλου (συνήθως 2 έως 3 ατομικά στρώματα ανάλογα με τη γωνία πρόσπτωσης). Το αποτέλεσμα της αλληλεπίδρασης αυτής είναι ένα φάσμα περίθλασης το οποίο συλλέγεται στη φθορίζουσα οθόνη σε ανάλογες γωνίες.

Το φάσμα που λαμβάνεται στη φθορίζουσα οθόνη προκύπτει από την τομή της σφαίρας Ewald με το αντίστροφο πλέγμα της υπό μελέτη επιφάνειας. Η ακτίνα της σφαίρας Ewald καθορίζεται από το κυματόνυσμα των ηλεκτρονίων $k=2\pi/\lambda$, ενώ το αντίστροφο πλέγμα μιας δισδιάστατης επιφάνειας (μηδενικό πάχος) αποτελείται από κάθετες ράβδους ως προς την επιφάνεια με άπειρο μήκος. Στο σχήμα 3.3, φαίνεται η σφαίρα Ewald σε ένα τυπικό πείραμα RHEED.



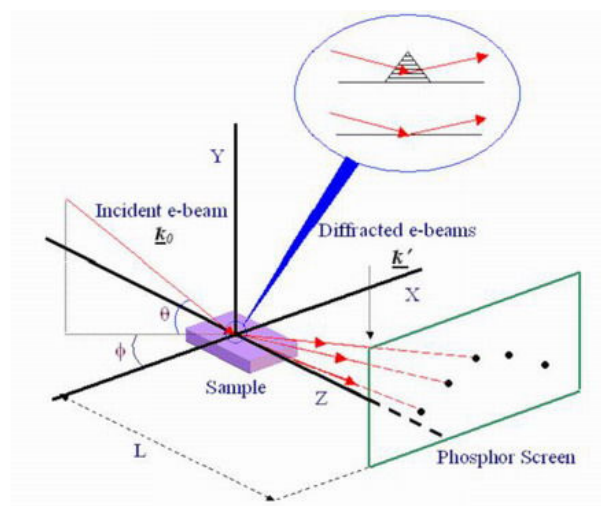
Σχήμα 3.2: Τυπική διάταξη RHEED



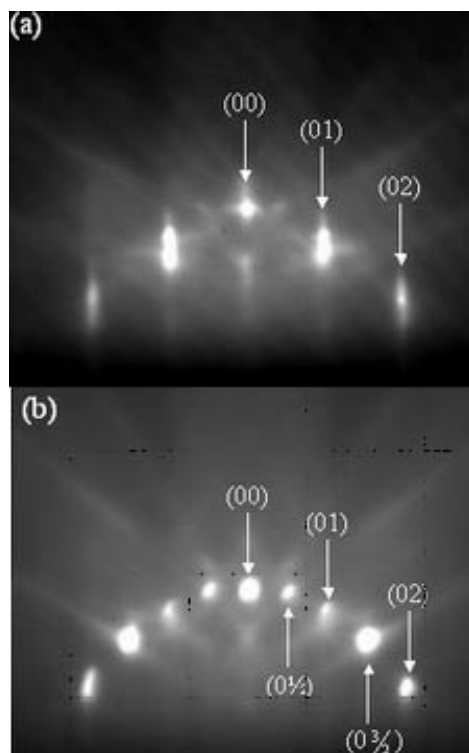
Σχήμα 3.3: Η σφαίρα Ewald σε ένα τυπικό πείραμα RHEED. Τα διανύσματα k_i και k_f είναι τα κυματόνυμα της εισερχόμενης και της ανακλώμενης δέσμης ηλεκτρονίων, αντίστοιχα.

Εξαιτίας της υψηλής ενέργειας των ηλεκτρονίων, η ακτίνα της σφαίρας Ewald θα είναι αρκετά μεγαλύτερη από την απόσταση μεταξύ των πλεγματικών ράβδων του αντίστροφου χώρου (hk). Αν και στην ιδανική περίπτωση η τομή της σφαίρας Ewald με το αντίστροφο επιφανειακό πλέγμα θα είχε ως αποτέλεσμα την εμφάνιση σημειακών κροσσών στη φθορίζουσα οθόνη, φαινόμενα όπως η διακύμανση της ενέργειας των ηλεκτρονίων (Δk), έχουν ως αποτέλεσμα την εμφάνιση μέρους των πλεγματικών ράβδων του αντίστροφου επιφανειακού πλέγματος. Σε ένα πραγματικό πείραμα παρατήρησης RHEED, οι ράβδοι αυτοί έχουν ένα πεπερασμένο εύρος εξαιτίας των αποκλίσεων από την ιδανική συμμετρία

μετατόπισης της επιφάνειας (φωνόνια, ατέλειες). Πρέπει βέβαια να αναφερθεί, ότι τα φάσματα RHEED από εντελώς επίπεδες επιφάνειες χωρίς ατέλειες και με χρήση κατάλληλα ρυθμισμένων οργάνων, ώστε να ελαχιστοποιηθεί η διακύμανση της ενέργειας των ηλεκτρονίων, αποτελούνται από καλά καθορισμένους κροσσούς περιθλασης.



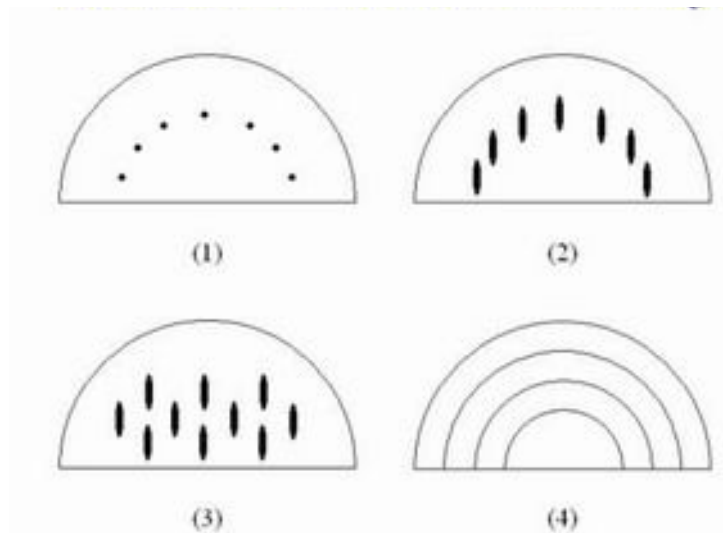
Σχήμα 3.4: Απεικόνιση της βασικής αρχής RHEED. Το ένθετο παρουσιάζει δύο είδη αντανάκλασης: από 3D και από επίπεδη επιφάνεια.



Σχήμα 3.5: Μεταβολή απεικόνισης RHEED εξαιτίας αλλαγών στην επιφάνεια. Η εικόνας προέρχεται από επιφάνεια c-Si (100).

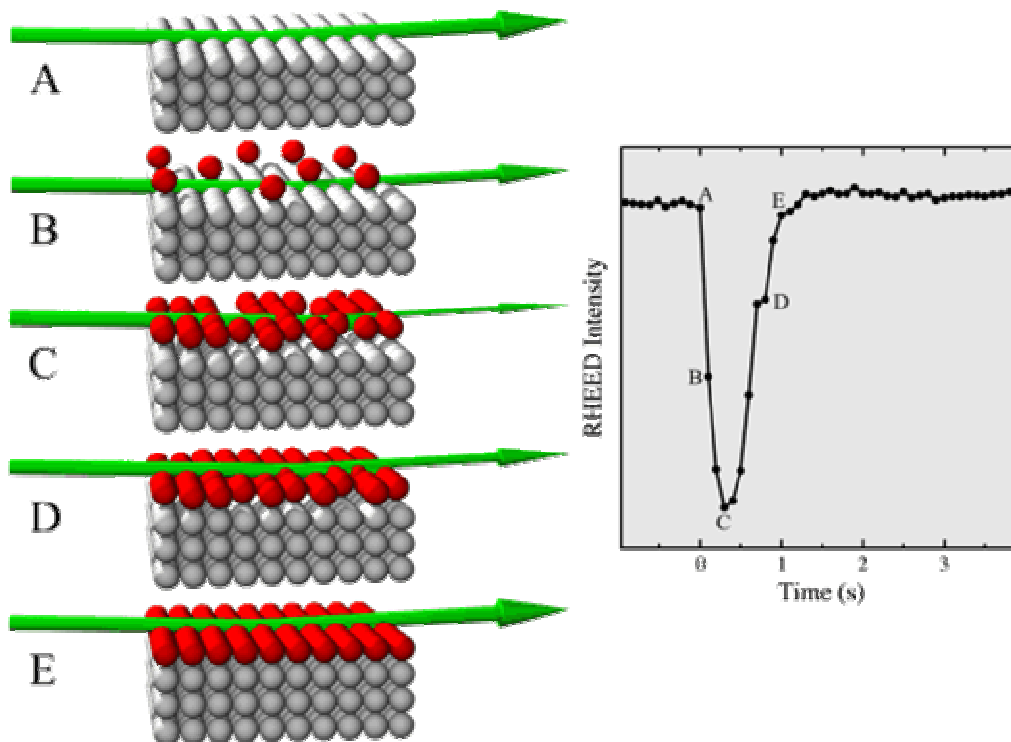
Η μεγάλη ευαισθησία που παρουσιάζει το RHEED στις ιδιότητες της επιφάνειας δίνει τη δυνατότητα παρατήρησης του τρόπου ανάπτυξης κατά τη διάρκεια εναπόθεσης ενός υλικού. Πράγματι, η ύπαρξη νησίδων ή γενικότερα η πιθανή ανομοιομορφία μιας επιφάνειας έχει ως αποτέλεσμα το φάσμα RHEED να κυριαρχείται από κροσσούς παρά από ράβδους που δεν ανήκουν στη σφαίρα Ewald, εξαιτίας της διέλευσης των ηλεκτρονίων μέσα από το υλικό.

Η φασματοσκοπία RHEED μπορεί επίσης να δώσει πληροφορίες για την κρυσταλλική ποιότητα του υλικού αφού ένα πολυκρυσταλλικό υλικό θα έχει ως αποτέλεσμα την εμφάνιση μιας επαλληλίας κροσσών και δακτυλίων, ενώ η ανάκλαση των ηλεκτρονίων από επιφάνεια άμορφων υλικών δίνει φάσματα με διάχυτους δακτυλίους χωρίς κροσσούς.



Σχήμα 3.6: Εικόνες περίθλασης από :1) ιδανικά λεία επιφάνεια, 2) πραγματική λεία επιφάνεια, 3) επιφάνεια με τρισδιάστατες δομές, 4) πολυκρυσταλλική ή δομημένη επιφάνεια.

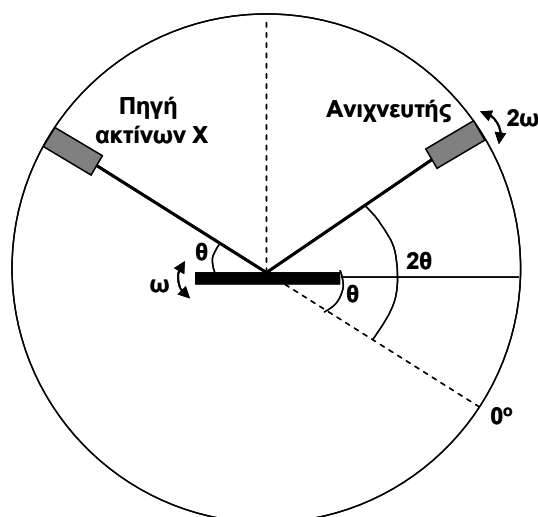
Παρατηρώντας τη μεταβολή της έντασης της δέσμης κατά τη διάρκεια της ανάπτυξης, μπορούμε να βγάλουμε άμεσα συμπεράσματα για τον τρόπο ανάπτυξης του εναποτιθέμενου υμενίου, όπως φαίνεται στο σχήμα 3.7.



Σχήμα 3.7: Μεταβολή της διερχόμενης δέσμης κατά την ανάπτυξη υμενίων.

3.2. Περίθλαση ακτίνων X (Γεωμετρία Bragg-Brentano).

Η περίθλαση ακτίνων-X (X-Ray Diffraction – XRD) είναι μία μέθοδος μελέτης της κρυσταλλικής δομής ενός υλικού. Συγκεκριμένα, επιτρέπει το χαρακτηρισμό υμενίων που αναπτύσσονται πάνω σε κρυσταλλικά υποστρώματα, παρέχοντας πληροφορίες για το αν το επίστρωμα είναι άμορφο, πολυκρυσταλλικό ή κρυσταλλικό. Στην τελευταία περίπτωση, δίνει με ακρίβεια τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό ανάπτυξης. Επίσης, η μέθοδος XRD διευκολύνει τον καθορισμό της στοιχειομετρίας σύνθετων υλικών και δίνει πληροφορίες σχετικά με τις ελαστικές τάσεις που ενδεχομένως αναπτύσσονται μεταξύ υποστρώματος και ανώτερου υμενίου. Η τυπική διάταξη ενός συστήματος XRD αποτελείται από μία πηγή ακτίνων X, η οποία παράγει παράλληλες δέσμες μονοχρωματικών ακτίνων X μήκους κύματος λ και έναν ανιχνευτή. Η δέσμη προσπίπτει στον κρύσταλλο υπό γωνία θ (σχ. 3.8).



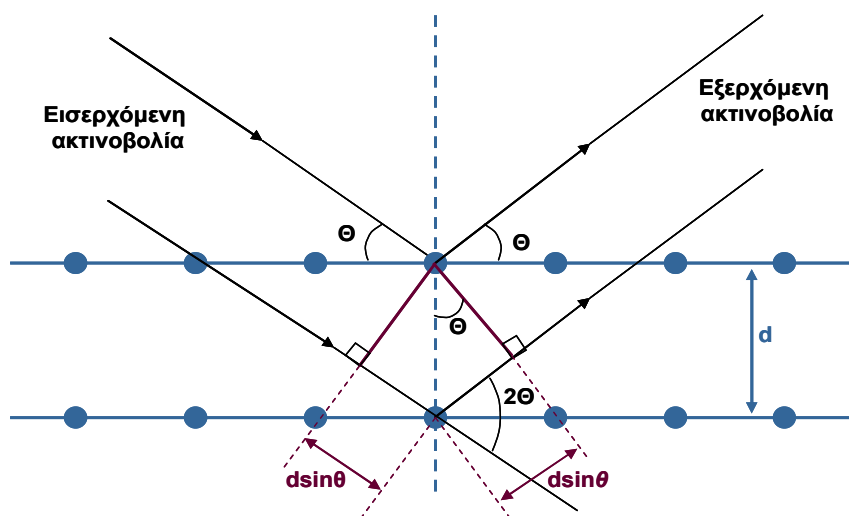
Σχήμα 3.8 Σύστημα Περίθλασης ακτίνων X

Ένα ποσοστό της προσπίπτουσας ακτινοβολίας αλληλεπιδρά με το πρώτο πλεγματικό επίπεδο και ανακλάται σε γωνία θ . Η ακτινοβολία που εισέρχεται μέσα στον κρύσταλλο υφίσταται ανάλογη ανάκλαση από τα επόμενα κρυσταλλικά επίπεδα του υλικού. Κάθε κρυσταλλικό επίπεδο ανακλά ποσοστό 10^{-3} έως 10^{-5} της προσπίπτουσας ακτινοβολίας. Όπως φαίνεται στο σχήμα 3.9 οι ανακλώμενες ακτίνες από δύο διαδοχικά κρυσταλλικά επίπεδα εμφανίζουν διαφορά στη διαδρομή που ακολουθούν, ίση με $2d\sin\theta$. Σύμφωνα με το νόμο του Bragg, προκύπτει ενισχυτική συμβολή της εξερχόμενης ακτινοβολίας από τα διαδοχικά επίπεδα όταν η διαφορά στη διαδρομή είναι μηδέν ή ίση με ακέραιο πολλαπλάσιο του μήκους κύματος λ :

$$2d \sin\theta = n\lambda \quad (\text{σχέση 3.1})$$

Από τη σχέση 3.1, προκύπτει ότι η ανάκλαση κατά Bragg συμβαίνει μόνο όταν:

$$\lambda \leq 2d \quad , \text{ δεδομένου ότι } |\sin \theta| \leq 1$$

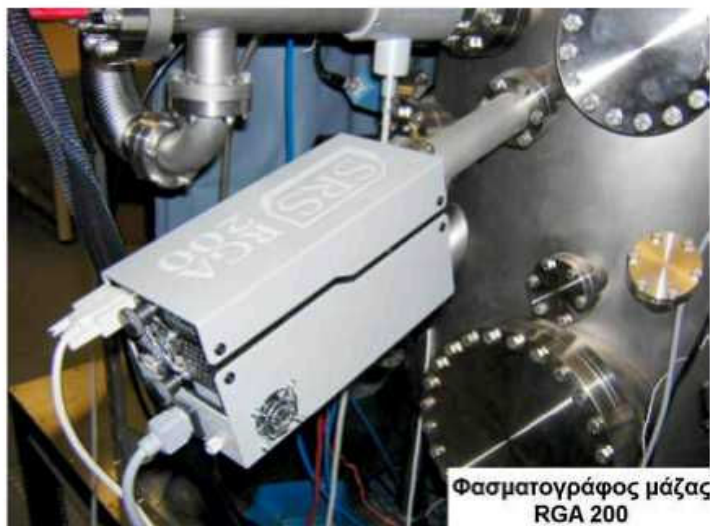


Σχήμα 3.9 Περίθλαση ακτίνων X από κρύσταλλο

Πρέπει να αναφερθεί ότι οι μετρήσεις περίθλασης σε γεωμετρία Bragg-Brentano, επιτρέπουν την παρατήρηση ανακλάσεων μόνο από τα επίπεδα που είναι παράλληλα με την επιφάνεια του υμενίου. Ως αποτέλεσμα, δίνουν πληροφορίες μόνο για τον τρόπο ανάπτυξης του υλικού αλλά όχι για την επιταξία του. Από τη διάταξη που περιγράφηκε προηγουμένως, (μήκος κύματος ακτινοβολίας X: $\lambda_{Cu}=1.54056\text{\AA}$), προκύπτουν φάσματα περίθλασης (θ - 2θ).

3.3. Φασματογράφος μάζας

Ο έλεγχος των μερικών πιέσεων των διαφόρων αερίων που βρίσκονται μέσα στο θάλαμο ανάπτυξης γίνεται μέσω του φασματογράφου μάζας RGA 200 που βρίσκεται τοποθετημένος στο πίσω μέρος του συστήματος (σχήμα 3.10). Ο συγκεκριμένος φασματογράφος μάζας έχει τη δυνατότητα ανίχνευσης μορίων ή ατόμων με ατομικό αριθμό από 1 έως 200. Το φάσμα που προκύπτει από την ανίχνευση των διαφόρων αερίων μέσα στο θάλαμο από το φασματογράφο λαμβάνεται στην οθόνη ενός υπολογιστή.



Σχήμα 3.10: Ο φασματογράφος μάζας RGA 200.

3.3.1. Φασματογράφοι μάζας και λειτουργία τους

Εάν σε κάποια διεργασία κενού είναι απαραίτητη λεπτομερέστερη πληροφορία από την χονδρική εκτίμηση της συνολικής πίεσης, τότε απαιτείται η ανίχνευση και ποσοτικοποίηση κάθε αερίου και ατμού που υπάρχει μέσα στο σύστημα. Όργανα που μπορούν να δώσουν τέτοια πληροφορία, ακόμη και σε ατμοσφαιρική πίεση, είναι οι φασματογράφοι μάζας (οι οποίοι συναντώνται και ως αναλυτές μερικής πίεσης (partial pressure analyzers), αναλυτές κενού (vacuum analyzers), αναλυτές εναπομενόντων αερίων (residual gas analyzers)).

Οι φασματογράφοι μάζας είναι σύνθετες μονάδες ή όργανα μέτρησης και συνήθως αποτελούνται από τέσσερα βασικά τμήματα, που φαίνονται Σε καθένα από αυτά τα τμήματα πραγματοποιείται κάποια συγκεκριμένη λειτουργία. Πιο αναλυτικά τα τέσσερα βασικά στάδια λειτουργίας ενός φασματογράφου μάζας είναι τα ακόλουθα :

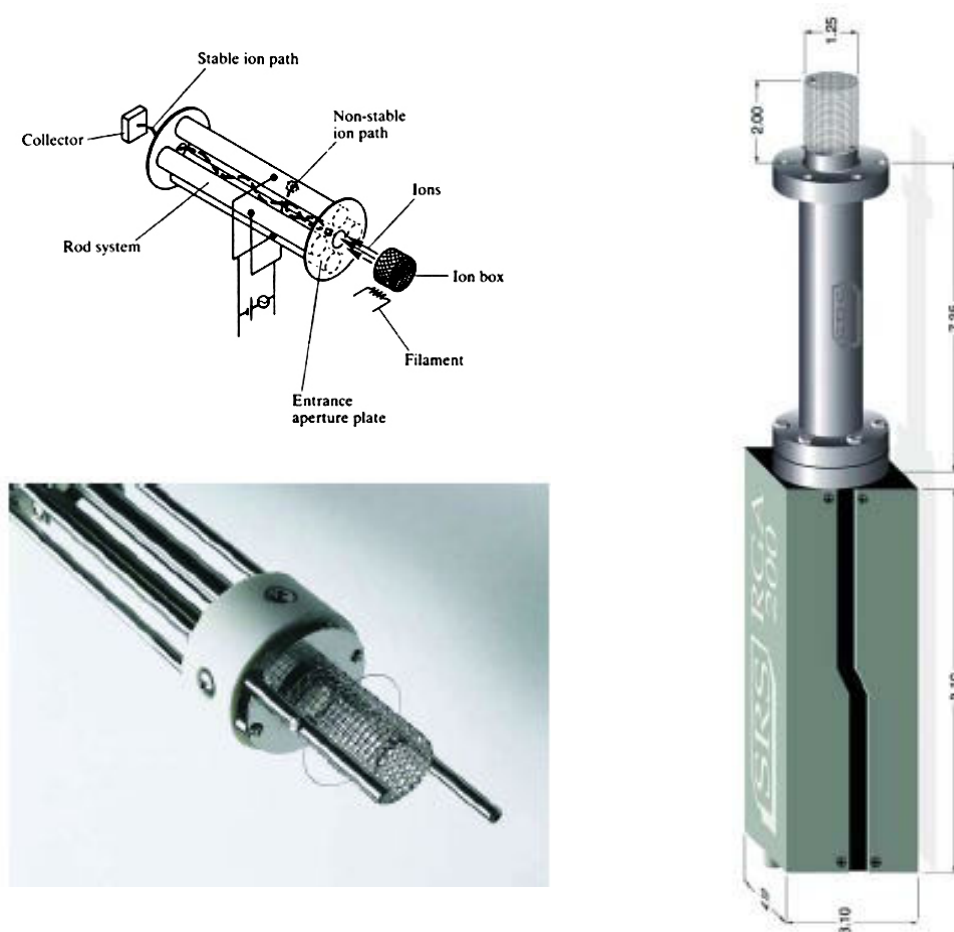
1. Ένα στάδιο ιονισμού, όπου παράγονται ιόντα (πηγή ιόντων)
2. Ένα στάδιο ανάλυσης μάζας, όπου τα ιόντα ξεχωρίζονται ανάλογα με τον λόγο της μάζας προς το φορτίο τους, έτσι ώστε ένας μόνο τύπος ιόντων να προχωρήσει προς τον ανιχνευτή ιόντων.
3. Ανιχνευτή ιόντων, όπου οι σχετικές ποσότητες των ιόντων συλλέγονται ως ρεύμα ιόντων (ion current).
4. Το τελικό στάδιο, όπου το ρεύμα των ιόντων ενισχύεται και εμφανίζεται για συγκεκριμένο ρεύμα εκπομπής.

Τα στάδια αυτά, όταν συνδυάζονται, δίνουν ένα όργανο που εμφανίζει ένα φάσμα των μαζών των μορίων που υπάρχουν μέσα στο θάλαμο κενού και μια μέτρηση της ποσότητας του καθενός μορίου - εξού και ο όρος φασματογράφος μάζας.

Οι δύο ευρύτερα διαδεδομένοι, τύποι φασματογράφων μάζας, είναι ο Φασματογράφος μάζας τύπου μαγνητικής εκτροπής και ο Φασματογράφος μάζας τύπου τετράπολου, οι οποίοι ουσιαστικά διαφέρουν στον τρόπο διαχωρισμού των ιόντων, ενώ και οι δύο χρησιμοποιούν ηλεκτρομαγνητικά πεδία για να αναγκάσουν τα ιόντα να ακολουθήσουν διαφορετικές τροχιές. Στον ένα τύπο χρησιμοποιείται μαγνητικό πεδίο, ενώ στον άλλο εναλλασσόμενο ηλεκτρικό πεδίο. Παρακάτω θα αναφερθούμε εκτενώς στον φασματογράφο τύπου τετράπολου, που χρησιμοποιείται ευρέως για ανάλυση αερίων σε συστήματα κενού.

3.3.2. Φασματογράφος μάζας τύπου τετράπολου (Quadrupole type)

Σε αυτόν τον τύπο φασματογράφου θετικά ιόντα που εκπέμπονται από μια πηγή ιόντων εστιάζονται σε δέσμη και εισέρχονται σε έναν αναλύτη μάζας τύπου τετράπολου (Σχήμα 3.11).



Σχήμα 3.11: Φασματογράφος μάζας τύπου τετράπολου.

Αυτός ο αναλύτης συνήθως συνίσταται σε μια τετραγωνική διάταξη ηλεκτροδίων αποτελούμενη από τέσσερις παράλληλες κυκλικές ράβδους, που δημιουργούν ένα πεδίο συγκεκριμένης ραδιοσυχνότητας λίγων MHz. Συχνά αυτές οι ράβδοι είναι τοποθετημένες σε κατάλληλα γειωμένους κεραμικούς δίσκους. Στη μορφή αυτή είναι πολύ εύκολο το ξεμοντάρισμα των ράβδων για τον καθαρισμό και την επανατοποθέτησή τους. Αντίθετες (απέναντι) ράβδοι συνδέονται ηλεκτρικά. Η εφαρμοζόμενη τάση αποτελείται από δύο συνιστώσες: μια σταθερή dc συνιστώσα και μια συνιστώσα ραδιοσυχνότητας (rf). Ως αποτέλεσμα του εναλλασσόμενου πεδίου που δημιουργείται, τα θετικά ιόντα που εισέρχονται στην περιοχή του τετράπολου υποχρεώνονται σε ταλάντωση. Για μια συγκεκριμένη συχνότητα μόνο ιόντα συγκεκριμένης μάζας θα υφίστανται σταθερή ταλάντωση και θα φθάνουν στο συλλέκτη, ενώ τα υπόλοιπα (μεγαλύτερης ή μικρότερης μάζας) θα συλλέγονται στις ράβδους. Με αυτό τον τρόπο επιτυγχάνεται ο διαχωρισμός των ιόντων.

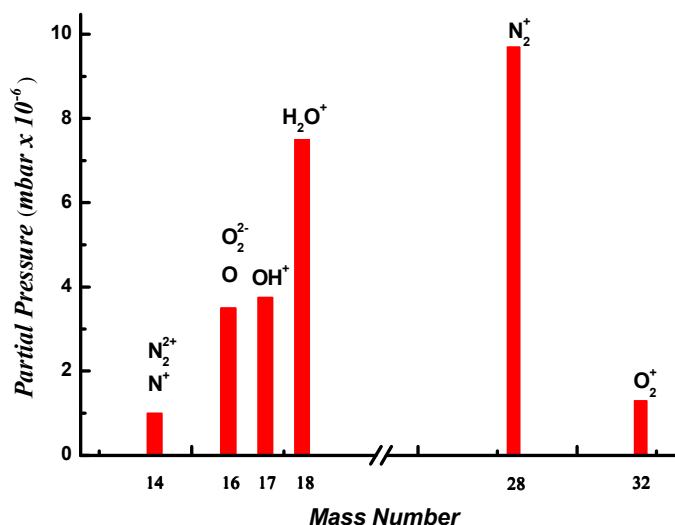
3.3.3. Ερμηνεία του φάσματος μαζών

Στους περισσότερους φασματογράφους μάζας οι μερικές πιέσεις των διαφορετικών αερίων εμφανίζονται σε μια μονάδα οθόνης σαν μια σειρά κορυφών.

Αφού οι φασματογράφοι μάζας διαχωρίζουν τα ιόντα ανάλογα με το λόγο μάζας/φορτίου, το φάσμα των μαζών που προκύπτει πρέπει να ταυτοποιηθεί ως προς τα αέρια είδη. Αμφιβολίες ή ασάφειες στην ερμηνεία των μετρήσεων μπορεί να δημιουργηθούν στην περίπτωση όπου διαφορετικά μόρια έχουν την ίδια μάζα ή τον ίδιο λόγο μάζας/φορτίου.

Αυτή η δυσκολία μπορεί να ξεπεραστεί λαμβάνοντας υπόψη τη διάσπαση και τον πολλαπλό ιονισμό των μορίων, διεργασίες που είναι καθορισμένες για διαφορετικά είδη. Η διάσπαση μπορεί να είναι χημική, κατά τη διάρκεια του ιονισμού, ή θερμική, από το νήμα πυράκτωσης. Η φόρτιση των ιόντων επίσης μπορεί να είναι πολλαπλή, ανάλογα με το εάν έχουν χάσει ένα, δύο ή τρία ηλεκτρόνια κατά τη διάρκεια του ιονισμού, οπότε λέμε ότι το ιόν είναι απλά, διπλά ή τριπλά ιονισμένο, αντίστοιχα.

Στο Σχήμα 3.12 φαίνεται ένα υποθετικό φάσμα μαζών, που εμφανίζεται στην οθόνη ενός φασματογράφου μάζας.



Σχήμα 3.12: Υποθετικό φάσμα μαζών.

Στο φάσμα αυτό στην κορυφή μάζας 28 αντιστοιχεί ένα απλά φορτισμένο ιόν αζώτου. Το μοριακό βάρος ενός ατόμου αζώτου είναι 14, αλλά στην ελεύθερη κατάσταση του το άζωτο είναι διατομικό και επομένως το μοριακό του βάρος είναι 28 (N₂⁺, όπου το “+” δηλώνει απλή φόρτιση). Η κορυφή 14 επομένως μπορεί να οφείλεται είτε σε διπλά φορτισμένα μόρια αζώτου (N₂²⁺) είτε σε απλά φορτισμένα άτομα αζώτου (N⁺). Ομοίως η κορυφή 32 οφείλεται σε απλά φορτισμένο διατομικό οξυγόνο (O₂⁺) και η κορυφή 16 είτε σε διπλά φορτισμένα μόρια οξυγόνου (O₂²⁺) είτε σε απλά φορτισμένα άτομα οξυγόνου (O⁺). Η κορυφή 18 δηλώνει παρουσία υδρατμών (H₂O⁺) και η 17 υδροξυλίων (OH⁺) εξαιτίας της διάσπασης του νερού από την πρόσκρουση ηλεκτρονίων.

3.4. Προσδιορισμός πάχους (*Thickness monitor*)

Το σύστημα MBE DCA 600 περιλαμβάνει έναν ελεγκτή της εναπόθεσης και δύο κεφαλές quartz για χρήση σε συνθήκες υπερυψηλού κενού (*rate monitors* - RM). Ο ένας κρύσταλλος (RM2) βρίσκεται κοντά στο υπόστρωμα όπως φαίνεται και στο σχήμα 2.2. Ο δεύτερος (RM1), βρίσκεται πολύ κοντά στο κανόνι ηλεκτρονίων και κάτω από το σκέπαστρο του κανονιού (σχήμα 2.1) ώστε να μπορεί να καταγραφεί ο ρυθμός εξάχνωσης χωρίς να χρειάζεται να ανοίξει το σκέπαστρο. Και οι δύο κεφαλές συνδέονται με κλειστό κύκλωμα παροχής νερού ώστε να μην επηρεάζεται η ένδειξή τους από τις μεταβολές της θερμοκρασίας που προκαλούν οι πηγές.

3.4.1. Αρχή λειτουργίας *Thicness monitor*

Εφαρμογή ενός ηλεκτρικού δυναμικού στον κρύσταλλο χαλαζία (Σχήμα 3.13) εισάγει μηχανική τάση στον κρύσταλλο. Εάν η πόλωση αυτού του δυναμικού αντιστραφεί, αντιστρέφεται και η φορά της παραγόμενης τάσης. Γρήγορη εναλλαγή της πολωσιμότητας του ηλεκτρικού δυναμικού οδηγεί σε ταλάντωση του κρυστάλλου.



Σχήμα 3.13: Κρύσταλλος χαλαζία και διατάξεις μέτρησης πάχους υμενίων.

Κάτω από κατάλληλες συνθήκες αυτή η ταλάντωση μπορεί να προκαλέσει τη δημιουργία ενός στάσιμου ακουστικού κύματος, μεταξύ των δύο επιφανειών του κρυστάλλου. Η συχνότητα του στάσιμου κύματος είναι ανάλογη του πάχους του κρυστάλλου χαλαζία. Εάν ένα υλικό εναποτεθεί ομοιόμορφα πάνω στην επιφάνεια του κρυστάλλου, το επιπλέον πάχος του υμενίου θα μειώσει την συχνότητα συντονισμού του ακουστικού κύματος. Αυτή η μετατόπιση της συχνότητας εξαιτίας της εναπόθεσης υμενίου στον κρύσταλλο μπορεί να συσχετιστεί με την απόλυτη μάζα του εναποτιθέμενου υμενίου μέσω της σχέσης του Sauerbrey:

$$Mass = \frac{\rho_q A_q N_q (F_q - F)}{F_q^2}$$

όπου ρ_q είναι η πυκνότητα του κρυστάλλου, A_q είναι η επιφάνεια συντονισμού, N_q είναι μια σταθερά συχνότητας για έναν AT-cut κρύσταλλο χαλαζία ($1.668 \times 10^5 \text{ Hz cm}$), F_q είναι η συχνότητα ταλάντωσης του κρυστάλλου πριν την εναπόθεση υμενίου και F η συχνότητα ταλάντωσης κατά τη διάρκεια της εναπόθεσης. Η εξίσωση ισχύει όταν η μεταβολή της συχνότητας δεν ξεπερνά το 2% της αρχικής συχνότητας.

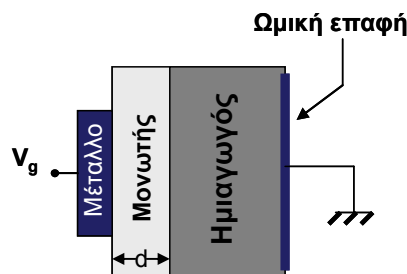
Συνοψίζοντας, το πάχος του εναποτιθέμενου υμενίου αλλάζει το μήκος κύματος που εμφανίζεται συντονισμός του στάσιμου ακουστικού κύματος. Στην ουσία, το εναποτιθέμενο υμένιο δρα με τρόπο σαν ο κρύσταλλος να αυξάνεται σε πάχος. Όσο παχύτερος είναι ο κρύσταλλος, τόσο μεγαλύτερη είναι η συχνότητα συντονισμού. Αυτό παρουσιάζεται ως μετατόπιση της συχνότητας κατά τη διάρκεια της εναπόθεσης. Η πυκνότητα του υμενίου αποτελεί μια παράμετρο εισόδου με σκοπό να αντισταθμιστεί η διαφορά της πυκνότητας μεταξύ του εναποτιθέμενου υμενίου και της πυκνότητας του κρυστάλλου χαλαζία που είναι 2.648 g/cc.

Κεφάλαιο 4. Θεωρία και Τεχνικές μελέτης ηλεκτρικών ιδιοτήτων υμενίων

4.1 Ιδανική δίοδος Μετάλλου-Μονωτή-Ημιαγωγού (MIS: Metal Insulator Semiconductor)

Στην παρούσα ενότητα, περιγράφονται οι βασικές αρχές λειτουργίας μιας δίοδου MIS. Λεπτομερής περιγραφή της δίοδου καθώς και ανάλυση των φαινομένων που επιδρούν στην ηλεκτρική της συμπεριφορά μπορεί να βρεθεί σε αρκετά συγγράμματα. Σε όλη την παράγραφο, θεωρείται ότι το υπόστρωμα είναι p-τύπου. Η συμπεριφορά για n-τύπου υποστρώματα είναι όμοια και προκύπτει αν αναστραφεί η εξωτερική πόλωση V_g .

Στο σχήμα 4.1 φαίνεται η δομή μετάλλου-μονωτή-ημιαγωγού (MIS), όπου d είναι το πάχος του μονωτή και V_g είναι η DC τάση που εφαρμόζεται στη μεταλλική επαφή (δυναμικό πύλης – gate voltage). Το δυναμικό πύλης θεωρείται, κατά σύμβαση, θετικό όταν η μεταλλική επαφή είναι θετικά πολωμένη σε σχέση με τον ημιαγωγό.



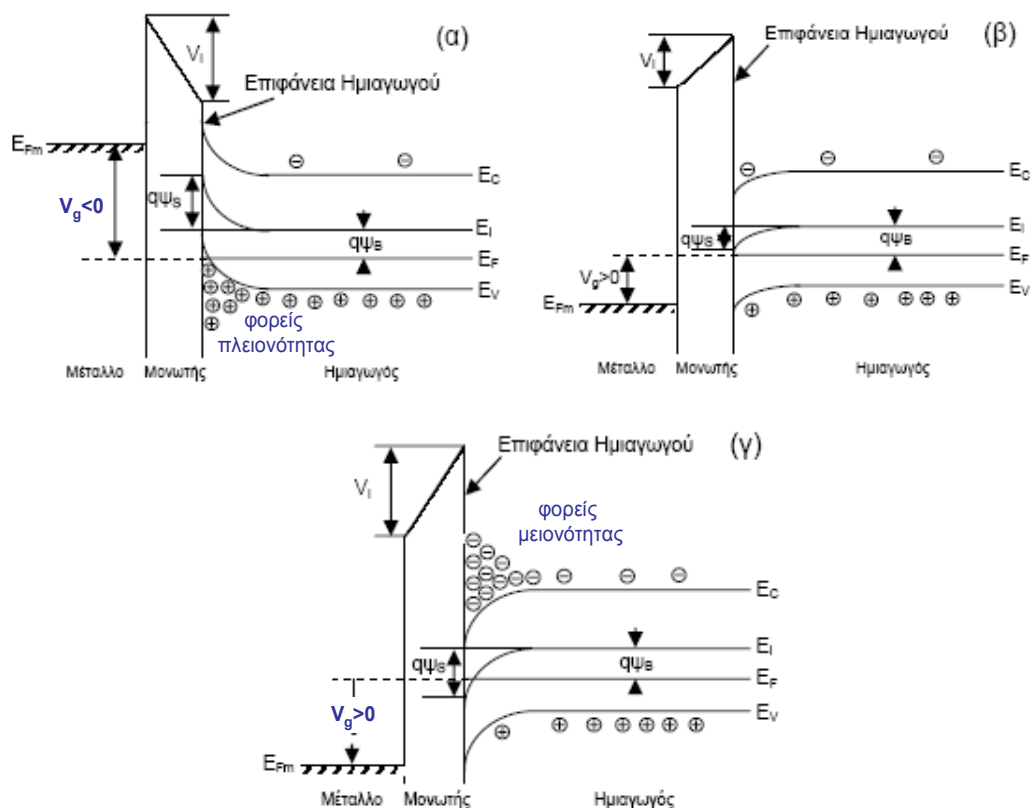
Σχήμα 4.1 Σχηματική διατομή δίοδου MIS

4.1.1 Εφαρμογή τάσης στη δίοδο MIS

Όταν σε έναν ιδανικό MIS πυκνωτή εφαρμόζεται τάση $V_g \neq 0$, τότε τρεις διαφορετικές καταστάσεις προκύπτουν στην επιφάνεια του ημιαγωγού, όπως φαίνεται στο σχήμα 4.2. Μέρος του εξωτερικά εφαρμοζόμενου δυναμικού V_g εμφανίζεται στο μονωτή (V_i), ενώ το υπόλοιπο προκαλεί την κάμψη των ενεργειακών ζωνών του ημιαγωγού κατά $q\psi_s$, δηλαδή:

$$V_g = V_i + \psi_s \quad (\text{σχέση 4.1})$$

- Όταν $V_g < 0$, οι ενεργειακές ζώνες του ημιαγωγού κάμπτονται προς τα πάνω κατά $q\psi_s$, με αποτέλεσμα η ζώνη σθένους να είναι πιο κοντά στην E_F . Επειδή η συγκέντρωση των φορέων στον ημιαγωγό εξαρτάται εκθετικά από τη διαφορά $E_F - E_i$, η κάμψη των ζωνών θα έχει ως αποτέλεσμα τη συσσώρευση οπών (φορείς πλειονότητας) κοντά στην επιφάνεια του ημιαγωγού. Πιο απλά, αρνητικές τιμές δυναμικού έλκουν τα θετικά φορτία του ημιαγωγού προς την επιφάνειά του. (κατάσταση συσσώρευσης - accumulation) [σχήμα 4.2 (α)].
- Για μικρές τιμές θετικού δυναμικού στο μέταλλο ($V_g > 0$), οι ζώνες κάμπτονται προς τα κάτω με αποτέλεσμα να εμφανίζονται οι φορείς μειονότητας (ηλεκτρόνια), ενώ οι φορείς πλειονότητας (οπές) να απομακρύνονται-απογυμνώνονται από την επιφάνεια. (κατάσταση απογύμνωσης - depletion) [σχήμα 4.2 (β)].
- Για υψηλότερες τιμές θετικού δυναμικού στο μέταλλο, η κάμψη των ζωνών προς τα κάτω είναι εντονότερη, με αποτέλεσμα η E_i να τέμνει την E_F . Σε αυτήν την περίπτωση, υπάρχει μια περιοχή κοντά στην επιφάνεια του ημιαγωγού, όπου η συγκέντρωση των φορέων μειονότητας (ηλεκτρόνια) είναι μεγαλύτερη από τη συγκέντρωση των φορέων πλειονότητας (οπές), σε αντίθεση με ό,τι συμβαίνει στον όγκο του. Συνεπώς, παρατηρείται αναστροφή της επιφάνειας (κατάσταση αναστροφής - inversion) [σχήμα 4.2 (γ)].



Σχήμα 4.2. Ενεργειακό διάγραμμα ενός ιδανικού πυκνωτή MIS με p-τύπου υπόστρωμα: (α) στη συσσώρευση ($V_g < 0$), (β) στην απογύμνωση ($V_g > 0$), και

(γ) στην αναστροφή ($V_g > 0$). Ψ_s είναι το δυναμικό της επιφάνειας.

Επειδή μια δίοδος MIS συμπεριφέρεται ως πυκνωτής, για να μετρηθεί η χωρητικότητά της απαιτείται εφαρμογή ενός εναλλασσόμενου σήματος συχνότητας f και μικρού πλάτους ΔV σε συνδυασμό με το DC δυναμικό V_g . Αυτό το AC σήμα οδηγεί σε μεταβολή της τιμής του φορτίου στη διάταξη, με αποτέλεσμα την εμφάνιση χωρητικότητας. Η συνολική χωρητικότητα C του συστήματος προκύπτει από το συνδυασμό σε σειρά της χωρητικότητας του μονωτή $C_i = k_i/d$ (k_i : διηλεκτρική σταθερά του μονωτή) και της χωρητικότητας που προκύπτει από τη μεταβολή του φορτίου του ημιαγωγού (C_D), δηλαδή :

$$\frac{1}{C} = \frac{1}{C_i} + \frac{1}{C_D} \quad \text{ή} \quad C = \frac{C_i \cdot C_D}{C_i + C_D} \quad (\text{σχέση 4.2})$$

Η χωρητικότητα C_D ($C_D \equiv \frac{\partial Q_s}{\partial \Psi_s}$), υπολογίζεται λύνοντας την εξίσωση του Poisson μέσα στον ημιαγωγό, ώστε να υπολογιστεί το φορτίο του ημιαγωγού Q_s συναρτήσει του Ψ_s . Η χωρητικότητα του μονωτή C_i παραμένει σταθερή για δεδομένο πάχος d , ανεξάρτητα από το δυναμικό V_g , και αντιστοιχεί στη μέγιστη τιμή της συνολικής χωρητικότητας.

4.2. Ισοδύναμο ηλεκτρικό πάχος (EOT: Equivalent Oxide Thickness)

Όπως αναφέρθηκε στην εισαγωγή, το ισοδύναμο ηλεκτρικό πάχος (Equivalent Oxide Thickness – EOT) αποτελεί μία από τις σημαντικότερες παραμέτρους για τη σύγκριση των εναλλακτικών διηλεκτρικών στην πύλη των τρανζίστορ σε σχέση με το έως τώρα χρησιμοποιούμενο SiO_2 . Συγκεκριμένα, ως EOT ορίζεται το πάχος του SiO_2 που θα έδινε ίσες τιμές χωρητικότητας C με το νέο διηλεκτρικό, δηλαδή θα οδηγούσε στις ίδιες επιδόσεις.

Η μέγιστη τιμή χωρητικότητας διόδου MIS, στην οποία το μονωτικό υλικό έχει πάχος d και διηλεκτρική σταθερά k_i , υπολογίζεται από την απλή σχέση:

$$C = k_i \varepsilon_o \frac{A}{d} \quad (\text{σχέση 4.3})$$

όπου ε_o είναι διηλεκτρική σταθερά του κενού (8.85×10^{-14} F/cm) και A είναι το εμβαδόν των οπλισμών του πυκνωτή. Αν ληφθεί υπόψη ο ορισμός του EOT, προκύπτει για τη χωρητικότητα ότι:

$$C = k_{\text{SiO}_2} \varepsilon_o \frac{A}{d_{\text{SiO}_2}} = k_{\text{SiO}_2} \varepsilon_o \frac{A}{\text{EOT}} \quad (\text{σχέση 4.4})$$

όπου k_{SiO_2} είναι η διηλεκτρική σταθερά του SiO_2 ($k_{SiO_2} = 2.9 < k_i$). Συνδυάζοντας τις δύο παραπάνω σχέσεις, προκύπτει η εξίσωση υπολογισμού του EOT:

$$EOT = \frac{k_{SiO_2}}{k_i} d \quad (\text{σχέση 4.5})$$

Συμπεραίνεται ότι, η απόκτηση μικρών τιμών EOT που απαιτείται, είναι δυνατή με τη χρήση υλικών υψηλής διηλεκτρικής σταθεράς k_i (high-k dielectrics), ακόμα και στην περίπτωση που το πάχος του νέου διηλεκτρικού είναι αρκετά μεγάλο ώστε να αποφευχθούν φαινόμενα διαρροής ρεύματος.

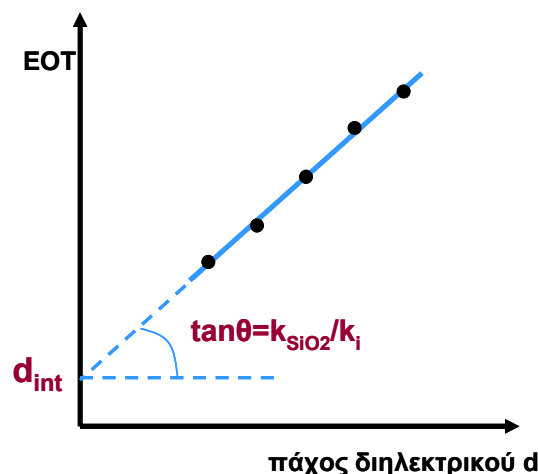
Ένα από τα βασικότερα προβλήματα που παρουσιάζονται στην προσπάθεια κατασκευής διόδων MIS με νέα διηλεκτρικά στην πύλη, είναι η εμφάνιση ενός άμορφου στρώματος στη διεπιφάνεια μονωτή-ημιαγωγού, με διηλεκτρική σταθερά πολύ χαμηλότερη από εκείνη του εναλλακτικού διηλεκτρικού. Ειδικότερα, το διεπιφανειακό αυτό στρώμα συνεπάγεται την εισαγωγή μίας επιπλέον χωρητικότητας C_{int} σε σειρά με τη χωρητικότητα C_i . Ως αποτέλεσμα, η συνολική χωρητικότητα της διάταξης μειώνεται, όπως φαίνεται στην παρακάτω σχέση:

$$\frac{1}{C} = \frac{1}{C_i} + \frac{1}{C_{int}} \quad (\text{σχέση 4.6})$$

Εκφράζοντας τις χωρητικότητες C , C_i , C_{int} σύμφωνα με τη σχέση 4.5 και λαμβάνοντας υπόψη την εξίσωση ορισμού του EOT, προκύπτει ότι:

$$EOT = d_{int} + \frac{k_{SiO_2}}{k_i} d \quad (\text{σχέση 4.7})$$

όπου η παράμετρος d_{int} αντιστοιχεί στο ισοδύναμο ηλεκτρικό πάχος του διεπιφανειακού στρώματος. Αξίζει να τονιστεί ότι, στην περίπτωση του SiO_2 , το d_{int} αντιστοιχεί στο πραγματικό πάχος του στρώματος, ενώ στην περίπτωση χρήσης εναλλακτικού οξειδίου λειτουργεί ως φυσικός περιορισμός στη μείωση του EOT, καθότι ισχύει πάντα η σχέση: $EOT > d_{int}$. Ωστόσο, οι καλπάζουσες απαιτήσεις της τεχνολογίας, επιβάλλουν την ανάπτυξη δομών χωρίς ενδιάμεσο διεπιφανειακό στρώμα, καθιστώντας τη μέθοδο επιταξιακής ανάπτυξης υλικών ως πιθανή λύση.

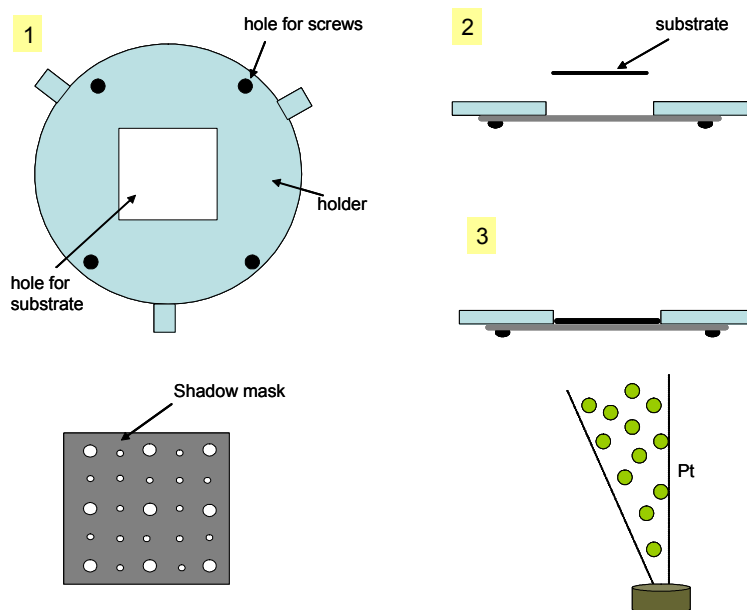


Σχήμα 4.3. Μέθοδος υπολογισμού της διηλεκτρικής σταθεράς του μονωτή k_i και του πάχους της διεπιφάνειας d_{int} .

Για τον πειραματικό υπολογισμό του k_i καθώς και του d_{int} , χρησιμοποιείται η γραμμική εξάρτηση ανάμεσα στο EOT και στο πάχος του διηλεκτρικού d , που φανερώνει η σχέση 4.7. Συγκεκριμένα, στο σχήμα 4.3, παριστάνονται γραφικά οι τιμές EOT δομών διαφορετικού πάχους d , σε συνάρτηση με το πάχος d . Προσομοιώνοντας τα πειραματικά σημεία με κατάλληλη ευθεία, και βάση της σχέσης 1.15, υπολογίζεται ότι η τομή της γραφικής παράστασης με τον κατακόρυφο άξονα του γραφήματος αντιστοιχεί στην τιμή του d_{int} , ενώ η κλίση της ευθείας οδηγεί στον προσδιορισμό της διηλεκτρικής σταθεράς k_i .

4.3. Επιμετάλλωση υμενίου

Για να μπορέσουμε να κάνουμε ηλεκτρικές μετρήσεις πρέπει πάνω στην επιφάνεια του υμενίου να αναπτύξουμε μεταλλικές επαφές υπό μορφή στρογγυλών κηλίδων. Για το σκοπό αυτό τοποθετούμε ένα κομμάτι του δείγματος σε ειδικό υποδοχέα-μάσκα και το εισάγουμε ξανά στο θάλαμο ανάπτυξης και εναποθέτουμε σε αυτό, 300Å Pt με EBE με ρυθμό ανάπτυξης 0.4Å/s. Η μάσκα που χρησιμοποιούμε καθώς και ο τρόπος με τον οποίο γίνεται η επιμετάλλωση φαίνονται στο σχήμα 4.4



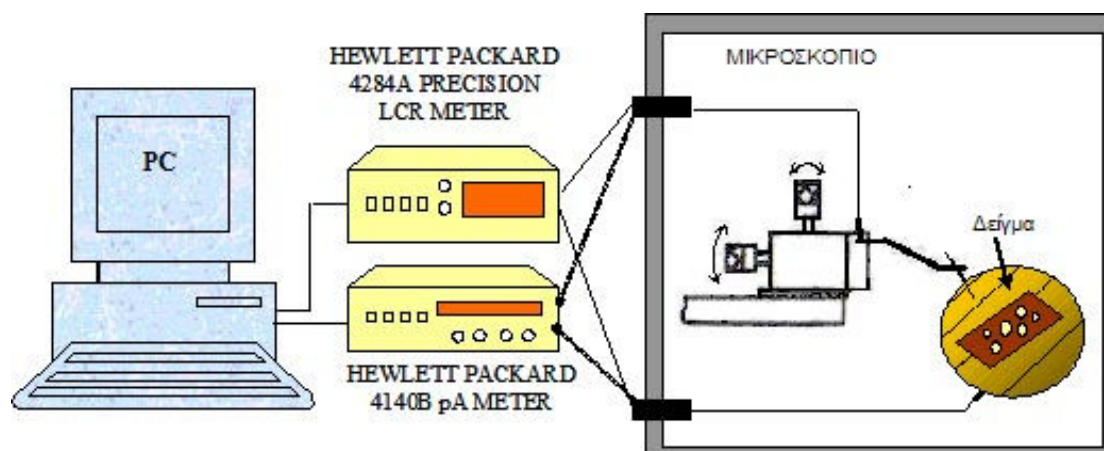
Σχήμα 4.4 Μάσκα και υποδοχέας επιμετάλλωσης και διαδικασία εξάχνωσης.

4.4 Μελέτη ηλεκτρικών ιδιοτήτων υμενίου

Το επιμεταλλωμένο δείγμα χρησιμεύει για τη μελέτη των ηλεκτρικών ιδιοτήτων του high-k υμενίου, που θα γίνει με τον εξοπλισμό για ηλεκτρικές μετρήσεις του εργαστηρίου.

Οι ηλεκτρικές μετρήσεις θα πραγματοποιηθούν απουσία φωτός, σε μια προστατευμένη μετρητική διάταξη (probe station, σχήμα 4.5). Η μετρητική διάταξη αποτελείται από μία μεταλλική ακίδα (το πάχος της οποίας είναι πολύ μικρότερο από την ακτίνα της κυκλικής επιφάνειας των δομών που εξετάζουμε), η οποία στηρίζεται σε έναν βραχίονα. Η ακίδα

αποτελεί το ένα άκρο του κυκλώματος μέτρησης, το οποίο «κλείνει», όταν αυτή ακουμπήσει πάνω στη μεταλλική επιφάνεια του προς εξέταση δείγματος. Το άλλο άκρο του κυκλώματος είναι συνδεδεμένο με μία βάση, πάνω στην οποία τοποθετούμε το δείγμα (δειγματοφορέας). Η βάση αυτή είναι επιχρυσωμένη, έτσι ώστε να γίνεται καλύτερη επαφή με την επιμεταλλωμένη πλευρά του υποστρώματος. Ο βραχίονας, στον οποίο στηρίζεται η ακίδα, είναι τοποθετημένος σε ειδική βάση με μοχλούς ρύθμισης, μέσω των οποίων μπορούμε να περιστρέφουμε τον βραχίονα (και κατά επέκταση την ακίδα) προς τα δεξιά ή προς τα αριστερά και να τον μετακινούμε προς τα πάνω ή προς τα κάτω. Οι ρυθμίσεις αυτές έχουν μικρομετρική ευαισθησία, ενώ ένα ελατήριο που είναι τοποθετημένο μεταξύ βραχίονα και βάσης δεν επιτρέπει στην ακίδα να «ακουμπήσει» με δύναμη πάνω στην επιφάνεια του δείγματος. Η όλη διάταξη είναι τοποθετημένη μέσα σε μεταλλικό κουτί. Το κουτί αυτό στην ουσία αποτελεί ένα κλωβό Faraday. Με τον τρόπο αυτό αποφεύγουμε φαινόμενα ύπαρξης ρεύματος εξαιτίας φωτός (π.χ. φωτοηλεκτρικό φαινόμενο) ή άλλων ακτινοβολιών, τα οποία μπορεί να οδηγήσουν σε εσφαλμένα αποτελέσματα στις μετρήσεις μας.



Σχήμα 4.5 Σχηματική απεικόνιση της διάταξης που χρησιμοποιήθηκε για τη μελέτη της ηλεκτρικής συμπεριφοράς δομών MIS.

Επίσης, μέσα στον κλωβό, έχει τοποθετηθεί ένα οπτικό μικροσκόπιο, το οποίο μας διευκολύνει στο να διακρίνουμε σε ποια σημεία πάνω στο δείγμα υπάρχουν οι μεταλλικές επιφάνειες που έχουν σχηματιστεί μέσω της μάσκας. Με αυτόν τον τρόπο μπορούμε να κατευθύνουμε με ακρίβεια την ακίδα μέτρησης πάνω σε μια δομή MIS και όχι σε κάποιο σημείο του δείγματος που δεν έχει επιμεταλλωθεί και υπάρχει μόνο το διηλεκτρικό στρώμα. Σε αυτό το σημείο πρέπει να επισημάνουμε ότι το κάθε δείγμα που τοποθετούμε στο δειγματοφορέα αποτελείται από αρκετές δομές MIS, οι οποίες (εξαιτίας της μάσκας) έχουν διαφορετικές κυκλικές επιφάνειες (πίνακας 4.1).

Πίνακας 4.1

Διάμετρος κυκλικού ανοίγματος της μάσκας (μm)	Εμβαδόν επιφάνειας δομής MIS ($\times 10^{-4} \text{ cm}^2$)
300	7.065
500	19.635
800	50.265
1000	78.540

Στη μια πλευρά του κλωβού υπάρχουν δύο ανοίγματα, από όπου περνάνε δύο ομοαξονικά (coaxial) καλώδια, τα οποία ενώνουν την ακίδα και το δειγματοφορέα με τις ηλεκτρονικές συσκευές μέτρησης. Οι συσκευές μέτρησης είναι ο μετρητής HEWLETT PACKARD 4284A PRECISION LCR METER (20Hz-1MHz), μέσω του οποίου μετράμε τη χωρητικότητα, την αγωγιμότητα και τη διαφορά φάσης ρεύματος-τάσης συναρτήσει του εφαρμοζόμενου δυναμικού και για συχνότητες από 20 Hz έως 1 MHz του υπερτιθέμενου εναλλασσόμενου σήματος και ο μετρητής HP 4148B pA METER/DC VOLTAGE SOURCE, μέσω του οποίου μετράμε το ρεύμα διαρροής. Οι μετρητές συνδέονται με έναν ηλεκτρονικό υπολογιστή μέσω μιας κάρτας προέκτασης IEEE 488 GPIB. Οι χαρακτηριστικές καμπύλες C-V, G-V και I-V της μετρούμενης διόδου, εξάγονται με τη βοήθεια software που συνοδεύει τους παραπάνω μετρητές, προγραμματισμένο σε Labview.

Σε όλες τις μετρήσεις και για όλες τις συχνότητες, ακολουθούμε την εξής διαδικασία: Στις μετρήσεις της χωρητικότητας και της αγωγιμότητας, ξεκινάμε πάντα από την περιοχή της αναστροφής (εφαρμογή θετικού δυναμικού για p-τύπου υπόστρωμα ή αρνητικού για n-τύπου) προς την περιοχή της συσσώρευσης (αρνητικό δυναμικό για p-τύπου ημιαγωγό, θετικό για n-τύπου). Με αυτό τον τρόπο αποφεύγεται η φόρτιση του διηλεκτρικού. Για τη διαπίστωση φαινομένων υστέρησης, στη συνέχεια ακολουθεί η μέτρηση από τη συσσώρευση προς την αναστροφή, με μηδενική καθυστέρηση. Ο ρυθμός αύξησης του εφαρμοζόμενου δυναμικού είναι 0.05 V/sec, ενώ η χρονική καθυστέρηση μεταξύ των βημάτων του δυναμικού ήταν σχετικά αργή, ώστε να αποφευχθούν φαινόμενα βαθιάς απογύμνωσης (deep depletion). Προκειμένου να έχουμε μια γενική εικόνα για τη συμπεριφορά του εξεταζόμενου δείγματος, στις περισσότερες περιπτώσεις, οι μετρήσεις γίνονται για συχνότητες των 1 MHz, 100 KHz, 10 KHz, 1 KHz, 100 Hz και 20 Hz. Η καθυστέρηση εναλλαγής μεταξύ των συχνοτήτων ήταν 10 sec. Με αυτό τον τρόπο βγαίνουν συμπεράσματα για τη συμπεριφορά της διόδου και στις χαμηλές αλλά και στις υψηλές συχνότητες του εφαρμοζόμενου AC σήματος. Το πλάτος του εναλλασσόμενου σήματος ήταν 50 mV.

Οι μετρήσεις για την εξαγωγή των χαρακτηριστικών ρεύματος-τάσης (I-V), γίνονται ξεκινώντας πάντα από τιμή δυναμικού ίση με 0 V, και για την ορθή και για την αναστροφή πόλωση. Ο ρυθμός αύξησης του δυναμικού ήταν 0.05 V/sec. Επίσης, θέταμε ένα όριο στο ρεύμα, ίσο με 1mA, για την προφύλαξη της διόδου, αφού στις διαστάσεις που δουλεύουμε, η ροή ρεύματος μεγαλύτερου του 1mA μπορεί να είναι καταστροφική για το δείγμα μας.

Από τις χαρακτηριστικές καμπύλες των μετρήσεων, θα υπολογιστούν και θα βγουν συμπεράσματα για διάφορα μεγέθη, όπως: η χωρητικότητα του διηλεκτρικού, η διηλεκτρική του σταθερά, το ισοδύναμο ηλεκτρικό πάχος (EOT), το πάχος του ενδιάμεσου στρώματος (αν αυτό υπάρχει) μεταξύ ημιαγωγού και διηλεκτρικού, η μετατόπιση της τάσης των επίπεδων ζωνών (flat-band voltage), η διαφορά των έργων εξόδου ημιαγωγού και μετάλλου πύλης, η ύπαρξη ή όχι φορτίων και παγίδων και την πυκνότητά τους, η σειριακή αντίσταση, το ρεύμα διαρροής κ.τ.λ.

Κεφάλαιο 5. Πειράματα

5.1 Πείραμα 1^ο: Ανάπτυξη ZrO_2/La_2O_3 επάνω σε υπόστρωμα n-Ge

Στο πείραμα αυτό θα γίνει ανάπτυξη υμενίου ZrO_2 / La_2O_3 πάνω σε υμένιο GeO_2 . Για το σκοπό αυτό θα χρησιμοποιηθούν υποστρώματα n-Ge. Οι διαδικασίες και τα βήματα που ακολουθούνται κατά την ανάπτυξη είναι τα εξής:

5.1.1. Εισαγωγή δείγματος στο θάλαμο

1. Επιλέγουμε το κατάλληλο υπόστρωμα Ge (με καθορισμένο τύπο φορέων και αγωγιμότητα). Με τη βοήθεια του διαμαντοκόπτη κόβουμε το υπόστρωμα στις διαστάσεις του δειγματοφορέα. Προσοχή πρέπει να δοθεί κατά το κόψιμο ώστε η γραμμή κοπής να είναι παράλληλη ή κάθετη στη διεύθυνση ανάπτυξης του υποστρώματος.
2. Τοποθετούμε το δειγματοφορέα με το δείγμα στον υποδοχέα που υπάρχει στον προθάλαμο. Ανοίγουμε την μηχανική αντλία και την περιστροφική και περιμένουμε μέχρι το κενό του προθαλάμου να πέσει στα 3×10^{-4} Torr. Η καταγραφή της πίεσης γίνεται στην οθόνη του ηλεκτή πίεσεων στον πίνακα ελέγχου.
3. Όταν η πίεση φτάσει στην επιθυμητή τιμή ανοίγουμε την Gate valve, εισάγουμε το δείγμα στον κυρίως θάλαμο και με τους κατάλληλους χειρισμούς τοποθετούμε τον δειγματοφορέα στον υποδοχέα υποστρωμάτων, που βρίσκεται στο κέντρο του κυρίως θαλάμου.

5.1.2. Διαδικασία καθαρισμού υποστρώματος

1. Τοποθετούμε το υπόστρωμα στα 51 cm για να μπορέσουμε να παρακολουθήσουμε τις αλλαγές στην επιφάνειά του μέσω RHEED.
2. Ανοίγουμε το πρόγραμμα RHEEDview, ώστε να έχουμε την εικόνα του RHEED στον υπολογιστή μας.
3. Ανοίγουμε την πηγή ρεύματος του υποστρώματος και μέσα από το πρόγραμμα ελέγχου δίνουμε εντολή στο υπόστρωμα να αυξήσει τη θερμοκρασία του στους $360^\circ C$ για 15 min (προσοχή πρέπει να δοθεί εδώ στο γεγονός ότι η πραγματική θερμοκρασία διαφέρει από τη θερμοκρασία που αναγράφεται στο eurotherm. Ο πίνακας μετατροπής υπάρχει στο πλάι του πίνακα ελέγχου).
4. Διατηρούμε το υπόστρωμα σε αυτή τη θερμοκρασία για 15 λεπτά, ώστε να καθαρίσει η επιφάνειά του. Η παρατήρηση της διεργασίας καθαρισμού γίνεται με τη χρήση της RHEED. Η ανάπτυξη του υποστρώματος έχει ως συνέπεια τη σταδιακή εμφάνιση επιπλέον κροσσών περίθλασης στο φάσμα RHEED εξαιτίας του καθαρισμού της επιφάνειά του οξειδίου..
5. Αφού ολοκληρωθεί ο καθαρισμός της επιφάνειας, τραβάμε φωτογραφία της εικόνας RHEED και κατεβάζουμε τη θερμοκρασία του καθαρού πλέον υποστρώματος στην επιθυμητή θερμοκρασία ανάπτυξης. (RT ή $400^\circ C$)

5.1.3. Ανάπτυξη La_2O_3 και ZrO_2

Για να ξεκινήσουμε την ανάπτυξη του υμενίου αρχικά επιλέγουμε το υλικό το οποίο θα εναποθέσουμε. Υπολογίζουμε με βάση το ρυθμό που θέλουμε να γίνει η ανάπτυξη του Ge, το ρυθμό με τον οποίο πρέπει να εξαχνώσουμε το υλικό που βρίσκεται στο κανόνι

Στη συνέχεια ξεκινάμε τη διαδικασία εναπόθεσης, η οποία ακολουθεί τα παρακάτω βήματα:

A) Ανάπτυξη La_2O_3

1. Ανεβάζουμε το effusion cell που περιέχει το La_2O_3 στην κατάλληλη θερμοκρασία για την εξάχνωση του υλικού με το ρυθμό που θέλουμε.
2. Ανεβάζουμε την θερμοκρασία του υποστρώματος.
3. Αφού το υπόστρωμα φτάσει στη θερμοκρασία ανάπτυξης ανοίγουμε το σκέπαστρο του cell για όσο χρόνο είναι απαραίτητος για την ανάπτυξη του πάχους του υμενίου που επιθυμούμε.
4. Ανοίγουμε το σκέπαστρο της πηγής ιόντων και του κανονιού και ξεκινάμε τη διαδικασία της ανάπτυξης παρακολουθώντας το πάχος του υμενίου μέσω του RM2.
5. Μετά το τέλος της ανάπτυξης κατεβάζουμε τη θερμοκρασία του cell.

B) Ανάπτυξη ZrO_2

1. Φέρνουμε τον άξονα του κανονιού ηλεκτρονίων στην κατάλληλη θέση ώστε η δέσμη των ηλεκτρονίων να κατευθύνεται στο σωστό υλικό (Zr)
2. Αφού το υπόστρωμα φτάσει στη θερμοκρασία ανάπτυξης εφαρμόζουμε τάση στο κανόνι ηλεκτρονίων και οδηγούμε τη δέσμη στο προς εξάχνωση υλικό και ελέγχουμε το ρυθμό εξάχνωσης, με τη βοήθεια του κρυστάλλου του RM1.
3. Ρυθμίζουμε την ένταση της δέσμης ώστε στον RM1 να παίρνουμε τον επιθυμητό ρυθμό.
4. Βάζουμε ροή ατόμων O που προέρχονται από την RF πηγή πλάσματος. Με το φασματογράφο μάζας ελέγχουμε την πίεση του O_2 στο θάλαμο για να την προσαρμόσουμε στα επιθυμητά επίπεδα. Με τον τρόπο αυτό καταστρέφουμε το επιφανειακό οξείδιο λόγω της έκθεσης του υποστρώματος στον αέρα και ταυτόχρονα διατηρούμε την στοιχειομετρία του πολυστρωματικού οξειδίου σταθερή.
Η χρήση της πηγής απαιτεί ιδιαίτερη προσοχή και συγκεκριμένα βήματα μέχρι να ανάψει το πλάσμα τα οποία είναι:
 - a. Καθαρίζουμε τους σωλήνες των αερίων με χρήση της μηχανικής αντλίας του προθαλάμου
 - b. Εισάγουμε αέριο στη γραμμή της πηγής.
 - c. Ανοίγουμε τη γεννήτρια της πηγής και δίνουμε ισχύ 120W, διατηρώντας χαμηλή την επιστρεφόμενη ισχύ.
 - d. Εισάγουμε, μέσω της βαλβίδας διαρροής αέριο μέσα στο θάλαμο και αναμένουμε να ανάψει το πλάσμα (παρατηρούμε την ένδειξη στο optical monitor, όταν ανάψει το πλάσμα παίρνει την τιμή 15).
5. Ανεβάζουμε την ισχύ της γεννήτριας στα 350W προσπαθώντας να διατηρήσουμε την ανακλώμενη ισχύ σε σχεδόν μηδενικά επίπεδα.
6. Στη συνέχεια ανοίγουμε το σκέπαστρο της πηγής ιόντων και του κανονιού και ξεκινάμε τη διαδικασία της ανάπτυξης παρακολουθώντας το πάχος του υμενίου μέσω του RM2.
7. Στο τέλος της εναπόθεσης κλείνουμε τα σκέπαστρα και δίνουμε εντολή μέσω του υπολογιστή να κατέβει η θερμοκρασία στο υπόστρωμα, στη θερμοκρασία περιβάλλοντος, για να βγάλουμε το δείγμα από το θάλαμο.

Στη θερμοκρασία ανάπτυξης εναποθέτουμε ZrO_2 με EBE με χαμηλό ρυθμό.

5.2 Εργαστηριακή αναφορά

Στην εργαστηριακή θα περιλαμβάνονται τα εξής:

- A) Πλήρης περιγραφή του πειράματος,
- B) Παρουσίαση εικόνων RHEED από τον καθαρισμό του δείγματος,
- Γ) Φάσματα μαζών και εντοπισμός αερίων στο θάλαμο και αιτιολόγηση,
- Δ) Υπολογισμός του συνολικού πάχους του υμενίου μέσω των μετρήσεων ακτίνων X
- E) Υπολογισμός του EOT από τις ηλεκτρικές μετρήσεις.

Η εργαστηριακή αναφορά θα πρέπει να αποσταλεί με e-mail (ypanayiotatos@ims.demokritos.gr) εντός 15 ημερών από την ημερομηνία διεξαγωγής του εργαστηρίου (20/6/2008).

Αναφορές

Αναφορές 1^ο κεφαλαίου

1. M. Ohring, "The Materials Science of thin Films", Academic Press, New York (1992).
2. D.A. Glocker, S.I. Shah, "Handbook of Thin Film Process Technology", Institute of Physics, Wilmington, Delaware (1995).
3. L.I. Maissel, R. Glang, "Handbook of Thin Film Technology", McGraw-Hill, New York (1970).
4. Σ. Λογοθετίδης, "Τεχνολογία κενού και λεπτών υμενίων", Θεσσαλονίκη (1999).

Αναφορές 2^ο κεφαλαίου

1. Γ. Βελιαννίτης, Διαδακτορική διατριβή, Αθήνα (2004)
2. M. Ohring, "The Materials Science of thin Films", Academic Press, (1992).
3. J.L. Vossen, W. Kern, "Thin Film Processes", Academic Press, New York (1978).
5. Σ. Λογοθετίδης, "Τεχνολογία κενού και λεπτών υμενίων", Θεσσαλονίκη (1999).
4. R.A. Levy, "Microelectronic Materials and Processes", Kluwer, Dordrecht (1989).

Αναφορές 3^ο κεφαλαίου

1. D. M. Hoffman, B. Singh, J. H. Thomas 1998 Handbook of Vacuum Science and Technology (Academic Press)
2. J. C. Vickerman 1997 Surface Analysis: "The principal techniques" (John Wiley & Sons, Inc.)
3. G. Sauerbrey, Z. Phys. 155 (1959) 206.

Αναφορές 4^ο κεφαλαίου

1. T. P. Russell, Physica B, 221, **267** (1996).
2. Γ. Μαύρου, Διαδακτορική διατριβή, Αθήνα (2006)
3. Α. Αλεξανδρής Διπλωματική εργασία μεταπτυχιακού ΕΜΠ, Αθήνα (2005)
4. K. Prabhakarana, T. Ogino, R. Hull, J.C. Bean, L.J. Peticolas, Surface Science 316 (1994) L1031-L1033
5. H. Okumura, T. Akane, S. Matsumoto, Applied Surface Science 125 (1998) 125-128