

Одеський національний університет імені І. І. Мечникова

(повне найменування вищого навчального закладу)

Факультет математики, фізики та інформаційних технологій

(повне найменування факультету)

Кафедра експериментальної фізики

(повна назва кафедри)

Д и п л о м н а р о б о т а

бакалавра

(ступінь вищої освіти)

на тему: **«Вплив довготривалої сульфідної обробки
на характеристики поверхні n -GaAs»**

**«Effect of long sulphide treatment on the
surface characteristics of n -GaAs»**

Виконав: студент денної форми навчання
спеціальність: 105- Прикладна фізика та наноматеріали
Сапожніков Володимир Валерійович

Керівник к.ф.-м.н., доц. Маслєєва Н.В. _____

Рецензент к.ф.-м.н., доц. Горбачов В.Е. _____

Рекомендовано до захисту:

Протокол засідання кафедри

№ __ від __.__. 2022 р.

Захищено на засіданні ЕК № __

протокол № __ від __.__.2022 р.

Оцінка _____ / _____ / _____
(за національною шкалою, шкалою ECTS, бали)

Завідувач кафедри

Голова ЕК

Сминтина В.А.

(підпис)

(підпис)

Ваксман Ю.Ф.

Одеса – 2022

ЗМІСТ

Вступ.....	2
1. Дослідження морфології поверхні за допомогою зондової спектроскопії.....	3
1.1. Фізичні принципи досліджень поверхні за допомогою скануючої зондової мікроскопії.....	3
1.2. Специфіка атомно-силової мікроскопії.....	7
1.3. Основні параметри мікроструктури поверхні.....	11
1.4. Характеристики шорсткості поверхні.....	14
1.5. Основні програми для аналізу СЗМ-зображення та їх особливості	17
2. Дослідження морфології поверхні <i>n-GaAs</i> до та після довготривалої сульфідної обробки.....	21
2.1. Структура досліджених зразків арсеніду галію та методика проведення довготривалої сульфідної обробки поверхні.....	21
2.2. Методика проведення досліджень морфології поверхні при використанні атомно-силового мікроскопу NT-206.....	22
2.3. Обробка АСМ-зображень поверхні <i>GaAs</i> за допомогою програми Gwyddion до та після сульфідної обробки.....	23
2.4. Вплив довготривалої сульфідної обробки на шорсткість <i>GaAs</i> у однорідних та неоднорідних частинах поверхні.....	25
Висновки.....	29
Література.....	30

ВСТУП

P-n переходи на основі *GaAs* є височутливими сенсорами парів аміаку. За допомогою сульфідної обробки поверхні можна суттєво підвищити газову чутливість таких структур. У даний час відсутні систематичні дослідження механізмів змін морфології поверхні та утворення шару сульфідних сполук галію при умовах довготривалої сульфідної обробки.

Метою цієї роботи є перевірка гіпотези щодо залежностей загальної та локальної шорсткостей поверхні від кристалографічного напрямку вимірювання внаслідок довготривалої сульфідної обробки після поверхневої реконструкції ґратки арсеніду галію.

Для досягнення поставленої мети проводився порівняльний аналіз можливостей та точності різних програм для обробки даних скануючої зондової мікроскопії, аналізувалися зміни параметрів шорсткості поверхні після сульфідної обробки відносно їх стану на початку експерименту за допомогою атомно силового мікроскопа NT-206 при використанні програми Gwyddion.

Проведені дослідження показали, що внаслідок довготривалої сульфідної обробки на поверхні утворюються дві групи локальних неоднорідностей. Для першої групи характерні близькі значення шорсткості для довільного напрямку вимірювання, а для другої - існує значна відмінність між значеннями шорсткості у двох взаємно перпендикулярних напрямках.

Така анізотропія властивостей може бути наслідком утворення неоднорідностей з відмінною від *GaAs* просторовою ґраткою. Ці неоднорідності можна пов'язати з утворенням на поверхні сполуки Ga_2S_3 , яка має гексагональну ґратку і локально утворюється на поверхні після сульфідної обробки.

1. ДОСЛІДЖЕННЯ МОРФОЛОГІЇ ПОВЕРХНІ ЗА ДОПОМОГОЮ ЗОНДОВОЇ СПЕКТРОСКОПІЇ

1.1. Фізичні принципи досліджень поверхні за допомогою скануючої зондової мікроскопії

Скануюча зондова мікроскопія – це потужний метод дослідження властивостей поверхні твердих тіл та її локальних характеристик. Основою процесу побудови зображення є сканування поверхні зондом. Зонд представляє собою тонку голку, приєднану до детектора, що сканує поверхню по точкам, вимірюючи різні фізичні взаємодії (ємність, ефект квантового тунелювання, п'єзоефект, магнітне поле, різниця потенціалів, сили Ван дер Ваальса, тощо). Є велика кількість різновидів сканувальних зондових мікроскопів залежно від типу фізичних взаємодій, які вони досліджують.

Загалом СЗМ дозволяє отримати тривимірне зображення поверхні (топографію) з високою роздільною здатністю. На сьогодні практично жодне дослідження в галузі фізики поверхні та тонкоплівкових технологій не обходиться без застосування методів СЗМ. Розвиток скануючої зондової мікроскопії посприяв також основою для розвитку нових методів у нанотехнологіях.

Принципову схему будови скануючого зондового мікроскопу показано на рис.1. Вона складається з двох частин: систем грубого та точного вертикального позиціонування.

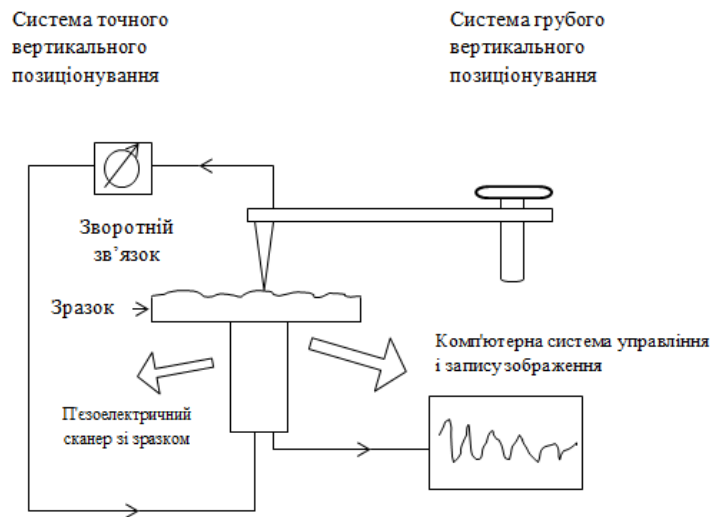


Рис.1. Принципова схема будови скануючого зондового мікроскопу [2]

Розглянемо принцип роботи найпершого представника класу СЗМ - скануючого тунельного мікроскопа (СТМ). Два провідних електроди (зазвичай, функцію катода виконує поверхня зразка, анода - зонд), розділених деяким ізолятором (повітря або рідина), утворюють бар'єр для електронів. Якщо бар'єр досить тонкий, електрони можуть проходити крізь нього квантово-механічним способом, тобто тунелюванням.

У СТМ бар'єр становить близько 1 нм. У СТМ зонд сканує поверхню зразка за допомогою пізоелектричного пристрою (рис. 2) на відстані від 0,5 до 1 нм. Існують також низькотемпературні скануючі тунельні мікроскопи, що працюють в умовах криогенних температур.

Для реєстрації даних використовують різні типи сенсорів, чутливість яких дозволяє зафіксувати малі за величиною збурення. Для отримання повноцінного зображення використовують різні налаштування розгортки по осях X і Y (наприклад, п'єзотрубки, плоскопаралельні сканери).

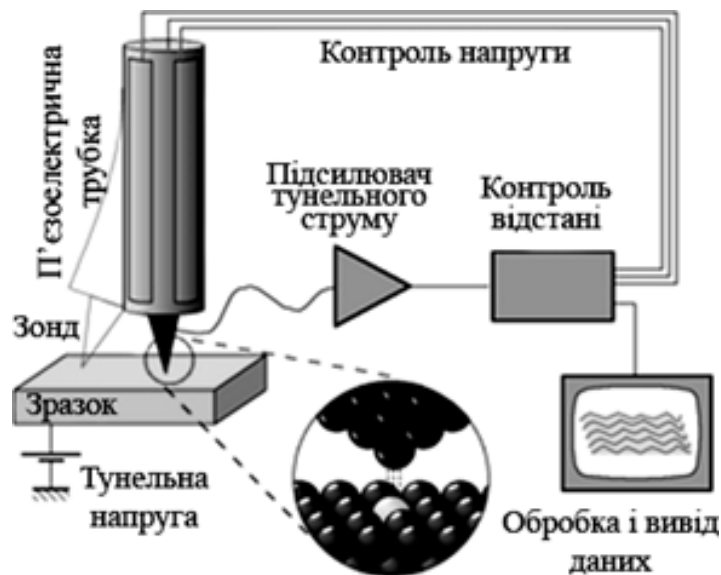


Рис. 2. Схема роботи скануючого тунельного мікроскопа

Основними технічними складнощами при створенні скануючого зондового мікроскопа є [1]:

1. Кінець зонду повинен мати розміри порівнянні з розмірами досліджуваними об'єктами;
2. Забезпечення механічної (у тому числі теплової і вібраційної) стабільності на рівні краще до $0,1\text{\AA}$;
3. Детектори повинні надійно фіксувати малі за величиною збурення реєстрованого параметра;
4. Створення прецизійної системи розгортки;
5. Забезпечення плавного зближення зонду з поверхнею.

За допомогою скануючого тунельного мікроскопу можна отримувати зображення поверхні з роздільною здатністю в кілька ангстрем по вертикалі і атомним по горизонталі. Величина тунельного струму залежить не тільки від відстані до поверхні, а й від сорту атомів, присутніх на поверхні, і від їх локального хімічного оточення.

Більшість СТМ працює при надвисокому вакууму. У цьому разі ніякі оксиди або забруднення не впливають на величину тунельного струму.

Для роботи скануючих тунельних мікроскопів існує два режими: режим постійної висоти та режим сталого струму.

У режимі постійної висоти голка рухається вздовж горизонтальної площини над поверхнею зразка, фіксуючи значення тунельного струму враховуючи неоднорідності поверхні та локальні електронні стани поверхні зразка. Утворюється масив даних з величин тунельних струмів, які виміряні в кожній точці, за яким отримують топографічне зображення.

У режимі постійного струму СТМ використовують зворотний зв'язок, щоб шляхом регулювання висоти голки над поверхнею зразка підтримувати постійне значення тунельного струму. Таким чином, у режимі постійного струму масив даних, за яким отримують зображення, складають вертикальні напрямки сканування. Якщо система підтримує сталість струму з точністю кілька відсотків, то відстань голка-зразок зберігається з точністю $<0,01$ нм.

Порівняння режимів роботи СТМ показує, що режим постійної висоти помітно швидше режиму постійного струму, оскільки в ньому немає необхідності переміщати сканер вгору-вниз [2]. Та з іншого боку, у режимі постійної висоти можна отримувати хороші дані тільки із зразків, поверхня яких має достатню гладкість. Проте режим сталого струму дозволяє проводити високоточну зйомку сильно нерівних поверхонь. Недоліком цього методу є його довготривалість.

Фактично за допомогою СТМ вимірюється кількість заповнених і кількість вільних електронних станів поблизу рівня Фермі в кожній точці (x, y) поверхні. Це ускладнює дослідження окисленої або забрудненої поверхні, оскільки тунельний струм набагато нижче.

У подальші роки аналогічний принцип був використаний для створення цілого класу приладів, що називаються скануючими зондовими мікроскопами.

Незважаючи на великі успіхи скануючої тунельної мікроскопії, було зрозуміло, що вона має фундаментальний недолік – можна досліджувати

тільки ті зразки, які проводять електричний струм або ж покриті електропровідними плівками.

Діелектричні поверхні також можна досліджувати методом СТМ, при цьому заздалегідь треба нанести на поверхню плівку Ленгмюра - Блоджетта (плівка ЛБ) [1]. Ця плівка складається з одного або більше моношарів органічних речовин. Її отримують без значних економічних витрат: не вимагає вакууму та високих температур. Унікальність методу полягає в можливості пошарово збільшувати товщину плівки, яка формується на твердій поверхні. Причому товщина кожного шару залежить від розміру молекули використовуваної органічної речовини та суворого контролю структурної ідеальності отриманих плівок. Цей метод не зручний через те, що задачу застосування СТМ-плівок доведеться вирішувати в кожному конкретному випадку окремо. Причому отримані результати можуть залежати не лише від властивостей матеріалу, але і від властивостей плівки.

Цей недолік був подоланий з винаходом Біннігом атомно-силового мікроскопа [3]. Він був першим, хто здогадався, що при взаємодії з поверхнею зразка макроскопічна гнучка консоль (кантилевер) з гострою голкою під дією атомних сил може бути зігнута на досить велику величину, щоб бути вимірюваною за допомогою звичайних засобів.

1.2. Специфіка атомно-силової мікроскопії

Атомно-силова мікроскопія (АСМ) з'явилась як наслідок розвитку скануючої тунельної мікроскопії. Закладені в ній принципи дозволяють досліджувати поверхні різних матеріалів – провідників, напівпровідників, а також електричних ізоляторів [1]. Метод АСМ полягає в зондуванні поверхні зразка гострою голкою довжиною 1-2 мкм і діаметром не більше 10 нм, рис. 3. Голка встановлюється на вільному кінці вимірювальної консолі.

Основний принцип роботи АСМ полягає в дії сил зі сторони поверхні зразка на голку скануючої зонду, а саме – міжatomної сила притягнення Ван–дер–Ваальса.

Відповідно до розподілу потенціалу зонд відчуває притягнення з боку зразка на великих відстанях і відштовхується від зразка, коли відстань достатньо мала.

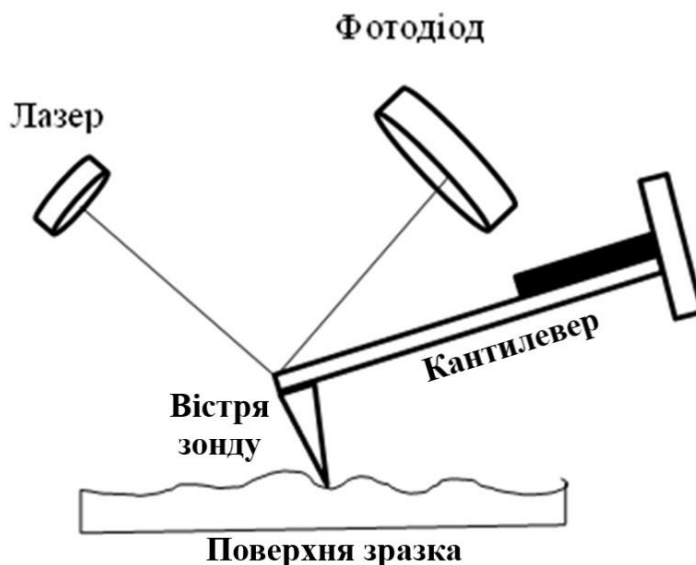


Рис. 3. Схема роботи атомно-силового мікроскопа. [2]

Технічною задачею АСМ є реєстрація малих вигинів зонда, тобто кантилевера у вигляді балки з голкою на кінці.

Реєстрація малих вигинів консолі кантилевера здійснюється оптичним методом: на кантилевер направляється промінь напівпровідникового лазера, який відбивається, потрапляючи на чотирьох секційний напівпровідниковий діод.

Реєструючий фотодіод прокалібровано відносно значень темнових фотострумів у секціях фотодіода: I_1 , I_2 , I_3 , I_4 . При деформації консолі в секціях фотодіода будуть зареєстровані струми I_{01} , I_{02} , I_{03} , I_{04} .

Величину і напрям деформації кантилевера будуть характеризувати різниці цих струмів:

1. Для нормалі до поверхні зразка

$$\Delta I_z = (\Delta I_1 + \Delta I_2) - (\Delta I_3 + \Delta I_4), \quad (1)$$

2. Для дотичних до поверхні сил

$$\Delta I_{xy} = (\Delta I_1 + \Delta I_4) - (\Delta I_2 + \Delta I_3). \quad (2)$$

Електронна частина АСМ є подібною до електронної частина скануючого тунельного мікроскопа.

Розглядаються контактна АСМ, мікроскопія електростатичних сил, коливальний метод АСМ [4].

У методі контактної атомно-силової мікроскопії голка зонда безпосередньо контактує з поверхнею. Сили притягнення і відштовхування, які діють з боку зразка, компенсуються силою пружності консолі. Зображення рельєфу поверхні формується або при постійній силі взаємодії зонда з поверхнею, або при постійній середній відстані між основою зондового датчика і поверхнею зразка. Зображення поверхні характеризують розподіл у просторі сили взаємодії зонда з поверхнею зразка. Основний недолік цього методу - це безпосередній контакт голки з поверхнею, що часто призводить до поломки зондів або пошкодження поверхні зразка. Ще одним недоліком цього методу є складнощі, які виникають при отриманні відтворюваних результатів, якщо відбулась заміна зонда, і при дослідженні деформованих матеріалів. Позитивною рисою цього методу є можливість дослідження поверхонь, які мають малу механічну жорсткість: поверхні органічних матеріалів та біологічних об'єктів з урахуванням наслідків контактної взаємодії.

На відміну від попереднього способу, коливальний метод атомно-силової мікроскопії дозволяє зменшити наслідки механічної взаємодії зонда з досліджуваною поверхнею. У безконтактному режимі кантилевер збуджують так, щоб він здійснював вимушені коливання з амплітудою приблизно 1 нм. При наближенні кантилевера до поверхні на нього починають діяти сили Ван-дер-Ваальса. Під впливом градієнту сил відбувається зрушення амплітудно-часткової та фазо-часткової характеристики системи.

Вимірювання проводяться за допомогою п'єзовібратора, яким збуджують коливання кантилевера на частоті, близькій до резонансної. Одночасно в кожній точці реєструються зміни фази коливань кантилевера. Дані записуються у вигляді розподілу фазового контрасту.

В основі методу мікроскопічних сил лежить принцип електростатичної взаємодії між кантилевером і зразком. Тобто необхідна умова: зразок і кантилевер виготовлені з електропровідних матеріалів. При прикладенні між ними напруги з'явиться сила електростатичного притягнення між зразком і зондом. Під дією цієї сили кантилевер буде коливатися, і непостійна складова сигналу буде змінюватися відповідно до закону зміни величини сили з часом. Метод мікроскопічних сил реалізується в двопротічному режимі. Під час першого сканування вимірюється рельєф у звичайному напівконтактному режимі, а при повторному скануванні реєструється амплітуда резонансних коливань кантилевера.

Для вивчення ємнісних властивостей поверхні зразків використовують режим ємнісної мікроскопії. У цьому режимі можна реєструвати розподіл легуючої домішки в напівпровіднику, якщо наявна залежність ширини збідненого шару від концентрації домішки. Необхідною умовою великої роздільної здатності цієї методики є малі значення середньої шорсткості поверхні, яка повинна бути менше радіуса кривизни голки зонда.

Кельвін-мікроскопія призначена для дослідження поверхонь матеріалів, що мають області з різними поверхневими потенціалами. Завдяки цьому режиму можна реєструвати розподіл зарядів на елементах поверхні,

вимірювати і аналізувати неоднорідні заряджені області, визначати роботу виходу електронів.

Для отримання зображень поверхні зразка можна використовувати не тільки дані про переміщення скануючого пристрою («запис по висоті»), а й про зміни в процесі сканування амплітуди або частоти коливань консолі. У випадку «запису по амплітуді» або «по частоті» з'являється можливість візуалізувати розподіл механічних властивостей на поверхні зразка, що дає не менш цінну інформацію, ніж дані про його топографію.

Якість результатів, які можна отримати в безконтактному режимі, залежить від використання якісної вимірювальної консолі і скануючої голки. Вимірювальна консоль для безконтактного режиму, повинна бути значно жорсткіша, ніж консоль для контактного АСМ, щоб в процесі коливань вона випадково не доторкнулась поверхні. Більш того, гострота голка для безконтактного АСМ важливіша, ніж для контактного: при роботі в такому режимі нахил кривої сил Ван-дер-Ваальса малий, тому з поверхнею зразка буде взаємодіяти більшість атомів вістря.

1.3. Основні параметри мікроструктури поверхні

Розвиток сучасного приладобудування спрямований на збільшення швидкодії, надійності, розширення функціональних можливостей та економічної привабливості елементів систем наноелектроніки, мікрооптики, мікромеханіки тощо з поступовим зменшенням їх розмірів до нановимірного та далі – до атомарного рівнів. Сучасні теоретичні, а незабаром і практичні здобутки у прикладній нанотехнології дозволять створювати пристрої, елементи яких будуть збиратися із окремих атомів та молекул – шар за шаром. Основним завданням при виготовленні компонентів таких виробів залишається підвищення ефективності та надійності їх роботи, а також їх мініатюризація аж до нанорозмірів [5]. Реалізація даного завдання неможлива без сучасних засобів і методів дослідження нанорельєфу, фізико-механічних

та техніко-експлуатаційних властивостей поверхонь матеріалів з яких виготовлені ці вироби. Аналіз науково-технічних джерел визначив ряд невирішених питань, пов'язаних із забезпеченням високих та стабільних показників ефективності діагностування (точності, надійності та відтворюваності) рельєфу та механічних характеристик поверхонь, які мають місце на нановимірному рівні.

Комплекс властивостей, наданих поверхні будь-якої деталі, внаслідок її обробки, у техніці характеризується поняттям якості поверхні. Якість поверхні визначається геометрією поверхні і фізико-механічними властивостями, що обумовлені процесами обробки деталі. Якість поверхні впливає на зносостійкість, корозійну стійкість і вона пов'язана з такими властивостями пар контакту як міцність посадок з натягом, щільність рухомих та нерухомих з'єднань [6].

Відхилення від номінальної поверхні (профілю), які виникають під час процесу обробки, називають технологічними. Експлуатаційні відхилення обумовлені нерівномірним спрацюванням різних ділянок поверхні тертя.

Відхилення реальної поверхні деталі від ідеальної геометричної форми (номінальної поверхні) називають похибками поверхні і, залежно від причин їх утворення та методів вимірювання, поділяють на три групи, які наведено рис.4 [6]:

1. Макровідхилення форми;
2. Хвилястість;
3. Шорсткість (мікронерівність).

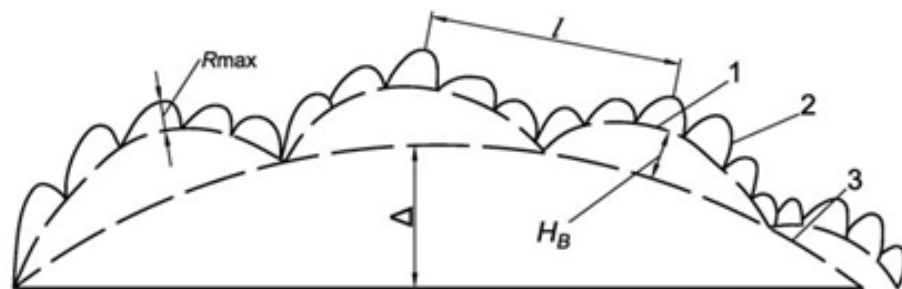


Рис. 4. Схема мікрогеометрії поверхні: 1 – хвилястість;

2 - шорсткість; 3 – макровідхилення

(Δ – висота макровідхилення, H_B – висота хвилястості, l – довжина кроку хвилястості, R_{max} – висота шорсткості)

До макровідхилень відносять нерегулярні, поодинокі відхилення реальної поверхні деталі від її номінального профілю. Наприклад, випуклість, увігнутість, конусоподібність, корсетність тощо.

Хвилястість поверхні – це сукупність періодичних (що регулярно повторюються) відхилень номінального профілю деталі, що представляють собою близькі за розмірами виступи і западини з кроком l значно більшим за висоту цих відхилень H_B і більшим, ніж базова довжина L , яка використовується для оцінки шорсткості (рис. 4). Відстань між вершинами двох сусідніх хвиль (крок хвилі) l перевищує, відповідно до стандарту, висоту хвилі H_B більш, ніж у 40 разів [6].

Шорсткість поверхні – нерегулярні мікровідхилення від геометричного профілю хвилястої поверхні твердого тіла, які утворюють його реальний рельєф у вигляді сукупності нерівностей з відносно малим кроком. Вона оцінюється у межах ділянки, довжина якої дорівнює певній базовій довжині L [6].

Оскільки шорсткість є розмірною характеристикою, яка визначає геометрію поверхні, то її кількісно оцінюють рядом параметрів та цілим рядом допоміжних характеристик. Для визначення характеристик шорсткості розроблено багато методів: із застосуванням щупів, оптичних (світлового перетину, тіньової проекції, інтерференційний та інші.), методів АСМ, РЕМ, електричних, пневматичних тощо. Найбільшого розповсюдження отримав метод визначення шорсткості поверхні за її профілем, реалізований у профілограмах.

Профілограма - це отримане за даними вимірювань графічне зображення контуру реального профілю, який є перетином поверхні площиною

перпендикулярною до номінальної поверхні і орієнтованою у певному напрямку [6].

Характеристики шорсткості оцінюють переважно в межах стандартизованої довжини базової лінії l (рис. 4), яку обирають таким чином, щоб на ній не виявлялись інші види відхилень форми (хвилястість і макровідхилення). При виборі лінії треба вважати, що із збільшенням базової довжини збільшується вплив хвилястості на результати вимірювань. При дослідженні поверхні на ній виділяють кілька базових ділянок, а параметри шорсткості визначають як середнє арифметичне зі значень, розрахованих, як мінімум, за п'ятьма профілограмами.

1.4. Характеристики шорсткості поверхні

Для визначення параметрів шорсткості на профілограмі проводять середню лінію $m-m$. Середня лінія – це базова лінія, яка має форму номінального профілю і проведена таким чином, що в межах базової довжини середнє квадратичне відхилення профілю до цієї лінії мінімальне[6].

На профілограмі положення середньої лінії профілю визначають так, щоб площі по обидві сторони від неї до контуру, тобто площа виступів і площа западин, були рівними (рис. 5).

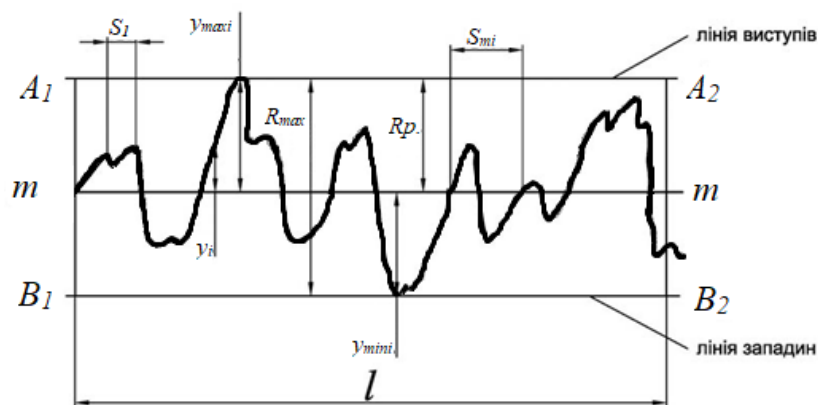


Рис. 5. Схематичне зображення ділянки профілограми з наведеними характеристиками профілю поверхні

Частина реального профілю, яка з'єднує дві сусідні точки перетину його з середньою лінією і спрямована назовні (від тіла), називається виступом профілю.

Частина профілю, яка з'єднує дві сусідні точки перетину його з середньою лінією і спрямована всередину деталі (у тіло), називається западиною профілю.

Нерівність профілю – це виступ профілю і сполучена з ним западина.

У межах базової довжини на профілограмі рівновіддалено середній лінії, проводять лінію виступів через найвищу точку профілю і лінію западин - через найнижчу точку профілю.

Для якісної оцінки і нормування шорсткості поверхні характеристики профілю відраховують відносно цих ліній і середньої лінії профілю, яка є початком відліку (нульовою лінією).

Розглядаються такі параметри шорсткості [6, 7]:

R_z – висота профілю по десяти точках;

R_{max} – найбільша висота профілю;

R_a – середнє арифметичне відхилення профілю;

R_q – середньоквадратична шорсткість;

R_{sk} – асиметрія;

R_{ku} – ексцес та інші.

Висота нерівностей профілю по десяти точках R_z - сума середніх абсолютних значень висот п'яти найбільших виступів профілю і глибин п'яти найбільших западин профілю в межах базової довжини

$$R_z = \frac{\sum_{i=1}^5 h_{i \max} + \sum_{i=1}^5 h_{i \min}}{5} \rightarrow 0 \quad (3)$$

Найбільша висота профілю R_{max} - відстань між лінією виступів і лінією западин профілю у межах базової довжини. Параметр R_{max} є повною висотою профілю, характеризує межі, в яких вона змінюється, і суттєво впливає на контактні властивості поверхні.

Найбільш повно характеризує висоту ділянки профілю і поверхню в цілому, параметр R_a , який має чіткий статистичний зміст.

Середнє арифметичне відхилення профілю R_a - це середнє арифметичне з абсолютних значень відхилень профілю в межах базової довжини:

$$R_a = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N |r_j| \quad (4)$$

Середньоквадратична шорсткість R_q – середнє значення виміряних відхилень від середньої лінії, що взяті на довжині оцінки:

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{j=1}^N r_j^2} \quad (5)$$

Функція розподілу амплітуди - функція ймовірності, яка задає ймовірність того, що профіль поверхні матиме певну висоту z у будь-якому довільному його місці x .

Асиметрія R_{sk} - параметр, який визначає форму функції розподілу амплітуди.

Асиметрія R_{sk} - проста міра асиметрії функції розподілу амплітуди або, що, те ж саме, вона показує симетрію зміни профілю щодо його середньої лінії.

$$R_{sk} = \frac{1}{NR_q^3} \sum_{j=1}^N r_j^3 \quad (6)$$

Ексцес R_{ku} - параметр, що враховує форму функції розподілу амплітуди. Ексцес відноситься до рівномірності функції розподілу амплітуди або, що те ж саме, до ступеня порізаності (числу піків) профілю:

$$R_{ku} = \frac{1}{NR_q^4} \sum_{j=1}^N r_j^4. \quad (7)$$

1.5. Порівняльний аналіз можливостей основних програм для обробки СЗМ-зображення

При зйомці зображення в СЗМ вносяться спотворення, пов'язані з неідеальністю п'єзокерамічного сканера, шумами апаратури, зовнішніми перешкодами та деякими іншими причинами [5].

Спеціальні програми дозволяють проводити корекцію зображень, правильно інтерпретувати отриману картину структури поверхонь і здійснювати статистичний аналіз поверхневих об'єктів.

Основні програми для роботи з даними СЗМ - FemtoScan Online (Центр перспективних технологій) [8], SPIP (The Scanning Probe Image Processor, Image Metrology) [9], WSxM (Windows Scanning x Microscopy, Nanotec Electronica S.L.) [10], Gwyddion [7]. Знімки з екранів з програмами наведені на рис. 6-9.

Основна задача редагування – усунення виникаючих спотворень. До первинної обробки зображень можна віднести віднімання площини і поверхонь більш високого порядку, усереднення по рядках, корекції нелінійних ефектів, фільтрацію шумів, відновлення поверхні з урахуванням форми голки. Наявність постійного нахилу може бути пов'язана з формою зразка, "акуратністю" його установки і з температурним дрейфом. Значний загальний нахил заважає сприйняттю дрібномасштабних деталей зображення. Залежно від причини постійного нахилу використовуються різні методи його

корекції: віднімання площини середнього нахилу або поворот площини зображення.

У СЗМ сканування проводиться через по рядках, причому за час проходу одного рядка може відбутися збій. У результаті на зображеннях з'являються сходинок впоперек осі швидкого сканування. Для їх усунення з кожного рядка віднімається середнє значення або поліноми різного степеню. У табл. 1 [11] представлено порівняльний аналіз функцій корекції СЗМ зображень, реалізованих у розглянутих програмних продуктах.

Табл. 1. Порівняльний аналіз функцій корекції СЗМ зображень при використанні програм FemtoScan, SPIP, WSxM та Gwyddion

	Функції корекції СЗМ зображень	FemtoScan	SPIP	WSxM	Gwyddion
1	Покоординатне вираховування характеристик поверхонь	+	+	+	+
2	Нахил площини зображення	функція відсутня	+	функція відсутня	+
3	Вирівнювання рядків	+	+	+	+
4	Автоматизований пошук двовимірної ґратки	функція відсутня	+	+	функція відсутня
5	Фур'є-фільтрація	+	+	+	+
6	Визначення форми вістря і відновлення поверхні	+	+	функція відсутня	+

Важливі аспекти – знаходження калібрувальних коефіцієнтів по трьох осях і коригування деформації зображень, що виникають внаслідок нелінійності, неортогональності і гістерезису п'єзосканера. Для цього сканується періодична структура, розміри якої добре відомі. При вивченні

молекул, кластерів, моношарів роль такої структури може виконувати атомна решітка підкладки.

Для визначення калібрувальних коефіцієнтів в SPIP і WSxM по зображенню автоматично будується двовимірною сітка; в FemtoScan Online потребує ручного задання поліліній по вузлах решітки; Gwyddion автоматично коригує дрейф.

Додаткове джерело артефактів – безпосередня голка зондового мікроскопа, неідеальна форма якої призводить до розширення об'єктів. FemtoScan Online, SPIP і Gwyddion дозволяють визначати форму голки і реконструювати поверхню (табл. 1).

У WSxM можливе тільки моделювання ефекту розширення зображення (параметри голки задаються).

Після внесення необхідних правок у зображення можна перейти до їх аналізу. Як правило, цікавить структура самої поверхні або статистика, розташованих на ній об'єктів.

Основні параметри, що характеризують властивості поверхні, можна розділити на амплітудні, функціональні, просторові і фрактальні [11]. Аналогічні параметри використовують для характеристики профілів поверхонь.

Найпростіші амплітудні параметри - максимум, мінімум, середнє значення, різниця значень глобального максимум і мінімуму. До них також відносяться середні арифметичних і квадратична шорсткість, асиметрія, ексцес. Ці параметри характеризують симетрію розподілу профілю щодо середнього значення і протяжність його розподілу. Якщо значення асиметрії виявляється більшим за модулем 1,5 - поверхня має складну форму і не може адекватно характеризуватися середніми значеннями арифметичної і квадратичної шорсткості. Значення шорсткості поверхні, як правило, зростає зі збільшенням поля сканування, а потім виходить на насичення.

До функціональних параметрів відносять індекси основної поверхні, збереження гладкості поверхні, збереження гладкості западин.

Група просторових параметрів, що характеризують анізотропію поверхні і періодичність структури, обчислюються по Фур'є перетвореному масиву даних. До них відносяться радіальна довжина хвилі, індекс її напрямлення, напрямок текстури і його індекс [11].

Для профілів поверхонь, одержуваних за допомогою СЗМ, значення фрактальної розмірності змінюються від 2 до 3. Чим ближче це значення до двох, тим досліджувана поверхня більш гладка. Інформація про наявність різних груп параметрів поверхонь у розглянутих програмах представлена в табл. 2 [11].

Табл. 2. Порівняння можливостей програм FemtoScan, SPIP, WSxM та Gwyddion для оцінки якості стану поверхні

	Функції аналізу	FemtoScan	SPIP	WSxM	Gwyddion
1	Амплітудні характеристики	+	+	+	+
2	Автокореляційна функція поверхні	+	+	+	+
3	Спектральна функція шорсткості	функція відсутня	+	функція відсутня	+
4	Функціональні і просторові параметри	функція відсутня	+	функція відсутня	функція відсутня
5	Фрактальний аналіз	функція відсутня	+	+	+
6	Фур'є-аналіз (Уявлення через суму тригонометричних функцій)	+	+	+	+
7	Вейвлет-аналіз (Зміна сигналу з часового уявлення у частотно-часове)	функція відсутня	функція відсутня	+	+

2. ДОСЛІДЖЕННЯ МОРФОЛОГІЇ ПОВЕРХНІ *n-GaAs* ДО ТА ПІСЛЯ ДОВГОТРИВАЛОЇ СУЛЬФІДНОЇ ОБРОБКИ

2.1. Структура досліджених зразків арсеніду галію та методика проведення довготривалої сульфідної обробки поверхні

Дослідження морфології поверхні проводилися на пластинах *n-GaAs* легованих кремнієм до концентрації електронів $n_0 = (1,3-2,8) \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ і рухливості $\mu = (2500-4000) \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{с}$.

Згідно з літературними джерелами[12] арсенід галію має кубічну гранецентровану ґратку типу цинкової обманки.

Сульфідна обробка поверхні *GaAs* є ефективним способом покращення його електричних і фотоелектричних властивостей. Сульфідна обробка дозволяє в одному технологічному циклі як зняти поверхневий шар, так і нанести захисне покриття з сульфіду галію. Така обробка призводить до наступних змін властивостей *GaAs* та приладів на його основі[13]:

1. Зменшується густина поверхневих станів;
2. Зменшується швидкість поверхневої рекомбінації;
3. Збільшується інтенсивність фотолюмінесценції;
4. Незалежно від розміру емітера у біполярних транзисторах на основі *GaAs* зростає коефіцієнт підсилення за струмом;
5. Збільшується фоточутливість й фотоелектропровідність.
6. Збільшується коефіцієнт корисної дії сонячних елементів;
7. Підвищується зовнішній квантовий вихід напівпровідникових лазерів на основі арсеніду галію.

Сульфідна обробка пластин *n-GaAs* проводилася у 30% водному розчині сульфіду натрію при освітлені сфокусованим світлом від лампи розжарювання протягом 100с. Після обробки пластини *n-GaAs* промивалися у дистильованій воді та сушилися у потоці повітря для видалення води з поверхні.

Сульфідна обробка дозволяє здійснювати хімічну та електронну пасивацію поверхні і тому є дуже перспективним методом в технології виготовлення приладів на основі напівпровідників $A^{III}B^V$ [2,13].

2.2. Методика проведення досліджень морфології поверхні при використанні атомно-силового мікроскопу NT-206

Робота на атомно-силовому мікроскопі (АСМ) NT-206 виконувалася у строгій відповідності до інструкції з використання приладу та у відповідності з нормами безпеки [2].

Місцем установки АСМ була чиста суха кімната на нульовому поверсі будівлі. Кімната була максимально ізольованою від джерел зовнішніх вібрацій. Виконання цієї умови забезпечило високу точність результатів дослідження [15].

Блок електроніки управління і керуючий персональний комп'ютер не вимагають спеціальних умов ізоляції від вібрацій, однак вони самі є джерелом вібрацій, тому відстань між столами була обмежена тільки довжиною кабелів, які з'єднували окремі блоки АСМ.

Блок сканування АСМ був установлений на окремому вібростійкому столі з жорсткою рамою і міцною кам'яною кришкою. В якості віброізолятора використовувалися пориста гума, яка була розміщена під ніжки столу, суміш піску та пінопласту під кришкою стола. Поверхня стола, на якій встановлювався блок сканування, була строго горизонтальною. Надвисокий рівень віброізоляції забезпечувався використанням пружинної підвіски блоку сканування.

Під час роботи АСМ блок сканування накривався спеціальним чохлом аби уникнути вплив коливання повітря на точність вимірювання. Цей чохол також використовується для захисту блоку сканування АСМ від пилу при зберіганні.

У дипломній роботі проводилося сканування поверхні GaAs у динамічному режимі.

Для роботи в динамічному (безконтактному або змішаному) режимі використовувалися зонди з «жорстким» кантилевером, жорсткість яких була вище ніж 40 Н/м. Динамічний режим дозволив одночасно отримувати зображення топографії і фазового контрасту.

Досліджувані зразки розміщувалися якомога ближче до центру предметного столика. В цьому випадку спотворення зображення поверхні, які викликаються сферичним характером руху сканера, будуть найменші.

2.3. Обробка АСМ-зображень поверхні GaAs

за допомогою програми Gwyddion до та після сульфідної обробки

За допомогою АСМ NT-206 були отримані наступні зображення поверхні *n*-GaAs до та після сульфідної обробки на протязі 60 с, які показані на рис. 6. Розміри наведених зображень дорівнюють 1 нм по осі ОХ та 1 нм по осі ОУ.

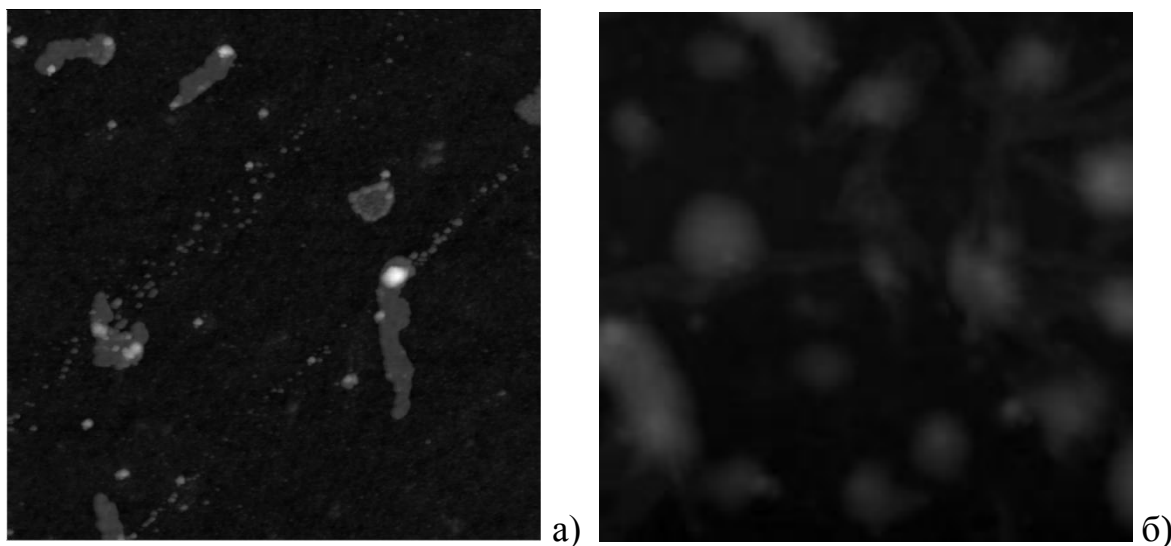


Рис. 6. АСМ-зображення ділянок монокристалічних пластин n-GaAs до (а) та після довготривалої сульфідної обробки протягом 60 с (б)

Для аналізу даних АСМ використовувалась модульна програма аналізу зображень Gwyddion. Це програма з відкритим вихідним кодом, випущена під ліцензією GNU General Public License (GNU GPL) [7]. Вона призначена для аналізу полів висот, отриманих різними техніками скануючої зондової мікроскопії. В загальному випадку її можна використовувати для аналізу будь-яких полів висот або (монохромних) зображень, наприклад для аналізу даних профілограми або карт товщини, побудованих спектрофотометрією.

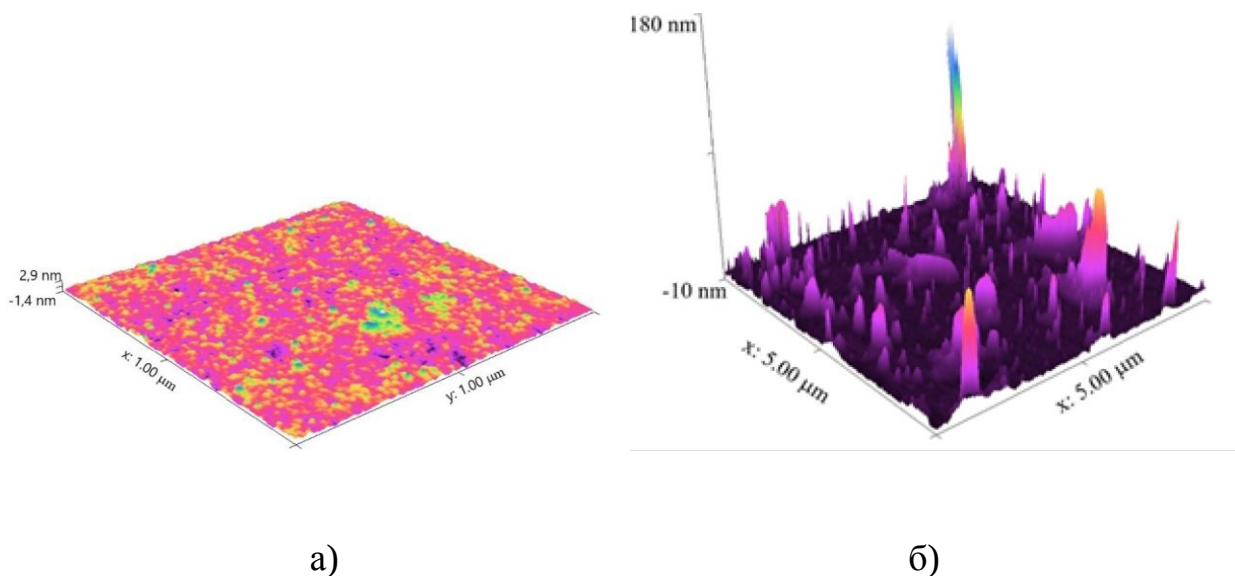
Всі обчислення виконуються з підвищеною точністю, а сам формат даних Gwyddion (.gwy) зберігає дані з підвищеною точністю. У нормальних умовах інформація ніколи не втрачається через обмеженої точності або діапазону значень. Формат даних Gwyddion може зберігати будь-яку кількість зображень, графіків, спектрів або об'ємних даних.

В Gwyddion є загальна система фізичних одиниць, немає вбудованих обмежень на типи даних фізичних величин (і бічні розміри), які можуть представляти. Одиниці нахилів, площ, об'ємів та інших похідних величин розраховуються правильно. Системи одиниць СІ може бути використана.

Інструменти й інші діалоги запам'ятовують свої параметри не тільки між викликами інструментів у рамках одного сеансу, але і між сеансами. Власний формат файлу Gwyddion (.gwy) підтримує збереження всіх установок, пов'язаних з даними: палітри помилкових кольорів, масок, презентацій, виділень, пов'язаних параметрів 3D-виду, графіків, пов'язаних з цими даними, і їх налаштувань тощо.

За допомогою програми Gwyddion ми отримали радіальні значення середнього арифметичного відхилення профілю R_a на АСМ-зображеннях пластин з різним часом обробки.

Обробка зображень поверхні, які були продемонстровані на рис.6, за допомогою програми Gwyddion можна перетворити на 3D-моделі, які наведено на рис.7.



*Рис. 7. 3D-моделі ділянок пластин n-GaAs до (а)
та після довготривалої сульфідної обробки протягом 60 с (б)*

2.4. Вплив довготривалої сульфідної обробки на шорсткість GaAs у однорідних та неоднорідних частинах поверхні

Порівняння морфології поверхні *n*-GaAs до та після довготривалої сульфідної обробки показує, що після обробки відбувається локальне збільшення кількості поверхневих неоднорідностей.

Оцінка шорсткості поверхні проводилась при вимірюванні R_a на всій площі зображень необробленої й обробленої поверхонь арсеніду галію. Вимірювання проводились з фіксованої точки поверхні з кроком 30° при довжині базової лінії 1 мкм. Результати вимірювань шорсткості наведені на рис. 8.

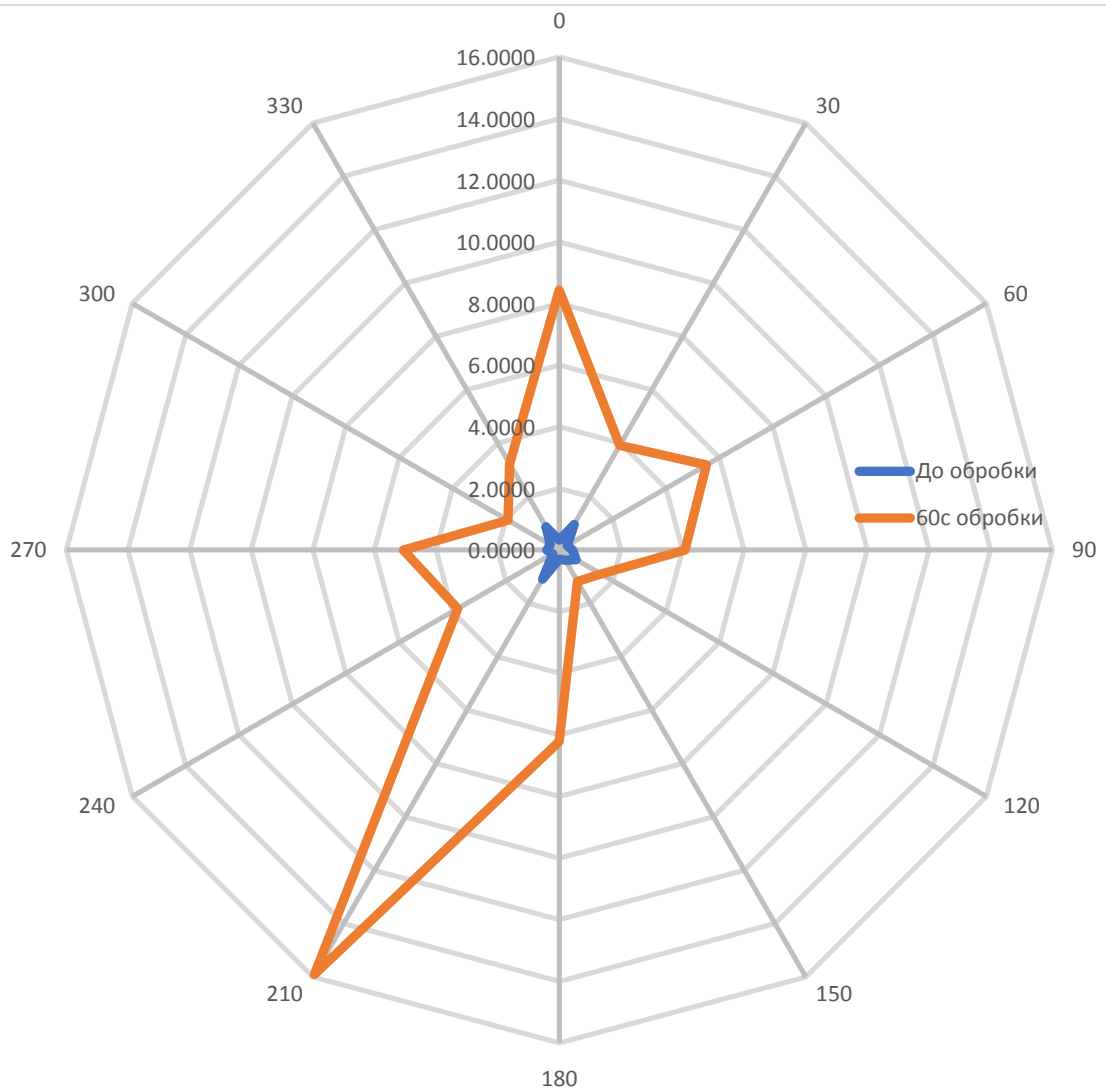


Рис. 8. Залежність величини шорсткості від напрямку вимірювання до та після сульфідної обробки

На рис. 9 наведено залежності усереднених значень шорсткості вздовж одного напрямку (з різницею у 180^0) від напрямку вимірювання до та після сульфідної обробки.

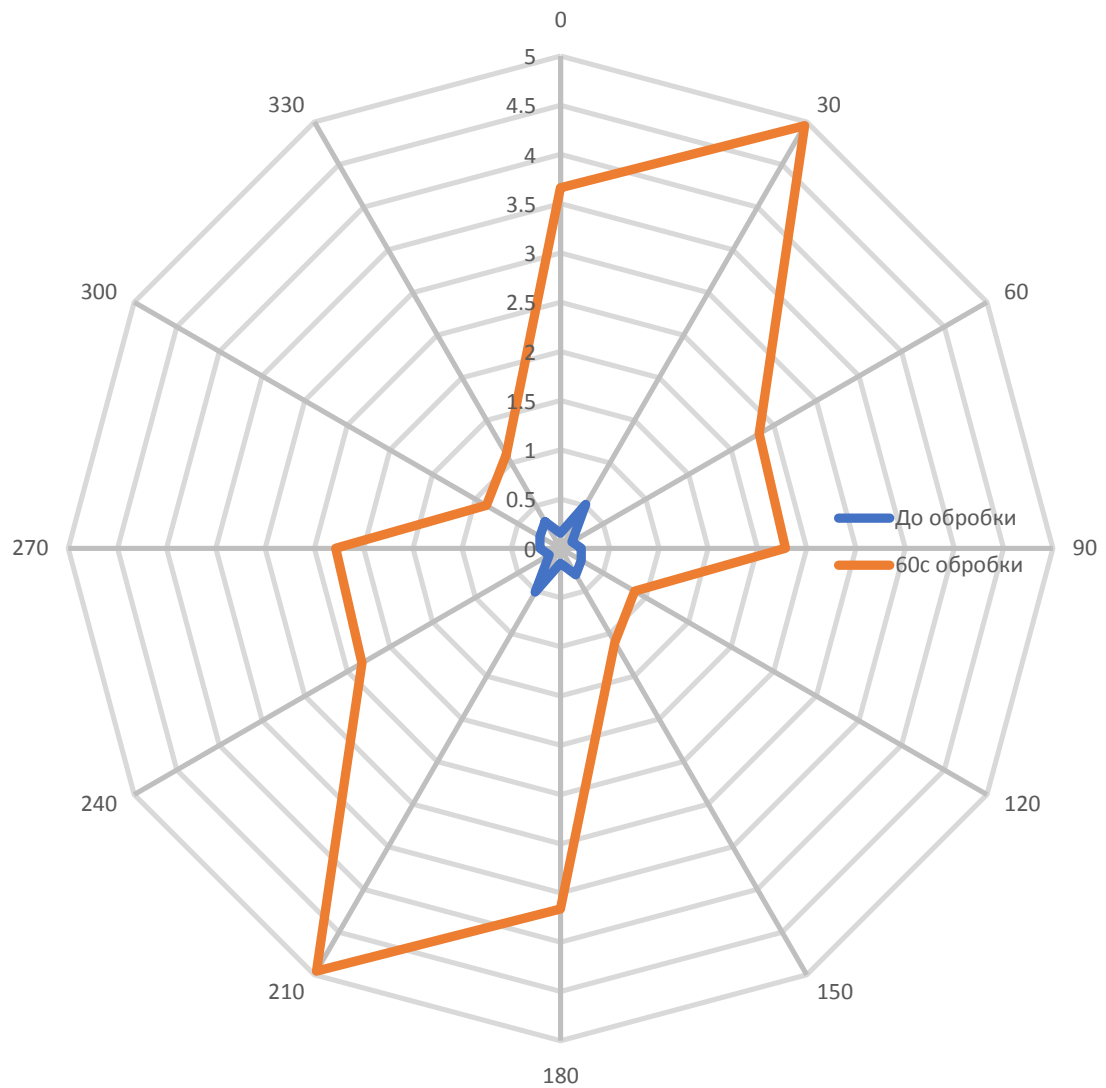


Рис. 9. Залежність величин усереднених значень шорсткості вздовж одного напрямку (з різницею у 180^0) від напрямку вимірювання до та після сульфідної обробки

Аналіз значень шорсткості у коловій пелюстковій діаграмі до обробки показує, що величини R_a в усіх напрямках приблизно однакові. Це означає, що для характеристики якості вихідної поверхні GaAs можна використовувати середнє значення R_a .

Аналіз значень шорсткості у коловій пелюстковій діаграмі після обробки показує, що величини R_a у деяких напрямках мають набагато більші значення ніж в інших. Це означає, що для характеристики якості обробленої поверхні

GaAs не можна використовувати середнє значення R_a . Різницю у значеннях R_a можна пояснити утворенням на поверхні сполуки Ga_2S_3 , яка має гексагональну ґратку. В цьому випадку, значення шорсткості у двох взаємно перпендикулярних напрямках у самих неоднорідностях, які мають гексагональну ґратку, будуть суттєво відрізнятися одне від одного.

Для перевірки цієї гіпотези були проведені вимірювання значень шорсткості в однорідній і неоднорідних частинах поверхні до та після довготривалої сульфідної обробки у двох взаємно перпендикулярних напрямках, які давали найбільше та найменше значення параметру R_a .

На рис. 10 наведено мікрофотографію поверхні *n-GaAs* з неоднорідностями, які з'явилися після сульфідної обробки на протязі 60 с. Розміри наведених зображень дорівнюють 5 нм по осі OX та 5 нм по осі OY.

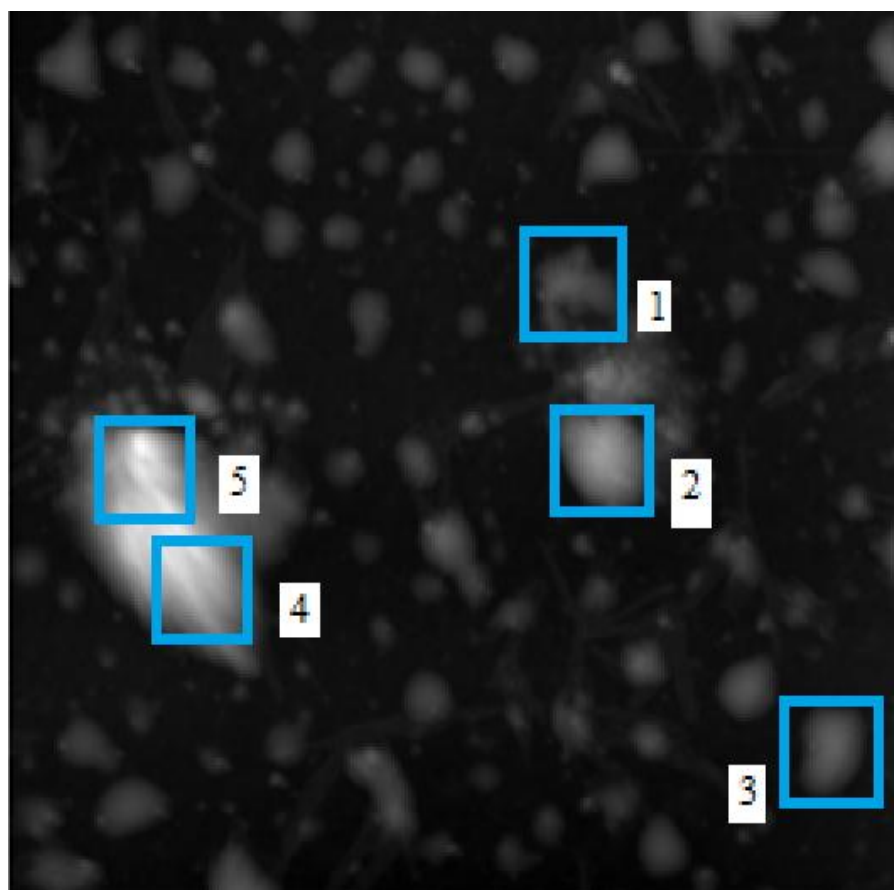


Рис. 10. Мікрофотографія поверхні *n-GaAs* з неоднорідностями(1-5)
після сульфідної обробки тривалістю 60с

У табл. 3 наведено значення R_a в залежності від напрямку вимірювання параметру у різних неоднорідностях, які утворилися на поверхні $n\text{-GaAs}$ після сульфідної обробки тривалістю 60 с

Табл. 3. Залежність значення R_a від напрямку вимірювання параметру у однорідній зоні та на різних неоднорідностях, що утворилися на пластині $n\text{-GaAs}$ після сульфідної обробки тривалістю 60 с

Кут, град	R_a , нм					
	Однорідна зона	Неоднорідності				
		№ 1	№ 2	№ 3	№ 4	№ 5
0	0,7	3,3	6,1	3,7	10,3	11,7
90	0,5	3,0	6,2	3,2	4,9	5,2

Аналіз даних табл. 3 показує, що неоднорідності поділяються на два групи. До першої групи відносяться неоднорідності, для яких характерні достатньо низькі і майже однакові значення R_a у двох взаємно перпендикулярних напрямків. Ця група неоднорідностей має значення R_a більше, ніж в однорідних частинах і на пластині до обробки.

До другої групи відносяться неоднорідності, для яких є характерною досить значна відмінність значень R_a в одного напрямку від значень R_a у перпендикулярному до нього напрямку. Ця група неоднорідностей з'являється після довготривалої обробки протягом 60с і більше. Ці неоднорідності можна пов'язати з появою на поверхні $n\text{-GaAs}$ сполуки Ga_2S_3 , який має гексагональну кристалічну решітку.

Висновки

1. До основних параметрів, які характеризують структуру поверхні, відносяться наступні: середня шорсткість, середньоквадратична шорсткість, максимальна висота шорсткості, максимальна глибина впадини шорсткості.
2. Внаслідок довготривалої сульфідної обробки відбуваються суттєві зміни морфології поверхні $n\text{-GaAs}$, що проявляються у збільшенні середнього арифметичного значення відхилення профілю та появі локальних неоднорідностей.
3. Для локальних неоднорідностей першої групи характерні близькі значення шорсткості для довільного напрямку вимірювання, що може свідчити про кубічну ґратку цих неоднорідностей.
4. Для локальних неоднорідностей другої групи властива значна відмінність між значеннями шорсткості у двох взаємно перпендикулярних напрямках.
5. Властивості другої групи локальних неоднорідностей можна пояснити утворенням сполуки Ga_2S_3 , яка має гексагональну ґратку.

ЛІТЕРАТУРА

1. В.С. Антонюк, Г.С. Тимчик, Ю.Ю.Бондаренко [та ін.]. Методи та засоби мікроскопії. - Київ: НТУУ "КПІ", 2012. - 336 с.
2. М.В. Лебедев. Модификация атомной и электронной структуры поверхности полупроводников $A^{III}B^V$ на границе с растворами электролитов. // Физика и техника полупроводников. - 2020. – Т.54, №7. - С. 587-630.
3. Binnig G. Scanning tunneling microscopy: from birth to adolescence / G.Binnig, H.Rohrer // Rev. Mod. Phys. -1987. - V. P. 615.
4. Іванців Р.Д., Дупак Б.П. Методи дослідження поверхні зразка за допомогою атомно-силового мікроскопу на основі кантелевера механічного типу. Науковий вісник НЛТУ. – Львів: НЛТУ, 2013. – С. 144 – 148.
5. В.С. Антонюк, Г.С. Тимчик, О.В. Верцанова [та ін.]. Мікроскопія в нанотехнологіях. – Київ : НТТУ «КПІ», 2014. – 258 с.
6. В.В. Квасницький, А.В. Чорний. Триботехніка та основи надійності машин: Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт для студентів напрямку 6.050504 «Зварювання». – Київ: НТУУ "КПІ", 2011. – 41 с.
7. Руководство пользователя Gwyddion. – <http://gwyddion.net/documentation/user-guide-ru/index.html>
8. Програмне забезпечення FemtoScan Онлайн. – <http://www.nanoscopy.net/rus/products/software/femtoscanner.php>.
9. The Scanning Probe Image Processor, SPIP. – <http://www.imagemet.com/index.php?main=products>.
10. WSXM: Програмне забезпечення для скануючої зондової мікроскопії та інструмент для нанотехнологій. – https://www.researchgate.net/publication/6328306_WSXM_A_Software_for_Scanning_Probe_Microscopy_and_a_Tool_for_Nanotechnology
11. Сеницына О.В. Обработка и анализ данных зондовой микроскопии. Обзор программного обеспечения. – Нано- и микросистемная техника, 2007, № 2, с. 2–7.

12. Федоров П. И. Галлия арсенид // Химическая энциклопедия : в 5 т. / Гл. ред. И. Л. Кнунянц. — Москва: Советская энциклопедия, 1988. — Т. 1: А—Дарзана. — 623 с.
13. В.Н. Бессолов, М.В. Лебедев. Халькогенидная пассивация поверхности полупроводников $A^{III}B^V$. // Физика и техника полупроводников. — 1998 — Т. 32. № 11. — с.1281-1295.
14. Y.A. Suchikova, V.V. Kidalov, G.A. Sukach. Morphology of porous n InP (1) obtained by electrochemical etching in HCl solution. // Functional Mater. — 2010 — 17, № 1 — 4 с.
15. Атомно-силовой микроскоп NT-206: Руководство по эксплуатации. — Гомель: ОДО “Микротестмашины”, 2004. — 66 с.