

35273 számú OTKA zárójelentés

Témavezető neve: Dózsa László

A téma címe: SiC és más nagy tiltott sávú félvezető anyagok kutatása

A kutatás időtartama: eredetileg 4 év, 2001 -2004 volt, a KO-3654/2005 ikt. sz. 2005. február 18. keltezésű halasztási engedéllyel 2005. december 31.

Résztvevő kutatók

Badaljan Edvard	MTA MFA
Molnár György	MTA MFA
Somogyi Károly	MTA MFA
Szentpáli Béla	MTA MFA
Tóth Attila	MTA MFA

Egyéb résztvevők:

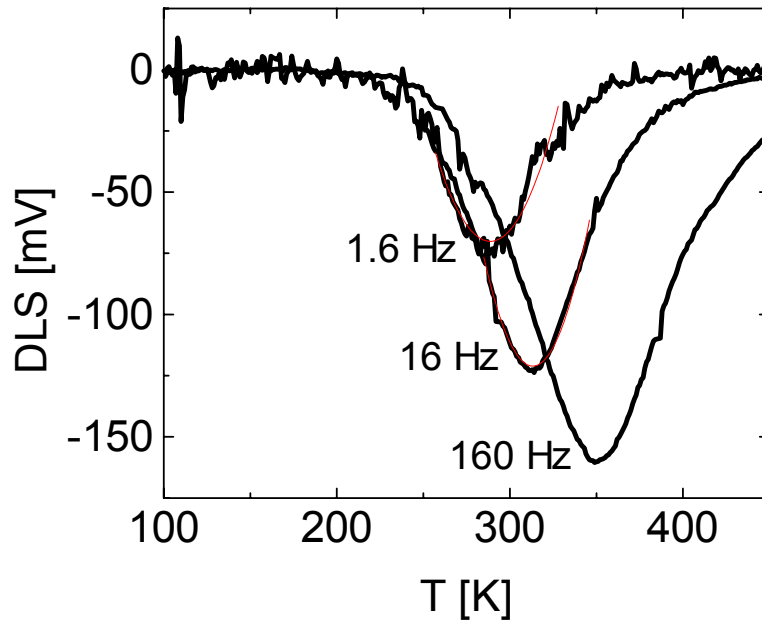
Majoros Ákos	mérnök	MTA MFA
Ferencz János	mérnök	MTA MFA
Ficzere István	műszerész	MTA MFA

A pályázatban tervezett 850°C-ig fűthető mintatartó (Kurt J. Lesker NEOFPP™ SUBSTRATE HEATER, és az ehhez tartozó hőmérsékletszabályozó (NEOPTC2 TEMP CONTROLLER) beszerzése a szerződés szerinti összegből nem volt lehetséges. Ezekre a feladatokat saját kivitelezésben oldottuk meg. Ez többletfeladatokkal és idővesztéssel járt, de hosszabb távon az eredmények megtérülhetnek, és a továbbfejlesztés lehetséges.

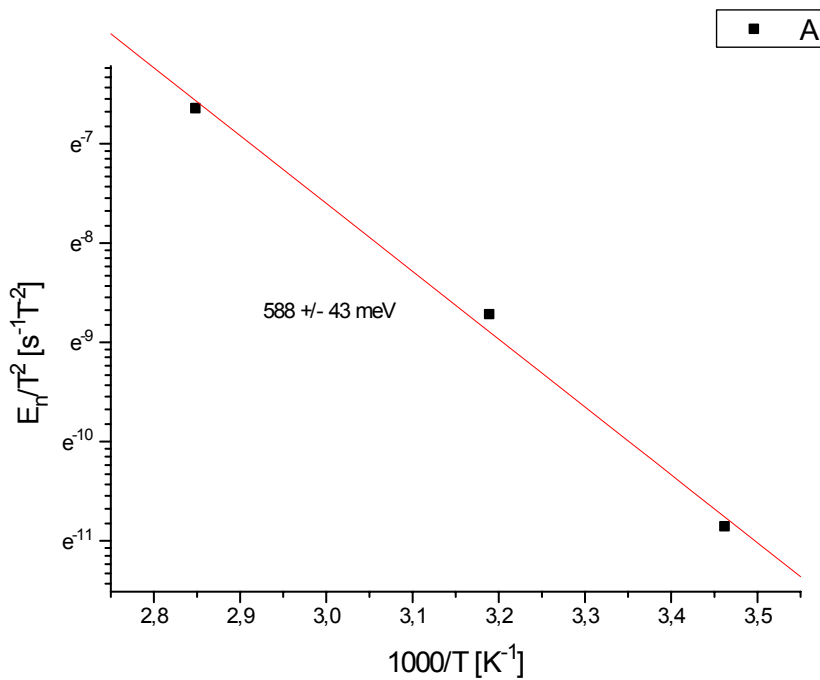
A 2001 évben fő feladata a mintakészítési technológia és a mérési eljárás kidolgozása-fejlesztése volt, mivel a nagy tiltott sávú anyagokhoz a szilíciumban megszokottnál lényegesen magasabb hőmérsékletű -jellemzően 500-600 °C -mérésekre van szükség.

SiC anyagra az elektromos mérésekhez alkalmas ohmos és egyenirányító kontaktus-készítési technológiát dolgoztunk ki. Az ohmos kontaktust párologtatott Ni réteg hőkezelésével alakítottuk ki 30 perc 950 °C hőkezeléssel formáló gázban. A hőkezelés idejének és hőmérsékletének optimalizálásához a hőkezelést egyre magasabb hőmérsékleten végeztük, és a hőkezelések között a SiC minták elektromos tulajdonságait I-V és C-V mérésekkel vizsgáltuk. A vizsgált SiC anyagon a ponthibákat a nagy adalékkoncentráció miatt ($10^{19}/\text{cm}^3$) Schottky átmenetben nem lehetett megbízhatóan vizsgálni, mert ennél a koncentrációnál már az alagúteffektus dominálja a vezetést. Ezért a ponthibák méréséhez MOS szerkezeteket készítettünk, amihez száraz oxidálási eljárást dolgoztunk ki.

Az 1.a ábra a SiC MOS szerkezeteken mért DLTS spektrumokat mutatja különböző ismétlési frekvenciáknál. Az 1.b ábra a DLTS csúcspozíciókhoz illesztett Arrhenius plotot mutatja.



1a ábra



1b ábra

DLTS mérésekkel az irodalomban megfigyelt ponthibákat azonosítottuk. A SiC anyaggal kapcsolatos publikációk alacsony számát a saját fejlesztésű, részekre bontott támogatású, berendezés építéssel járó feladatok magyarázzák.

A rendelkezésre álló SiC anyagok morfológiáját Makyoh és elektronmikroszkópos módszerrel vizsgáltuk. Ezek a vizsgálatok azt mutatták, hogy a szeletek rossz minőségűek, a növesztett kristály széléről származnak, nagyszámú makroszkópikus hibát tartalmaznak- zárvány,

bemaródás stb. - így ezek az anyagok elsősorban a mintakészítési technológia kidolgozására voltak alkalmasak. A kutatáshoz továbbiakban jobb minőségű anyagot terveztünk használni, de a SiC drága anyag, és a mérőrendszer fejlesztése mellett nem áll rendelkezés SiC gyártás vagy eszközfejlesztés.

2002-ban a beruházás fő feladata a magas hőmérsékletű (500-600 °C) mérésekhez hőmérsékletszabályozott mintakamra megépítése, mivel a beruházási keretek nem tették lehetővé ennek beszerzését sem. A magas hőmérsékletű mérőkamrához egy folyékony N₂ hőcserélő készült el. A folyékony N₂-t forralással juttatjuk a hőcserélőbe. A fűtőegységet egy 200W-os tápegységgel hajtottuk meg, amelyet a Lakeshore hőmérsékletszabályozó kimenő feszültségével vezéreltünk a hőmérséklet szabályozásához. Ez a teljesítmény 500°C hőmérsékletig fűtötte fel a mintatartót 90 perc alatt.

2003 év fő feladata a mintakamra hőmérséklet-szabályozásának megvalósítása volt, amit sikeresen teljesítettünk, amit egy GPIB vezérlésű Lakeshore hőmérsékletszabályozóval oldottuk meg, amelynek fűtésvezérlő kimenete egy hagyományos tápegység kimenő feszültségét vezérelte, ami a MgO szigetelésű koaxiális fűtőhuzalon 200 W teljesítményt adott le. A mérési adatgyűjtést, kiértékelést, mérésvezérlést különálló berendezésekkel oldottuk meg.

A z állóeszközre fordítható összeg részletekben történő átutalásának bevezetése 2003 évtől gondokat okozott, mert mire a beruházási összeg megérkezett már év végi takarékosági intézkedésekre volt szükség. A beruházási tételek nagy száma a saját kivitelezésű, és alkotórészenként beszerzett mérőrendszer fejlesztésből, illetve a meghibásodott alkatrészek pótlásából adódik.

A résztvevők közül Somogyi Károly nyugdíjba vonult, az MTA MFA 2004-ben átszervezésre került 2004 elején. 2004 évben olyan események történtek, amelyek miatt kértem a futamidő módosítását 2005 december 31-ig. A Lakeshore hőmérsékletszabályozó és a DOS operációs rendszerű számítógép meghibásodott. Ezek indokoltá tették a mérési rendszer átalakítását. Ennek keretében 2004 végén új PCI alapú mérőkártyát, és usb csatolású IEEE mérőkártyát szereztünk be. Ezek vezérlésére át kellett térni a Windows operációs rendszerhez kötött Labview mérésvezérlő szoftver alkalmazására, amit más OTKA pályázattal közösen szereztünk be 2004 év végén. A megvásárolt programcsomag a Labview Builder segítségével lehetővé teszi Windows alapú mérésvezérlő alkalmazások fejlesztését. A korábban vásárolt számítógép ezzel a magas hőmérsékletű mérőrendszer része lett, mert a régi 486-os gépeken - amelyekkel korábban a DOS alapú méréseket végeztük - nem alkalmas a Labview

alkalmazások futtatására, mert a minimum követelmény a Windows 2000 operációs rendszer. Ezért új számítógép került beszerzésre.

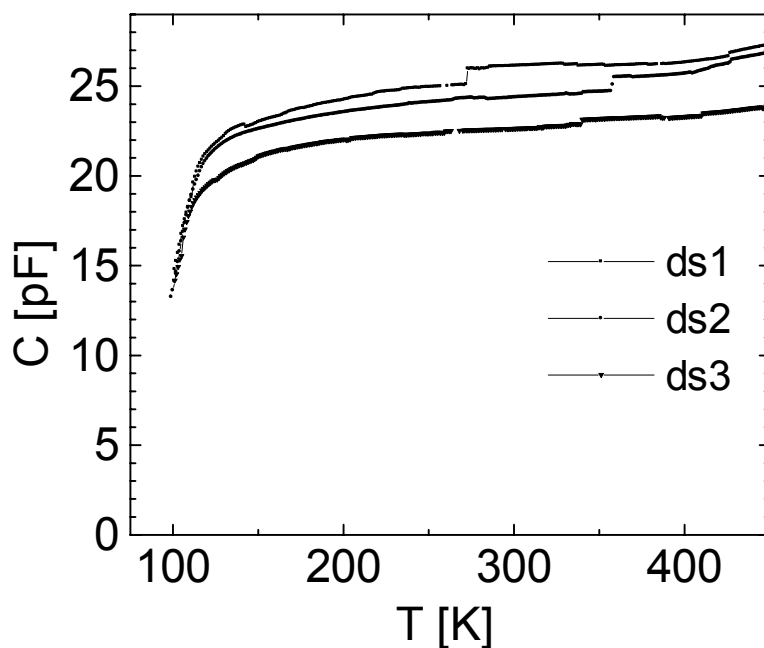
A pályázathoz kapcsolódik a DLS83D mérőberendezéshez kriosztát beszerzése volt a GVOP 3-2-1-322 pályázat keretében 2005 év során. Ennek keretében 80-550 K hőmérséklet tartományon a SEMILAB DLS83D mélynívó spektrométerhez integrált kriosztát került beszerzésre. Ez a kriosztát hőmérsékletben jelentősen elmarad a pályázatban megvalósított 500 °C hőmérséklettől, azonban ez a kutatómunkát jobban segítő kiforrott berendezés. A pályázatban megvalósított magas hőmérsékletű mérőkamrában alkalmazott megoldások lehetővé teszik a hőmérséklettartomány szélesítését, de a SEMILAB jelenlegi kriosztát gyártási technológiája mellett ezeknek a pályázatban használt megoldásoknak nem lehetségesek, de távlatilag pályázatban kidolgozott megoldások reményeink szerint beépülhetnek egy későbbi kriosztát fejlesztésbe.

A pályázatban a hőmérséklet szabályozást 2004 év végéig a Lakeshore hőmérséklet szabályozóval valósítottuk meg, ami meghibásodott 2004 végén, ezért a megvásárolt NI 6014 mérőkártyával oldottuk meg a szabályozást. (Talán megjegyzést érdemel: A Lakeshore hőmérséklet szabályozót 2005 végére sikerült megjavíttatni. Hibája az volt, hogy az egyik integrált áramkör egy integrált Li elemet tartalmaz, amely kimerülésével a benne tárolt program is elveszik. De ez a leírásból nem derült ki, és a javításhoz ki kellett küldeni az USA-ba.) Ehhez analóg jellel vezérelhető tápegységeket szereztünk be, amelyek egyrészt a folyékony N₂ hűtését, másrészt a mintatartó fűtését valósítják meg a mérőkártya analóg kimentének felhasználásával. A Labview szoftver használatával a komplett mérésvezérlés még további munka szükséges, Ehhez a munkához 2006-tól kezdődően két diplomamunkás és egy önálló labor tanuló kapcsolódott be a programozási munkába. A programfejlesztés során a mérésvezérlés egyes elemeire önállóan is használható modulok készülnek, ami más mérő rendszerekben is hasznosul. Így például Pt ellenállás hőmérséklet mérés, Pirani vákuummérő vezérlés, és több csatornás adatgyűjtés az NI 6014 mérőkártyával. Összegezve: a magas hőmérsékletű mérőrendszer fejlesztés összegezve: a kényes berendezés fejlesztés nagyon nehézkes és lassú dolog, nem vállalnám még egyszer.

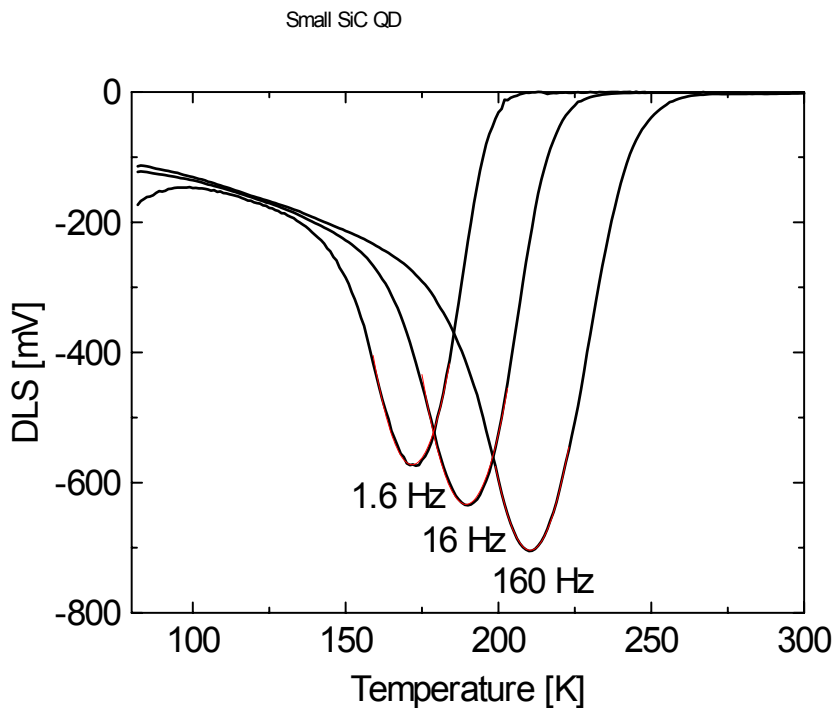
A pályázat során a tudományos tevékenység és magas hőmérsékletű mérőkamra fejlesztése nem volt szinkronban. A jelenleg kutató elektronikai eszközök és nemzetközi együttműködéseink nem igényelték a magas hőmérsékletű méréseket. Ahol pedig SiC kutatásokat végeznek, egy DLTS mérés kedvéért nem adnak ki fejlesztés alatt lévő SiC eszközöket. Ezért a kutatómunka elsősorban Pármában molekulásugaras epitaxiával,

Prágában fém-organikus gőzfázisú epitaxiával (MOVPE) előállított III-V kvantumszerkezetekre és az MTA MFA-ban készített béta-FeSi₂ kvantumszerkezetekre irányult. Ezekben a kutatásokban jelentős szerepe volt a mikroszkópiának, aminek során elektronmikroszkópos és atomerő mikroszkópos méréseket végeztünk, illetve Cataniában kapacitás mikroszkópos mérésekkel kezdtük meg az elektromos tulajdonságok mikroszkópos analízisét. Ezen a területen az Fe szennyezés eloszlásnak mikroszkópos meghatározására a kapacitás mikroszkópos eljárás alkalmasnak tűnik, de még további kísérletek szükségesek a területen. A pályázatban kidolgozott SiC mintakészítési eljárást sikeresen alkalmaztuk epitaxiális SiC szeleten mérőminták készítésére SEMILAB részére, reményeink szerint ez későbbiekben elvezethet tartalmasabb együttműködéshez is.

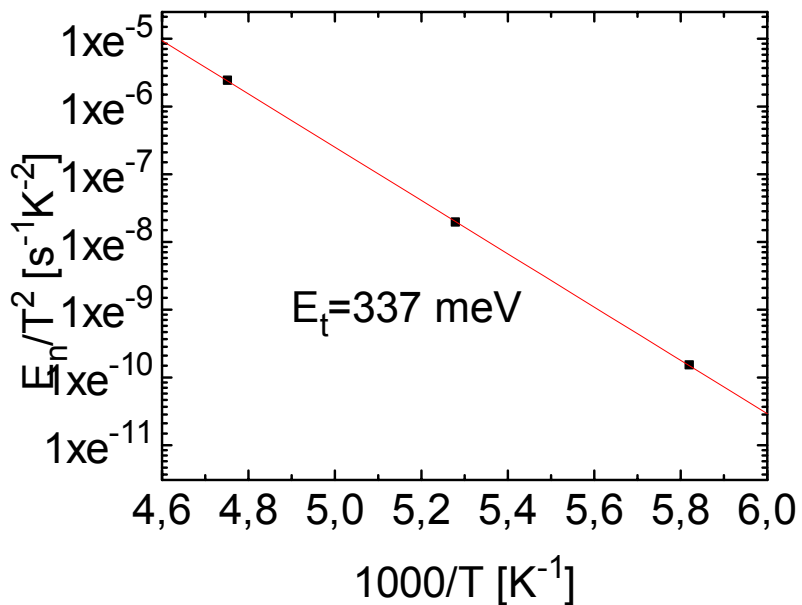
A SiC anyag kutatás tudományos eredményeinek illusztrálására mutatok be egy példát az alábbi ábrákon. Ezek a mérések a Műegyetemen készült SiC szemcséket tartalmazó szilícium MOS szerkezeteken. A 2a ábra mért C-T függést mutat. A 2b és 2c ábrák a szerkezeten mért DLTS spektrumot és az ehhez tartozó Arrhenius plot-ot mutatják.



2a ábra



2b ábra



2c ábra

Ennek alapján a mért ponthiba az irodalomban C-C párként azonosítható. Azonban a csúcs megjelenése a SiC szemcsék előállításától függ, 5 % CO-t tartalmazó gázból jelentek csak meg, a 100 CO -ban hőkezelt szeleteken nem jelentek meg. Az effektus további kutatása így nem további vezetett további publikációra, de a szemcsék kialakulási mechanizmusának megértésében ezeknek a ponthiba méréseknek fontos szerepe lehet.

