Vilniaus universitetas Fizikos fakultetas Fotonikos ir nanotechnologijų institutas

Laimonas Deveikis

REKOMBINACINIŲ CHARAKTERISTIKŲ TYRIMAI SI DALELIŲ DETEKTORIŲ DARINIUOSE IR SI PADĖKLUOSE

Magistrantūros studijų baigiamasis darbas

Medžiagotyros ir puslaidininkių fizikos studijų programa

Studentas

Leista ginti Darbo vadovas

Instituto atstovas

Laimonas Deveikis

2018.05.25 dr. Tomas Čeponis

prof. Eugenijus Gaubas

Turinys

Įvadas3
I. Defektai Si dariniuose
I.1. Technologiniai defektai Si darinių tūryje ir paviršiuje5
I.2. Radiaciniai defektai Si
I.3. Si paviršiaus pasyvavimo technologijos8
I.4. Defektų įtaka Si dalelių detektorių charakteristikoms9
I.5. Defektų Si padėkluose įtaka MOCVD AlGaN/GaN prietaisų charakteristikoms 11
II. Ištirti bandiniai
II.1. Si dalelių detektorių dariniai12
II.2. Si padėklų dariniai 14
III. Tyrimų metodikos14
III.1. Mikrobangomis zonduojamo fotolaidumo kinetikų metodo pagrindai14
III.2. Paviršinės rekombinacijos greičio įvertinimo principai
III.3. Mikrobangomis zonduojamo fotolaidumo kinetikų metodo eksperimentų įranga 18
III.4. Giliųjų lygmenų nenuostoviosios spektroskopijos metodo pagrindimas
III.5. Hera – DLTS system FT 1030 spektrometras23
IV. Rekombinacinės charakteristikos Si dalelių detektorių dariniuose
IV.1. Rekombinacinės charakteristikos pasyvuotuose ir nepasyvuotuose Si dalelių detektorių dariniuose
IV.2. Al ₂ O ₃ ir Si ₃ N ₄ paviršių pasyvavimo sluoksnių efektyvumo ilgaamžiškumo tyrimas Si dalelių detektorių dariniuose
V. Si padėklų darinių tyrimai
V.1 Rekombinacinės charakteristikos Si padėklų dariniuose
V.2. DLTS spektrai Si padėklų dariniuose35
VI. Išvados
Literatūros sąrašas
Summary

Įvadas

Silicis yra viena plačiausiai naudojamų puslaidininkinių medžiagų elektronikos prietaisų formavimui dėl santykinai žemos kainos, aukštos kokybės bei išvystytos prietaisų gamybos technologijos [1]. Silicio pagrindu pagaminti dalelių detektoriai plačiai taikomi aukštųjų energijų bei branduolinės fizikos eksperimentuose [2,3]. Standartiniai didelio ploto dalelių detektoriai turi plačias (apie 1 mm) neaktyvias sritis periferijoje [2,3], kurios sudaro didele dalį viso detektoriaus ploto. Siekiant padidinti detektorių aktyvaus ploto dalį būtina pašalinti neaktyvias sritis periferijoje. Siam tikslui yra taikomas įrėžimo-nuskėlimo-pasyvavimo (scribe-cleave-passivate (SCP)) [4] būdas, kuomet neaktyvi detektoriaus sritis yra mechaniškai nuskeliama prieš tai kontroliuojamų parametrų lazerine spinduliuote detektoriaus struktūroje įrėžus (pažymėjus) lūžio liniją. Siekiant sumažinti paviršinę nuotėkio srovę, suformuotų detektorių struktūrų nuskeltos briaunos yra pasyvuojamos pasitelkiant žemos temperatūros technologijas. Paviršinės rekombinacijos greitis nusako pasyvavimo efektyvumą bei koreliuoja su paviršinė nuotėkio srove [5]. Todėl siekiant išvystyti patikimas technologijas didelio aktyvaus ploto dalelių detektorių su maža neaktyvia sritimi gamybai, būtina kontroliuoti paviršinės rekombinacijos greiti bei pasyvavimo kokybės ilgaamžiškumą skirtingais režimais pasyvuotuose dariniuose. Nemažiau svarbus yra ir pasyvuojančių sluoksnių radiacinis atsparumas [6].

Pastaraisiais metais GaN epitaksinių sluoksnių auginimas ant silicio padėklų įvairiems taikymams [7-9] įgavo didelį susidomėjimą dėl santykinai mažos Si padėklų kainos. Siekiant aukštos kokybės GaN sluoksnių, pirmiausia ant Si užauginamas AlN buferinis sluoksnis [10]. Tačiau AlN/Si sandūroje bei Si paviršiuje susidarę elektriškai aktyvūs defektai gali pabloginti pernašos charakteristikas ir nulemti pramušimo įtampos sumažėjimą GaN pagrindu pagamintuose prietaisuose [11-12]. AlN/Si sandūroje susidariusių elektriškai aktyvių defektų tyrimai buvo pateikti kelete darbų, pvz. [12-14] bei aptarta jų įtaka didelio elektronų judrio tranzistorių (HEMT) parametrams. Tačiau Si padėklo paviršiuje dėl priemaišų difuzijos susidarančių defektų tyrimų nėra daug. Siekiant pagaminti kokybiškus ir patikimus prietaisus svarbu ištirti ir Si padėklo paviršiuje susidarančius elektriškai aktyvius defektus bei jų nulemtus rekombinacinių charakteristikų kitimus.

Nepusiausvirųjų krūvininkų gyvavimo trukmė yra vienas svarbiausių ir jautriausių medžiagos kokybę nusakančių dydžių [15], kuris yra susietas su medžiagos defektų parametrais (aktyvacijos energija, pagavimo skerspjūviu) bei defektų tankiu [16]. Šiame darbe krūvininkų rekombinacijos charakteristikų tyrimams buvo pasitelktas nesąlytinis mikrobangomis zonduojamo fotolaidumo kinetikų (MW-PC) metodas [16].

Elektriškai aktyvių defektų charakterizavimui Si dažnai taikomas giliųjų lygmenų nenuostoviosios spektroskopijos (*Deep Level Transient Spectroscopy* – DLTS) [17] metodas. DLTS

yra kontaktinis metodas, pasižymintis dideliu jautriu ir leidžiantis nustatyti elektriškai aktyvių defektų nulemtų giliųjų lygmenų padėtis draustinių energijų tarpe, krūvininkų pagavimo skerspjūvius bei defektų koncentracijas [17]. Šis spektroskopijos metodas pagrįstas sandūrinės struktūros (dažniausiai matuojamos Šotkio arba *pn* sandūros) nuskurdintos srities talpos bei srovės kitimų, dėl termiškai iš gaudyklių emituotų krūvininkų, matavimu, keičiant temperatūrą.

Šio darbo tikslas yra ištirti rekombinacines charakteristikas Si dalelių detektorių dariniuose ir Si padėkluose bei charakterizuoti vyraujančias priemaišas Si padėkluose. Šio tikslo įgyvendinimui buvo suformuluoti šie uždaviniai: i) išmatuoti ir išanalizuoti nepusiausvirųjų krūvininkų relaksacijos kinetikas nepasyvuotuose ir skirtingais sluoksniais pasyvuotuose Si dalelių detektorių dariniuose pasitelkiant MW-PC metodą, nustatyti charakteringas nepusiausvirųjų krūvininkų relaksacijos trukmes ir paviršinės rekombinacijos greičius; ii) išmatuoti ir išanalizuoti nepusiausvirųjų krūvininkų relaksacijos kinetikas Si padėkluose pasitelkiant MW-PC metodą ir įvertinti charakteringas nepusiausvirųjų krūvininkų relaksacijos trukmes; iii) išmatuoti ir išanalizuoti DLTS spektrus Si padėkluose ir nustatyti vyraujančius defektus ir priemaišas.

Darbo aprašas yra sudarytas iš įvado, penkių skyrių ir pabaigoje suformuluotų pagrindinių darbo išvadų. Pirmame skyriuje aptarti defektų tipai Si dariniuose bei paviršiaus pasyvacijos technologijos. Antrame skyriuje trumpai aprašyti darbe ištirti bandiniai. Trečiame skyriuje aprašytos mikrobangomis zonduojamo fotolaidumo kinetikų bei giliųjų lygmenų nenuostoviosios spektroskopijos metodikų pagrindiniai principai ir tyrimams pasitelkta aparatūra. Ketvirtame ir penktame skyriuose yra pateikti ir aptarti atliktų tyrimų Si dalelių detektorių ir Si padėklų dariniuose rezultatai, atitinkamai. Pabaigoje suformuluotos pagrindinės atlikto darbo išvados.

I. Defektai Si dariniuose

Kristale esančių defektų, susidariusių kristalo auginimo ar pačių struktūrų gamybos metu, savybės yra svarbios elektronikos inžinerijoje, nes pastarieji nulemia prietaisų charakteristikų nukrypimus lyginant su charakteristikomis esant idealiam kristalui. Įprastai tiriama ne tik defektų prigimtis ir jų parametrai, bet ir ieškoma technologinių sprendimų, kaip sumažinti defektų tankį ar kitaip pasyvuoti jų sąlygojamus charakteristikų kitimus.

I.1. Technologiniai defektai Si darinių tūryje ir paviršiuje

Defektai, susidarantys kristalo auginimo metu, gali būti skirstomi pagal jų dimensijas:

- Taškiniai defektai susiję su vieno atomo užimama vieta, pvz.: vakansijos, pakaitiniai ar įterptiniai (*angl. insterstitial*) atomai.
- Vienos dimensijos, arba linijiniai defektai susiję su kryptimi, pvz.: dislokacijos.
- Dviejų dimensijų, arba planariniai defektai susiję su plotu. Planariniai defektai atsiranda dėl kristale esančių atskirų sričių, kurių kristalografinė orientacija yra skirtinga.
- Trijų dimensijų, arba tūriniai defektai susiję su tūriu. Pvz.: įskilimai, nanovamzdeliai, precipitatai.

Taškiniai defektai įprastai susidaro kristalui augant arba dėl šiluminio ar radiacinės spinduliuotės poveikio. Šie defektai susiję su kristalo atomo postūmiu arba pakeitimu vieno kristalinės gardelės narvelio aplinkoje.

Dėl kristalo gardelės virpesių, taškiniai defektai gali migruoti kristale. Taškinių defektų (priemaišinis atomas esantis tarp gardelės atomų (1) ar pakeičiantis gardelės atomą (2), vakansija (3), savitasis atomas įsiterpęs tarp gardelės atomų (4)) pavyzdžiai yra pateikti 1.1 pav.



1.1 pav. Taškinių defektų pavyzdžiai: priemaišinis atomas įsiterpęs tarp gardelės atomų (1), priemaišinis atomas pakeičia gardelės atomą (2), vakansija (3), savitasis atomas įsiterpęs tarp gardelės atomų (4) [15].

Išplitę defektai formuojasi, kai susidaro kitos fazės (kristalo orientacijos, kitos medžiagos ar junginio) makroskopinėms sritims (precipitatams) kristale, taip pat, kai susidaro dislokacijos. Sankaupinių (išplitusių) defektų (dislokacija (5)-(6), precipitatas (7)) pavyzdžiai pateikti 1.2 pav.



1.2 pav. Sankaupiniai defektai, kristalo dislokacija – (5)-(6), precipitatas – (7) [15].

Tūrinius defektus neretai yra sunku atskirti nuo taškinių defektų. Pavyzdžiui, nanovamzdeliai (priskirtini tūriniams defektams) susidaro išilgai kristalo augimo krypties ir yra sunkiai atskiriami nuo dislokacijų. Tūrinius defektus gali lemti kristalo poliariškumo, vidinio elektrinio lauko ar kristalografinių krypčių pokyčiai kristalo viduje. Tūriniais defektais taip pat laikomi įvairūs kristalo pažeidimai, įtrūkimai ir t.t., galintys atsirasti tiek gamybos metu, tiek po to.

Kristalo paviršiuje dėl nutrūkusių atominių ryšių taip pat gausu defektų, kurie nulemia energijos lygmenų, kurie gali veikti kaip rekombinacijos ar prilipimo centrai, susidarymą draustinių energijų tarpe. Todėl krūvininkų rekombinacija ties paviršiumi yra spartesnė, nei kristalo tūryje.

Siekiant sumažinti defektų koncentraciją kristaluose, jie gali būti iškaitinami aukštose temperatūrose. Tuomet, į klasterius susikaupę defektai, pavyzdžiui, tokie kaip vakansijos ir dislokacijos, įgavę šiluminės energijos, pasidaro mobilūs ir gali tarpusavyje rekombinuoti ar migruoti kristale.

I.2. Radiaciniai defektai Si

Radiacinė spinduliuotė (priklausomai nuo tipo ir energijos) sąveikaudama su medžiaga sukelia joje pažeidimus. Galima išskirti du pagrindinius pažeidos mechanizmus [18]: i) jonizacinė pažeida, kuomet priklausomai nuo fotono energijos pasireiškia fotoelektrinis, Komptono efektai arba krūvininkų porų kūrimasis; ii) atomų poslinkį sukelianti pažeida, kai atomas yra išmušamas iš gardelės mazgo, o to pasekoje susidaro vakansija ir įterptinis atomas. Vyraujantys jonizacinės pažeidos mechanizmai kintant spinduliuotės energijai bei švitinamos medžiagos atominiam skaičiui Z iliustruoti 1.3 pav. Energijos dalis, kurią dalelė praranda sudarydama gardelės pažeidimus, vadinama nejonizaciniais energijos nuostoliais.



1.3 pav. Jonizacinės pažeidos mechanizmai kintant spinduliuotės energijai bei švitinamos medžiagos atominiam skaičiui Z. Punktyrinė linija atvaizduoja silicio padėtį ties Z = 14. [19]

Elektronai bei gama spinduliuotė dažniausiai nulemia taškinių defektų (vakansijų, įterptinių atomų) susidarymą kristaluose. Tuo tarpu protonų ir neutronų spinduliuotė dėl didesnio sąveikos skerspjūvio gali lemti netvarkių sričių (klasterių) susidarymą.

Medžiagos sluoksnyje dx prarastą jonizuojančios spinduliuotės energiją apibūdina diferencinis energijos pokytis, tiesinės energijos pernašos (*LET* - linear energy transfer) artinyje [18]:

$$-\frac{dE}{dx} = 2Pq^4 Z_1^2 Z_2 N_{at} \frac{M_2}{m} \frac{1}{e} \ln\left(\frac{4E}{E_{eh}}\right).$$
(1.1)

Čia Z_1 ir Z_2 - krintančios dalelės bei švitinamos medžiagos atominiai skaičiai, atitinkamai, N_{at} švitinamos medžiagos atominis tankis, M_2 – švitinamos medžiagos atominė masė, m ir E krintančios dalelės masė ir energija atitinkamai, E_{eh} – vidutinė medžiagos jonizavimo energija (silicyje 3.6 eV), q – elementarusis krūvis, P – medžiagos stabdymo parametras, kuris didėja augant krintančios dalelės energijai.

Eksperimentiškai nustatyta, kad krintančių dalelių energija silicyje vidutiniškai prarandama pagal išraišką [18]:

$$\frac{dE}{dx} = \frac{80}{({}^{\nu}/_{c})^{2}}.$$
(1.2)

čia v ir c – krintančios dalelės bei šviesos greičiai, atitinkamai.

Aukštų energijų dalelės turinčios pakankamai energijos išmušti atomą iš silicio gardelės mazgo gali sukurti vakansijos ir įterptinio atomo defektų kompleksą. Galimos vakansijų ir įterptinių atomų konfigūracijos silicyje pavaizduotos 1.4 pav.



1.4 pav. Taškiniai defektai Si gardelėje trimačiame atvaizdavime skirtingose krūvinėse būsenose bei konfigūracijose: vakansija (viršutinė eilutė), įterptinis į tarpmazgį atomas (vidurinė eilutė) bei įterptinis į mazgą atomas (apatinė eilutė) [18].

Vienai vakansijos ir įterptinio atomo porai silicio kristale sukurti reikia apie 15 – 40 eV [18]. Taigi, viena dalelė su MeV eilių energija jos visos nepraranda sukurdama vieną defekto porą, o atiduoda energiją keliems kristalo atomams, sukurdama keletą defektų. Daugiausia defektų susidaro dalelės įsiskverbimo gylyje, kur ši atiduoda daugiausia energijos.

I.3. Si paviršiaus pasyvavimo technologijos

Paviršinės rekombinacijos procesas, kai laidumo juostos elektronai rekombinuoja su valentinės juostos skylėmis per vieną lygmenį (paviršinę būseną), gali būtis aprašomas Shockley-Read-Hall (SRH) statistika [20]. Rekombinacijos sparta U_S per vieną lygmenį, kurio energetinė padėtis E_t draustinių energijų tarpe, užrašoma taip:

$$U_{s} = \frac{n_{s}p_{s} - n_{i}^{2}}{\frac{n_{s} + n_{1}}{S_{p0}} + \frac{p_{s} + p_{1}}{S_{n0}}},$$
(1.3)

kur

$$n_{1} = n_{i} \exp\left(\frac{E_{t} - E_{i}}{kT}\right), p_{1} = n_{i}^{2} / n_{1}, S_{n0} = \sigma_{n} v_{th} N_{st}, S_{p0} = \sigma_{p} v_{th} N_{st}.$$
 (1.4)

Čia S_{n0} ir S_{p0} yra paviršinės rekombinacijos greičiai elektronams ir skylėms, atitinkamai, n_s ir p_s yra elektronų ir skylių koncentracijos paviršiuje, σ_n ir σ_p yra pagavimo skerspjūviai elektronams ir

skylėms, N_{st} yra paviršinių būsenų skaičius ploto vienete, E_i – Fermi lygmens padėtis savitajam puslaidininkiui, v_{th} – šiluminis krūvininkų greitis, k – Boltsmano konstanta, T – absoliuti temperatūra, n_i – savitųjų krūvininkų tankis. Pagal 1.3 lygtį akivaizdu, kad yra du fundamentalūs būdai sumažinti paviršinės rekombinacijos greitį [21]: i) paviršinių būsenų tankio mažinimas; ii) elektronų ir skylių koncentracijos mažinimas ties paviršiumi.

Paviršinės rekombinacijos greičio mažinimui Si plokštelių paviršiai yra padengiami pasyvuojančiu tam tikros medžiagos sluoksniu, o pasyvavimo efektyvumas priklauso nuo Si savitosios varžos, laidumo tipo ir paties pasyvuojančio sluoksnio medžiagos ir kokybės. Standartinis terminės oksidacijos aukštoje temperatūroje (~1000 °C) būdas yra tinkamas *n*-tipo laidumo bei mažos savitosios *p*-tipo laidumo Si plokštelių paviršiams pasyvuoti, bet yra mažiau efektyvus mažos savitosios varžos *p*-tipo laidumo Si paviršių pasyvavimui [21]. Tačiau ant mažos savitosios varžos *p*-tipo laidumo Si paviršius, padengto oksidu, užgarinus Al sluoksnį ir iškaitinus ~400 °C temperatūroje, Al oksiduojasi ir susidaro atominis vandenilis (dėl po oksidacijos išlikusio okside vandens), kuris sumažina paviršinių būsenų tankį Si-SiO₂ sandūroje. Be to, dėl išlaisvinimo darbų skirtumo Al dengiamasis sluoksnis atstumia skyles nuo paviršiaus sumažindamas paviršinės rekombinacijos greitį. Kita vertus, aukštatemperatūrė oksidavimo operacija gali nulemti tūrinės rekombinacijos trukmės sumažėjimą, kuris neigiamai paveiktų prietaisų funkcines charakteristikas. Taip pat terminio oksidavimo technologija nėra tinkama dariniams, turintiems suformuotus metalinius elektrodus.

Kaip alternatyva aukštatemperatūrinei oksidavimo technologijai, *n*-tipo Si plokštelių paviršių pasyvacijai yra pasitelkiamas plazma aktyvuoto cheminio nusodinimo iš garų fazės (PECVD) metodas, kuris realizuojamas 350-400 °C temperatūrų intervale [22]. PECVD metodu ant Si paviršiaus nusodinamas SiN_x sluoksnis lemiantis lauko efekto pasyvaciją dėl sandūroje susidarančių teigiamų krūvių. Tuo tarpu *p*-tipo Si plokštelių paviršių pasyvacijai taikomas atominių sluoksnių nusodinimo (ALD) metodas. ALD būdu nusodintas Al₂O₃ sluoksnis sukuria didelį neigiamo krūvio tankį sandūroje [23]. Egzistuoja ir cheminių paviršiaus pasyvavimo metodų, naudojant rūgštis (pvz.: HF, H₂SO₄) ar jodo etanolį [24], tačiau šių metodų efektyvumui labai didelę įtaką daro paviršiaus paruošimas pasyvavimui [21].

I.4. Defektų įtaka Si dalelių detektorių charakteristikoms

Dalelių detektoriai yra plačiai naudojami aukštųjų energijų fizikos eksperimentuose, vykdomuose tokiose organizacijose, kaip CERN, Fermilab, Desy ir kt. [2,3]. Si pagrindu pagaminti

dalelių detektoriai dažniausiai naudojami jungiant juos į matricas, detektuojamų dalelių judesio kiekiui nustatyti, pagal jų skriejimo trajektoriją magnetiniame lauke [2,3].

Si *pin* struktūros dalelių detektoriai (1.5 pav.) veikia visiško nuskurdinimo režime, todėl krūvio surinkimui išnaudojamas visas detektoriaus tūris. Jonizuojančiajai dalelei skriejant pro detektoriaus aktyviąją sritį, savo kelyje ji sukuria elektronų-skylių poras (silicyje tokios poros sukūrimo vidutinė energija yra apie 3.6 eV, o indukuotas krūvis yra proporcingas krintančios spinduliuotės energijai), kurios veikiamos elektrinio lauko juda link elektrodų indukuodamos srovės impulsą išorinėje grandinėje.



1.5 pav. Si pin struktūros dalelių detektoriaus veikimo principo iliustracija.

Formuojant dalelių detektorius bei jiems veikiant radiacinėje aplinkoje neišvengiamai Si detektorių tūryje susidaro elektriškai aktyvūs defektai. Tiek tūriniai, tiek ir neišvengiamai paviršiuje esantys defektai nulemia lygmenų draustinių energijų tarpe susidarymą. Todėl keičiasi pagamintų prietaisų funkcinės charakteristikos [18]. Seklūs lygmenys keičia efektinį legirantų tankį N_{eff} , todėl keičiasi visiško nuskurdinimo įtampa $U_{FD}=w^2eN_{eff}/(2\varepsilon a)$. Vidutinio gilumo lygmenys veikia kaip pagavimo centrai mažinantys krūvio surinkimo efektyvumą $CCE\sim Q(t)=Q_0\exp(-t/\tau_c)$. Gilūs lygmenys, veikiantys kaip generaciniai centrai, nulemia nuotėkio srovės $I_g=en_iwS/\tau_g$ išaugimą, kuri yra ir triukšmų šaltinis. Pateiktose išraiškose w yra diodo bazės nuskurdinta sritis, e – elementarus krūvis, ε_0 ir ε - vakuumo ir medžiagos dielektrinės skvarbos, atitinkamai, Q_0 – pradiniu laiko momentu (t=0) injektuotas krūvis, τ_c ir τ_g – krūvininkų pagavimo ir generacijos trukmės, atitinkamai, n_i – savasis krūvininkų tankis puslaidininkyje, S – sandūros plotas.

Siekiant eliminuoti paviršiuje esančių defektų įtaką detektorių charakteristikoms, pastarieji formuojami paliekant periferijoje santykinai plačias neaktyvias sritis, kurios sumažina efektyvų detektoriaus ploto išnaudojimą [2,3,5,6]. Siekiant padidinti detektorių aktyvaus ploto dalį bei tuo pačiu metu sumažinti paviršiuje esančių defektų įtaką detektorių funkcinėms charakteristikoms, taikomas įrėžimo-nuskėlimo-pasyvavimo (*scribe-cleave-passivate* (SCP)) [4] būdas, kuomet neaktyvi detektoriaus sritis yra mechaniškai nuskeliama prieš tai kontroliuojamų parametrų lazerine

spinduliuote detektoriaus struktūroje įrėžus (pažymėjus) lūžio liniją, o paviršius pasyvuojamas pasitelkiant tinkamą technologiją [4-6,21].

I.5. Defektų Si padėkluose įtaka MOCVD AlGaN/GaN prietaisų charakteristikoms

Pastaraisiais metais GaN epitaksinių sluoksnių auginimas ant silicio padėklų įvairiems taikymams [7-9] įgavo didelį susidomėjimą dėl santykinai mažos Si padėklų kainos.

Epitaksinių sluoksnių auginimo iš metalorganinių junginių garų fazės (MOCVD) metodas pagrįstas auginamos medžiagos pernešimu garų fazėje ant padėklo. Padėklas patalpinamas į reaktorių ir įkaitinamas iki aukštos temperatūros (~1000 °C). Aukštesnei auginamų medžiagų kokybei pasiekti, Si padėklas pradžioje gali būti iškaitinamas, panaikinant natūralų Si oksido sluoksnį, ir nitriduojamas (paprastai NH₃ dujomis) ar paveikiamas silano dujomis 200 – 1000 °C temperatūroje [25,26]. Organometaliniai metalų kompleksai išgarinti vakuume, garintuvuose susimaišo su prekursoriaus (dažnai NH₃) ir nešančiosiomis (paprastai H₂, N₂) dujomis [27] ir yra pernešami į reaktorių. Reaktoriuje organometalinių metalų kompleksai, pasiekę kaitinamą padėklą, termiškai skyla, o iš skilimo produktų ant padėklo formuojami buferinis AlN, suderinamieji Al_xGa₁. _xN sluoksniai, o ant jų – GaN sluoksnis. Garintuvo temperatūra parenkama taip, kad viršytų garinamo organometalinio metalo komplekso garavimo temperatūrą, tačiau neviršytų skilimo temperatūros. Ši temperatūra išlaikoma ir dujų transporto takuose. Reaktoriuje esančio padėklo temperatūra parenkama tokia, kad viršytų organometalinio metalo komplekso skilimo temperatūrą, bet ne per aukšta, kad kompleksas nesuskiltų tūryje dar nepasiekęs padėklo.

Kadangi Si savitoji varža yra didesnė nei GaN, pradžioje ant Si padėklų užauginamas izoliuojantis AlN bei suderinamieji Al_xGa_{1-x}N sluoksniai [10]. Tačiau dėl didelio AlN ir Si padėklo gardelės konstantų nesutapimo neišvengiamai susidaro dislokacijos buferiniuose sluoksniuose, kurios gali veikti, kaip elektriškai laidūs kanalai tarp viršutinio GaN sluoksnio ir padėklo [8,28,29,30]. Be to AlN/Si sandūroje bei Si paviršiuje susidarę elektriškai aktyvūs defektai suformuoja laidų kanalą, kuris gali pabloginti pernašos charakteristikas ir nulemti pramūšimo įtampos sumažėjimą GaN pagrindu pagamintuose prietaisuose [11-12].

Kadangi MOCVD sluoksnių auginimas realizuojamas aukštose temperatūrose (~1000 °C), akivaizdu, kad proceso metu tiek iš prekursorių, tiek iš nešančiųjų dujų į Si padėklą gali patekti priemaišos, kurios nulems elektriškai aktyvių centrų susidarymą, o to pasekoje ir nepageidaujamą laidumo išaugimą AlN/Si sandūroje. AlN/Si sandūroje susidariusių elektriškai aktyvių defektų tyrimai buvo pateikti kelete darbų, pvz. [12-14] bei aptarta jų įtaka didelio elektronų judrio tranzistorių (HEMT) parametrams. Tačiau Si padėklo paviršiuje dėl priemaišų difuzijos

11

susidarančių defektų tyrimų nėra daug. Todėl siekiant pagaminti kokybiškus ir patikimus prietaisus svarbu ištirti ir Si padėklo paviršiuje susidarančius elektriškai aktyvius defektus bei jų nulemtus rekombinacinių charakteristikų kitimus.

II. Ištirti bandiniai

II.1. Si dalelių detektorių dariniai

Šiame darbe ištirti dalelių detektorių dariniai pagaminti *Hamamatsu Photonics (HPK)* [31] ir *Forschungsinstitut fur Mikrosensorik GmbH (CiS)* [32] gamyklose. Ištirtų bandinių fotografijos ir pagrindiniai parametrai pateikti 2.1 pav. ir 2.1 lentelėje, atitinkamai. *p*-tipo ir *n*-tipo laidumo detektorių darinių storiai buvo lygūs 300 µm ir 400 µm atitinkamai. Darinių savitoji varža buvo $p \ge 1$ k Ω cm. Siekiant sumažintį neaktyvų detektorių plotą, neaktyvios detektorių darinių sritys periferijose buvo pašalintos jas mechaniškai nuskeliant prieš tai kontroliuojamų parametrų lazerine spinduliuote detektoriaus struktūroje įrėžus (pažymėjus) lūžio liniją. Daliai bandinių briaunos nebuvo pasyvuotos, leidžiant susiformuoti natūraliam oksidui. Likusių bandinių nuskeltos briaunos buvo pasyvuojamos pasitelkiant skirtingas žematemperatūres technologijas. *n*-tipo laidumo detektorių darinių briaunos buvo pasyvuotos plazma aktyvuoto cheminio nusodinimo iš garų fazės (PECVD) metodu, nusodinant Si₃N₄ nitrido sluoksį, tuo tarpu *p*-tipo laidumo darinių pasyvavimui buvo pasitelktas atominių sluoksnių nusodinimo (ALD) metodas, Al₂O₃ sluoksnio padengimui.

Siekiant ištirti radiacinės spinduliuotės poveikį rekombinacinėms charakteristikoms, dalis bandinių buvo apšvitinti protonais $\Phi = 10^{13} - 10^{16}$ cm⁻² įtėkių (vertės perskaičiuotos į 1 MeV neutronų apšvitos ekvivalentą) intervale.



2.1 pav. Ištirtų bandinių serijų fotografijos: a) *p*-Si, nepasyvuoti; b) *n*-Si, nepasyvuoti; c) *n*-Si, pasyvuoti Si₃N₄ sluoksniu; d) *p*-Si, pasyvuoti Al₂O₃ sluoksniu; e) nepasyvuoti, apšvitinti protonais $\Phi = 10^{13} - 10^{16}$ cm⁻² įtėkių intervale.

2.1 lentelė. Ištirtų	dalelių detektorių	į darinių klasifikac	cija pagal Si n	nedžiagos laid	lumo ir pasyv	/acijos
sluoksnio tipą.						

<i>p-</i> Si	<i>n-</i> Si	Nepasyvuoti, apšvitinti protonais (įtėkiu cm ⁻²)
Nepasyvuoti	Nepasyvuoti	14. CIS B1P6 (10 ¹³)
1. CIS W18 No. 3	4. GLAST2000 2	15. CIS B2P10 (10 ¹⁴)
2. CIS W16 No. 2	5. GLAST2000 3	16. CIS B2P8 (10^{15})
3. CIS W16 No. 3	Pasyvuoti Si ₃ N ₄ sluoksniu	17. CIS B2P3 (10 ¹⁶)
Pasyvuoti Al ₂ O ₃ sluoksniu	6. GLAST2000 5	
9. ATLAS07 TS 8	7. GLAST2000 6	
10. ATLAS07 TS 9	8. GLAST2000 7	
11. ATLAS07 TS 10		-
12. ATLAS07 TS 11		
13. ATLAS07 TS 12		

Šiame darbe (2018 m.) išmatuotos rekombinacinės charakteristikos yra palygintos su rekombinacinėmis charakteristikomis išmatuotomis 2013 m. tuose pačiuose bandiniuose. Pasyvavimo kokybė, patikimumas bei ilgaamžiškumas buvo įvertinti palyginus paviršinės rekombinacijos greičius nustatytus 2013 ir 2018 m. Bandiniai nuo 2013 iki 2018 m. buvo laikomi šaldiklyje -18 °C temperatūroje.

II.2. Si padėklų dariniai

Siekiant charakterizuoti Si padėklo paviršiuje AlN/AlGaN/GaN sluoksnių auginimo metu susidariusius elektriškai aktyvius defektus bei ju nulemtus rekombinacinių charakteristikų kitimus buvo ištirti <111> orientacijos išeities Si bandinys ir du Si bandiniai, ant kurių MOCVD būdu, skirtingais technologiniais režimais buvo suformuotos Si/AlN/AlGaN/GaN struktūros. AlN/AlGaN/GaN sluoksniai buvo suformuoti 1040 °C temperatūroje, esant 75 Torr (bandinys VPWR15719) ir 200 Torr (bandinys VPWR15724) slėgiui. Tyrimams AlN/AlGaN/GaN sluoksniai buvo pašalinti naudojant reaktyviojo joninio ėsdinimo su induktyviai generuojama plazma metodą Fotonikos ir nanotechnologijų institute Nitridų darinių auginimo technologijos ir taikymo grupės kolegų. Si padėklų storis siekė 1.1 mm. Šie bandiniai buvo įgyti bendradarbiaujant su kompanija Imec [33]. Bandinių charakterizavimui kontaktiniais metodais, buvo užgarinti Au ir Ni elektrodai, formuojantys Šotkio ir ominius kontaktus, atitinkamai. Si padėklai buvo *n*-tipo laidumo, o efektinis legirantų tankis, įvertintas išmatavus volt-faradines charakteristikas, buvo lygus 4×10^{15} cm⁻³.

III. Tyrimų metodikos

III.1. Mikrobangomis zonduojamo fotolaidumo kinetikų metodo pagrindai

Vienas efektyviausių ir plačiausiai taikomų metodų rekombinacijos procesams medžiagoje tirti yra nepusiausvirujų krūvininkų nulemto fotolaidumo kinetikų registravimas ir analizė [34]. Elektronų ir skylių poros medžiagoje sukuriamos vykstant išorinės energijos sugerčiai. Paprasčiausiu savitojo puslaidininkio atveju šviesos kvantai sužadina valentinius elektronus į laidumo juosta, kur jie yra kvazilaisvoje būsenoje ir gali dalyvauti krūvio pernešime. Tokia pat įtaka laidumui daro ir valentinėje juostoje atsirandančios skylės. Priemaišiniuose puslaidininkiuose, be savitojo laidumo, dar galimas elektronų sužadinimas iš surištų būsenų - iš donorinių centrų į laidumo juosta, salygojantis monopolini fotolaiduma. Analogiškai, *p*-tipo laidumo puslaidininkiuose galime sužadinti elektronus iš valentinės juostos i akceptorinius centrus, sukuriant judrias skyles. Abiem atvejais priemaišinis fotolaidumas yra apsprendžiamas tik vieno ženklo laisvais krūvininkais.

Medžiagose visada yra lokalinių kristalinės simetrijos sutrikdymų (taškiniai defektai, dislokacijos, vakansijos, įterptiniai atomai ir kt.), kurie veikia kaip rekombinacijos (gilūs) ar prilipimo (santykinai seklūs, asimetrinio krūvininkų pagavimo skerspjūvio) centrai darantys įtaką medžiagos laidumui. Rekombinacijos centrų koncentracija lemia krūvininkų rekombinacijos trukmę (tarpjuostinės spindulinės, nespindulinės per gilius centrus), o prilipimo centrai, sąveikaudami su vieno tipo krūvininkais, nulemia efektinės gyvavimo trukmės pailgėjimą.

Yra trys pagrindiniai rekombinacijos mechanizmai (3.1 pav.): a) Shockley-Read-Hall per vieną lygmenį, τ_{SRH} ; b) spindulinė tarpjuostinė rekombinacija, τ_{sp} ; c) smūginė Ože (Auger) rekombinacija, τ_{Oze} .

S-R-H rekombinacijos procese elektronų-skylių poros rekombinuoja etapais per gilius, defektais sąlygotus lygmenis. Šios rekombinacijos akto metu atsiradusi energija išsklaidoma fononais [20]. Spindulinės rekombinacijos atveju elektron-skylinės anihiliacijos pasekoje išspinduliuojami fotonai. Ože rekombinacijos procesas yra tridalelė sąveika, kai e-h poros anihiliacijos energija yra perduodama trečiam krūvininkui. Ože rekombinacija stebima tiek tiesiatarpiuose, tiek netiesioginių šuolių juostinės struktūros dariniuose, kai priemaišinių arba nepusiausvirųjų krūvininkų koncentracija yra labai didelė [35].



3.1 pav. Pagrindiniai rekombinacijos mechanizmai: (a) - Shockley-Read-Hall; (b) - spindulinė rekombinacija; (c) – smūginė Ože rekombinacija.

Akimirksninė rekombinacijos trukmė su šiomis charakteringomis trukmėmis yra susijusi sąryšiu:

$$\tau_r = \frac{1}{\tau_{SRH}^{-1} + \tau_{sp}^{-1} + \tau_{Oze}^{-1}}.$$
(3.1)

Krūvininkų dinamika bendriausio pavidalo paskirstytųjų parametrų sistemoje aprašoma kinetikos lygčių sistema [36]:

$$\frac{dn(x,t)}{dt} = G_n - U_n + \frac{dJ_n}{dx}.$$
(3.2)

$$\frac{dp(x,t)}{dt} = G_p - U_p + \frac{dJ_p}{dx}$$
(3.3)

čia n(x,t) ir p(x,t) yra krūvininkų koncentracijos, priklausančios nuo laiko ir erdvinių koordinačių, $G_{n,p}$ yra generacijos sparta, o $U_{n,p}$ – rekombinacijos sparta elektronams (n) ir skylėms (p). $J_{n,p}$ yra srovės tankis, susidedantis iš dreifinio ir difuzinio sandų. Nesąlytinis mikrobangomis zonduojamo fotolaidumo kinetikų (*Microwave Probed Photoconductivity* - MW-PC) metodas realizuojamas trumpu lazerio impulsu sužadinus nepusiausviruosius krūvininkus, kurie nulemia medžiagos laidumo σ bei mikrobangų atspindžio ir pralaidumo parametrų pokytį. Krūvininkų koncentracijos medžiagoje kitimai nulemia sugeriamos/atspindėtos mikrobangų spinduliuotės galios pokytį, kuris registruojamas mikrobangų detektoriumi. Registruojamas signalas priklauso nuo laisvųjų krūvininkų tankio medžiagoje ir yra apibrėžiamas taip:

$$U = k(I_n \times \Delta K - I_n). \tag{3.4}$$

Čia I_p – mikrobangų intensyvumas, I_n – mikrobangų antenoje indukuoto triukšmo intensyvumas, k – detektoriaus perdavimo funkcija, o ΔK – fotolaidumo sąlygotas mikrobangų atsako pokyčio funkcionalas:

$$\Delta K = K(\sigma_0) - K(\sigma_0 - \Delta \sigma).$$
(3.5)

Mikrobangų atsakas tiesiogiai priklauso nuo nepusiausvirųjų krūvininkų koncentracijos esant mažam sužadinimui, kuris užtikrinamas mažo laidumo pokyčio sąlyga:

$$\frac{\Delta\sigma}{\sigma_0} \sim \frac{\Delta n(t)}{n_0} < 1. \tag{3.6}$$

Taigi, matuojant mikrobangų signalo kitimą laike galima spręsti apie nepusiausvirųjų krūvininkų koncentracijos kitimą laike. Išmatuotų MW-PC kinetikų analizė leidžia įvertinti krūvininkų rekombinacijos spartas, gyvavimo trukmes, taip pat, spręsti apie medžiagoje vyraujančius krūvininkų rekombinacijos bei prilipimo procesus.

III.2. Paviršinės rekombinacijos greičio įvertinimo principai

Paviršiuje, dėl lokalinių rekombinacijos lygmenų, krūvininkų rekombinacijos sparta paprastai yra didesnė nei tūryje. Paviršinės rekombinacijos įtaka tampa itin svarbia, kai medžiagos bandinio storis yra pakankamai mažas arba paviršius yra blogai pasyvuotas [16]. Todėl, po trumpo sužadinimo vyksta spartūs pereinamieji procesai, po kurių nusistovi krūvininkų tankio profilis. Tad šie procesai yra nulemti tiek lokaliais krūvininkų rekombinacijos srautais, tiek difuzijos į paviršių. Nagrinėjamas uždavinys tampa paskirstytųjų parametrų sistema. Tokiu atveju sprendžiamas vienmatis difuzijos uždavinys – nenutrūkstamumo lygtis [37]:

$$\frac{\partial n(x,t)}{\partial t} = D \frac{\partial^2 n(x,t)}{\partial x^2} - \frac{n(x,t)}{\tau_b}$$
(3.7)

su pradine ir kraštinėmis sąlygomis:

$$n|_{t=0} = n_0 e^{-\alpha x}, (3.8a)$$

$$\left. D \frac{\partial n}{\partial x} \right|_{0,d} \pm s_{0,d} n = 0.$$
(3.8b)

Čia n – nepusiausvirųjų krūvininkų koncentracija, D – krūvininkų difuzijos koeficientas, τ_b – nepusiausvirųjų krūvininkų gyvavimo trukmė bandinio tūryje, d – bandinio storis, $s_{0,d}$ – paviršinės rekombinacijos sparta ties priekiniu (x = 0) ir galiniu (x = d) bandinio paviršiais, α - sugerties koeficientas. Sprendžiant šį uždavinį kintamųjų atskyrimo metodu (n(x,t)=X(x)T(t)), gaunama koordinuotų erdvinių-laikinių kitimų kalibracinio invarianto η išraiška:

$$D^{-1}\frac{\partial T}{\partial t} + \frac{T}{D\tau_b} = \frac{\partial^2 X}{X\partial x^2} = -\eta^2$$
(3.9)

Dydis η turi erdvinių dažnių dimensiją ir nusako, kokiuose ilgiuose susibalansuoja dvikrypčiai difuzijos srautai užduotam laiko intervalui $1/D\eta^2$. Lygties integravimo konstantos surandamos Furje metodu, atsižvelgiant į pradines sąlygas. Kraštinės sąlygos nulemia erdvinių dažnių spektrą η , surandamą sprendžiant transcendentines lygtis:

$$\eta x_0 = \operatorname{arcctg}\left(\frac{D\eta}{s_0}\right) \tag{3.10a}$$

$$\eta(d - x_0) = \operatorname{arcctg}\left(\frac{D\eta}{s_d}\right)$$
(3.10b)

Šios lygtys sprendžiamos ekstremumo koordinatės (x_0) (asimptotinio koncentracijos pasiskirstymo bandinio storyje) sistemoje. Simetrinių paviršinių sąlygų atveju, ekstremumas sutampa su bandinio storio puse $x_0=d/2$. Asimetrijos atveju, ekstremumas yra lokalizuotas x_0 prie to paviršiaus, kuriam galioja nelygybė $s_0/s_d < 1$, t.y. prie paviršiaus su mažesne paviršinės rekombinacijos sparta. Gaunamas nenutrūkstamumo lygties sprendinys užrašomas:

$$n(x,t) = \sum_{m=1}^{\infty} A_m e^{-(1/\tau + D\eta^2)t} \sin\left(\eta_m x + \operatorname{arctg}\left(\frac{D\eta_m}{s_0}\right)\right)$$
(3.11)

su integriniais (atžvilgiu *d*) koeficientais, esant homogeniniam sužadinimui ir simetrinėms (*s* atžvilgiu) kraštinėms sąlygoms:

$$\langle A_m \rangle_d = \frac{8}{(\eta_m d)^2 \left(1 + \left(\frac{D}{s_d}\right)^2 (\eta_m d)^2 + 2\frac{D}{s_d} \right)}$$
(3.12)

Kai sužadintų krūvininkų pasiskirstymas yra slopstantis (su koeficientu α) į gylį:

$$\langle A_m \rangle_d = \frac{2\alpha dsin(\eta_m d) \left(\alpha d + \eta_m dtg\left(\frac{\eta_m d}{2}\right) cth\left(\frac{\alpha d}{2}\right)\right)}{((\alpha d)^2 + (\eta_m d)^2)(\eta_m d + sin(\eta_m d))}$$
(3.13)

Sužadintųjų krūvininkų koncentracijos pasiskirstymas gali būti keičiamas keičiant žadinančiosios spinduliuotės bangos ilgį, ko pasekoje keičiasi sugerties koeficientas. Simetrijos $s_0=s_d=s$ atveju, d

storio bandinyje suvidurkinta sužadintųjų krūvininkų koncentracijos amplitudė vyraujančiai relaksacijos modai m=1 išreiškiama:

$$\langle A_m \rangle_d = \langle A_m \rangle_{d,\alpha d=0} \frac{\alpha d/2}{1 + (\alpha d/\eta_m d)^2} \left(cth\left(\frac{\alpha d}{2}\right) + \frac{D\alpha}{s} \right)$$
(3.14)

Fenomenologiškai proceso sparta yra apibūdinama efektine rekombinacijos trukme τ_{eff} , kuri nustatoma iš asimptotinės kinetikos dalies ir išreiškiama:

$$\tau_{eff}^{-1} = \tau^{-1} + \frac{D(\eta_1 d)^2}{d^2}$$
(3.15)

Paviršinės rekombinacijos sparta iš eksperimentinių MW-PC kinetikų yra nustatoma ekstrapoliuojant asimptotinę kinetikos dalį, siejamą su tūrine nespinduline rekombinacija, iki pradinio laiko momento (*t*=0). Pagal asimptotinės dedamosios amplitudės vertę pradiniu laiko momentu ($\langle A_1 \rangle$), atsižvelgiant į krūvininkų sužadinimo bandinyje gylį ($\alpha d \leq 1 - t$ ūrinis sužadinimas, $\alpha d > 10$ - paviršinis), iš 3.2 pav. pateikto grafiko randamas dydis *S* su paviršinės rekombinacijos sparta susietas sąryšiu *sd/D=S*.



3.2 pav. Asimptotinės kinetikos dalies amplitudės pradiniu laiko momentu priklausomybė nuo S. Skirtingų spalvų kreivės atitinka skirtingus sužadinimo tipus: $\alpha d \le 1 - t \overline{u}rin i sužadinima, \alpha d > 10 - paviršin i.$

III.3. Mikrobangomis zonduojamo fotolaidumo kinetikų metodo eksperimentų įranga

Mikrobangomis zonduojamo fotolaidumo kinetikų matavimo įrenginio blokinė schema pavaizduota 3.3 pav. Pasitelkiant spektrinius filtrus nepusiausvirųjų krūvininkų sužadinimui tūryje

naudojama YAG:Nd lazerio (STA-01) pirmosios (λ =1062 nm) harmonikos, o paviršiuje - antrosios (λ =531 nm) harmonikos impulsinė (τ_{imp} <500 ps) spinduliuotė. Sužadinimo intensyvumas yra keičiamas pasitelkiant neutralius filtrus. Bandinys zonduojamas nuostovios veikos ~22 GHz mikrobangų spinduliuote, kurią generuoja keičiamo dažnio (18-26 GHz) ir galios (\leq 50 mW) mikrobangų generatorius. Visa sistema (nuo plyšinės ar adatinės antenos iki mikrobangų detektoriaus kameros) mikrobangų tilto trumpikliais suderinama lokaliam rezonansui. Laidumo pokytis bandinyje, jį apšvietus lazerine impulsine spinduliuote, pakeičia rezonansines savybes. Todėl keičiasi į detektorių patenkančių mikrobangų galia. Mikrobangų detektoriaus elektrinis impulsinis signalas, kuris atspindi nepusiausvirųjų krūvininkų tankio kitimus, yra registruojamas 1GHz oscilografu Tektronix TDS-5140.



3.3 pav. Mikrobangomis zonduojamo fotolaidumo kinetikų matavimo įrenginio blokinė schema. Prietaisą sudaro: YAG:Nd lazeris, mikrobangų generatorius, derinamasis traktas, detektorius, mikrobangų antena ir oscilografas.



3.4 pav. Galimos MW-PC matavimo geometrijos.

Šiame darbe, priklausomai nuo neaktyvios srities dalelių detektorių periferijoje dydžio, buvo naudojamos dvi MW-PC matavimo geometrijos (3.4 pav.). 1D atveju (3.4a pav.) paviršinės rekombinacijos greitis įvertinamas sprendžiant nenutrūkstamumo lygtį (3.7) naudojant pradinę (3.8a) ir kraštines (3.8b) sąlygas, kaip aprašyta III.2 skyriuje. 3D atveju (3.4b pav.) nenutrūkstamumo lygtis (3.7) sprendžiama su tokiomis kraštinėmis ir pradine sąlygomis: $\left(\frac{\partial n(y=0,t)}{\partial y}\right) = \left(\frac{s_y}{D}\right)n(y=0,t)$ ir $n(y,t=0) = n_0 \exp(-\alpha y)$, atitinkamai. Šios lygties sprendinys pateiktas literatūroje [5].

III.4. Giliųjų lygmenų nenuostoviosios spektroskopijos metodo pagrindimas

Giliųjų lygmenų nenuostovioji talpinė spektroskopija yra kontaktinis spektroskopijos metodas, kuris pagrįstas sandūrinės struktūros (dažniausiai matuojamos Šotkio bei *pn* sandūros) nuskurdintos srities barjerinės talpos kitimų laike dėl termiškai iš gaudyklių emituotų krūvininkų, keičiantis temperatūrai.

Tipinis giliųjų lygmenų nenuostoviosios spektroskopijos eksperimentas yra realizuojamas taip: i) kai užtvarinė įtampa prie sandūros nepridėta ($V_r\approx 0$), pagavimo lygmenys yra užpildomi, nes elektronų pagavimo į neužpildytus lygmenis sparta yra didesnė nei elektronų emisijos iš lygmenų sparta ($c_n > e_n$) (3.5a pav.), ii) pridėjus užtvarinę įtampą V_r , nuskurdinimo sritis x_d padidėja, o krūvininkai nuskurdintoje srityje yra termiškai emituojami iš užpildytų lygmenų ir ištraukiami elektrinio lauko (3.5b pav.). Šis procesas nulemia erdvinio krūvio tankio kitimą laike. Šis kitimas (donorinio tipo pagrindinių krūvininkų gaudyklių atveju) išreiškiamas taip [17]:

$$\rho(t) = e \big(N_d + N_t - n_t(t) \big). \tag{3.16}$$

čia e – elementarusis krūvis, N_d – donorų koncentracija, N_t – gilių lygmenų tankis, $n_t(t)$ – elektronų gaudyklėse tankis.

Nagrinėjant pereinamųjų procesų artėjimą į pusiausvirąją būseną galima išskirti du ribinius atvejus, iliustruojamus 3.6 paveiksle bei išreikštus 3.17 lygtyse: i) kai pradiniu momentu visi gilieji lygmenys užpildyti (lygtis 3.17a) ir kai pradiniu momentu visi lygmenys neužpildyti (lygtis 3.17b):

$$n_t(t) = \frac{c_n + e_p}{c_n + e_p + c_p + e_n} N_t + \frac{c_p + e_n}{c_n + e_p + c_p + e_n} N_t \exp\left[-\left(c_n + e_p + c_p + e_n\right)t\right], \quad (3.17a)$$

$$n_{t}(t) = \frac{c_{n} + e_{p}}{c_{n} + e_{p} + c_{p} + e_{n}} N_{t} \left[1 - \exp\left[-\left(c_{n} + e_{p} + c_{p} + e_{n}\right) t \right] \right].$$
(3.17b)

Iš išraiškų (3.17a) ir (3.17b) matosi, kad lygmenų užpilda eksponentiškai artėja prie pusiausvirosios vertės, o artėjimo sparta nusakoma būdingąja trukme $\tau = e_p + c_n + e_n + c_p$.



3.5 pav. Šotkio barjero tarp metalo ir n-tipo puslaidininkio energijos juostų diagrama, kai užtvarinė įtampa $V_r \approx 0$ (a) ir prijungus užtvarinę įtampą (b) [17].

Diodo (*pn*, *pin* ar Šotkio staigiosios sandūros) barjerinės talpos išraiškoje $C = A(\frac{\varepsilon \varepsilon_0 e N_d}{2})^{\frac{1}{2}} (V - \frac{kT}{e})^{-\frac{1}{2}}$ [17] krūvio tankį eN_d pakeitus į $\rho(t)$, bei laikant, kad $n_t(\infty)=0$, gauname sandūros barjerinės talpos kitimo laike išraišką:

$$C(t) = A\left(\frac{\varepsilon\varepsilon_0 e(N_d + N_t)}{2}\right)^{\frac{1}{2}} V^{-\frac{1}{2}} \left(1 - \frac{n_t(t)}{N_d + N_t}\right)^{\frac{1}{2}}.$$
(3.18)

Čia ε_0 ir ε – vakuumo ir medžiagos dielektrinės skvarbos, atitinkamai, e – elementarusis krūvis, k – Bolcmano konstanta, A – sandūros plotas, T – temperatūra. Pažymėję talpos vertę pusiausvyroje $C(\infty) = A(\frac{\varepsilon\varepsilon_0 e(N_d + N_t)}{2})^{\frac{1}{2}}V^{-\frac{1}{2}}$, galime perrašyti:

$$C(t) = C(\infty) \left(1 - \frac{n_t(t)}{N_d + N_t} \right)^{\frac{1}{2}}.$$
(3.19)

Įprastai talpinis DLTS realizuojamas, kai N_t , $n_t \ll N_d$. Tuomet kvadratinės šaknies narį formulėje (3.19) paskleidus eilute, talpos pokytis $\Delta C(t) = C(t) - C(\infty)$ pasinaudojus (3.17a) formule gali būti užrašomas taip:

$$\frac{\Delta C(t)}{C(\infty)} = -\frac{N_t}{2N_d} \exp\left(-e_n t\right).$$
(3.20)

Taigi, dėl krūvinikų emisijos talpa relaksuoja eksponentiškai į $C(\infty)$, o kinetikos amplitudė $\Delta C(0)/C(\infty)$, kuri lygi $N_t/2N_d$ nusako lygmenų koncentraciją.



3.6 pav. Užpildytų būsenų ir elektronų gaudyklių tankio santykio $n_t(t)/N_t$ relaksacija n-tipo puslaidininkyje, kai t=0 gaudyklės yra tuščios ir kai visiškai užpildytos [17].

DLTS eksperimente matuojamos barjerinės talpos relaksacijos kinetikos keičiant temperatūrą (pav. 3.7):

$$C(t) = C(\infty) + \Delta C(0) \exp(-t/\tau).$$
(3.21)

Spektras temperatūrų skalėje (pav. 3.7) gaunamas pritaikant, taip vadinamą, verčių langą $\tau_{ref}=t_2-t_1$, kuriame matuojamas barjerinės talpos pokytis tarp dviejų laiko momentų, t_2 ir t_1 . DLTS signalo maksimumas temperatūrų skalėje susiformuoja, kai $\tau_{ref}=\tau=e_n^{-1}$ (pav. 3.7). Spektro smailė aukštis yra proporcingas lygmenų N_t tankiui. Keičiant τ_{ref} vertes gaunami T_{pk} ir e_n rinkiniai, kuriuos pasitelkus sudaromi Arenijaus grafikai (ln $(e_n^{-1}T^2)$ nuo T^{-1}), iš kurių nustatomos lygmenų žymenų E_{na} ir σ_{na} vertės.



3.7 pav. Talpos DLTS matavimo schema spektrui registruoti: a) talpos kitimų kinetikos skirtingose temperatūrose; b) temperatūrinių talpos kitimų smailės susiformavimas DLTS spektre [15].

III.5. Hera – DLTS system FT 1030 spektrometras

Tyrimams naudoto HERA – DLTS System FT 1030 spektrometro blokinė schema ir bendras spektrometro vaizdas pateikti 3.8 paveiksle.



3.8 pav. HERA DLTS System 1030 spektrometro blokinė schema DLTS matavimams (kairėje) ir bendras spektrometro vaizdas (dešinėje). 1 - pagrindinis DLTS modulis, 2 - talpos tiltas, 3 - temperatūros stabilizatorius, 4 - lazerio valdiklis, 5 - lazerio šviesolaidis, 6 - helio kriostatas, 7 - vakuuminis siurblys, 8 - kompresorius.

Spektrometrą sudaro bazinis DLTS modulis, temperatūros kontrolės įrenginys, spartus talpos matuoklis, uždaro ciklo helio kriostatas, kuriame temperatūra gali būti keičiama 3K – 400K intervale, kompresorius, vakuuminis siurblys bei kompiuteris spektrometro valdymui ir duomenų apdorojimui. Spektrometre yra instaliuota defektų žymenų biblioteka, kurią pasitelkus galima identifikuoti defektus.

IV. Rekombinacinės charakteristikos Si dalelių detektorių dariniuose

Šiame skyriuje pateikti rekombinacinių charakteristikų Si dalelių detektorių dariniuose tyrimų, atliktų 2018 m., rezultatai. Siekiant įvertinti paviršius pasyvuojančių sluoksnių efektyvumą ir ilgaamžiškumą, paviršinės rekombinacijos greičiai, išmatuoti šiame darbe, yra palyginti su tokiais išmatuotais 2013 m. [5] tuose pačiuose bandiniuose.

IV.1. Rekombinacinės charakteristikos pasyvuotuose ir nepasyvuotuose Si dalelių detektorių dariniuose

MW-PC kinetikos, išmatuotos *p*-Si nepasyvuotame (su natūraliu oksidu) (CIS W16 No. 2) bandinyje, pavaizduotos 4.1 pav.



4.1 pav. *p*-Si nepasyvuoto bandinio (CIS W16 No. 2) MW-PC kinetikos tūrinio (raudona kreivė) ir paviršinio (žalia kreivė) sužadinimo atvejais, sužadinimui naudojant dviejų skirtingų bangos ilgių (λ =1062 nm ir λ =531 nm, atitinkamai) impulsinę lazerio spinduliuotę, bei nustatytos efektinės nepusiausvirųjų krūvininkų rekombinacijos trukmės $\tau_{R,eff}$ bei paviršinės rekombinacijos greičio *s* vertės.

Nepusiausvirųjų krūvininkų tūriniam ir paviršiniam sužadinimui buvo naudota λ =1062 nm ir λ =531 nm bangos ilgių impulsinė lazerio spinduliuotė, atitinkamai. Palyginus MW-PC kinetikas (4.1 pav.), išmatuotas žadinant krūvininkus tiek tūryje, tiek prie paviršiaus, matosi, kad kinetikų asimptotinių dalių polinkiai sutampa. Tai yra nulemta efektyviosios krūvininkų gyvavimo trukmės, kuri nepriklauso nuo sužadinimo gylio, tačiau priklauso tiek nuo paviršinės, tiek nuo tūrinės

rekombinacijų mechanizmų (3.15 lygtis). Palyginus eksperimentines kreives (4.1 pav.) taip pat matyti, kad paviršinio nepusiausvirųjų krūvininkų sužadinimo atveju, kinetikos asimptotinės dalies amplitudė $\langle A_1 \rangle_d$, priskirtina pagrindinei relaksacijos modai, pradiniu laiko momentu yra mažesnė, lyginant su krūvininkų sužadinimo tūryje atveju. Jos vertė priklauso nuo medžiagos sugerties koeficiento ir sužadinimo gylio ($\sim 1/\alpha d$), tačiau yra nesusieta su krūvininkų gyvavimo trukme bandinio tūryje. Todėl nepusiausvirųjų krūvininkų relaksacijos kinetika, esant paviršiniam sužadinimui, yra dvikomponentė, o tūrinio sužadinimo atveju – kvazi-vien-eksponentė. Pagrindinės modos amplitudės $\langle A_1 \rangle_d$ sumažėjimas paviršinio sužadinimo atveju patvirtina paviršinės rekombinacijos pasireiškimą, o ekstrapoliavus asimptotinės kinetikos komponentę iki pradinio laiko momento (t=0), susikirtimas su ordinačių ašimi leidžia įvertinti $\langle A_1 \rangle_d$ vertę tiek tūrinio ($\alpha d=0.03$, kai $d=300 \ \mu m$, $\alpha=10 \ cm^{-1} 1062 \ nm$ spinduliuotei), tiek paviršinio ($\alpha d=2.4 \times 10^2$, $\alpha=8 \times 10^3 \ cm^{-1} 531 \ nm$ spinduliuotei) sužadinimo atvejais. Žinant A_1 vertę, paviršinės rekombinacijos koeficientą Si lygų $D=16 \ cm^2/s$.

Pasyvuoto Al₂O₃ sluoksniu p-tipo laidumo bandinio (ATLAS07 TS 11) kinetikos skirtingose laiko skalėse pavaizduotos 4.2 a ir b pav. Šių kinetikų asimptotinėje dalyje (4.2a pav.) pasireiškia ilga relaksacijos komponentė, kuri gali būti siejama su paviršiniais prilipimo centrais Si ir pasyvuojančio sluoksnio sandūroje. Siekiant patvirtinti prilipimo centrų egzistavima, bandinys buvo apšviečiamas plataus spektro nuostoviosios veikos šviesos šaltiniu ir tuo pat metu matuojamos MW-PC kinetikos, kuriose asimptotinė dalis stipriai sumažėjo (4.3 pav.) didinant papildomo apšvietimo intensyvumą. Papildomu nuolatinės veikos apšvietimu užpildomi seklūs prilipimo lygmenys, todėl jie nebedalyvauja rekombinacijos srautų persiskirstyme [16]. Taigi, bandiniuose, kuriuose pasireiškė prilipimo procesai, paviršinės rekombinacijos greičio įvertinimui MW-PC kinetikos buvo matuojamos naudojant papildomą plataus spektro nuostoviosios veikos apšvietimą. Tuomet galima išskirti kinetikos asimptotinės dalies amplitudę <A1>d, priskiriamą pagrindinei relaksacijos modai. 4.2b pav. matyti, kad *p*-tipo laidumo bandinyje, pasyvuotame Al₂O₃ sluoksniu, paviršinio sužadinimo atveju ($\alpha d=2.4\times 10^2$) amplitudė $\langle A_1 \rangle_d$ yra ženkliai didesnė lyginant su amplitude, išmatuota nepasyvuotame p-tipo laidumo bandinyje (4.1 pav.). Šiuo atveju, pasyvuotame bandinyje, įvertintas paviršinės rekombinacijos greitis yra lygus $s=2\times10^3$ cm/s ir jis yra daugiau nei eile mažesnis lyginant su s išmatuotu nepasyvuotame p-tipo laidumo bandinyje. Nustatytos efektinės nepusiausvirųjų krūvininkų rekombinacijos trukmių vertės lygios $\tau_{R,eff}=11$ µs ir $\tau_{R,eff}=12$ µs p-tipo laidumo Si nepasyvuotame ir pasyvuotame Al₂O₃ sluoksniu bandiniuose, atitinkamai. Taip

pat įvertinta krūvininkų prilipimo trukmė $\tau_{tr}=77$ µs Al₂O₃ sluoksniu pasyvuotame *p*-tipo laidumo Si bandinyje.



4.2 pav. *p*-Si pasyvuoto Al₂O₃ sluoksniu bandinio (ATLAS07 TS 11) MW-PC kinetikos nepusiausviruosius krūvininkus sužadinant tūryje (raudona kreivė) ir prie paviršiaus (žalia kreivė), sužadinimui naudojant dviejų skirtingų bangos ilgių (λ =1062 nm ir λ =531 nm atitinkamai) impulsinę lazerio spinduliuotę, bei nustatytos efektinės nepusiausvirųjų krūvininkų rekombinacijos, prilipimo trukmių bei paviršinės rekombinacijos greičio vertės.



4.3 pav. *p*-Si pasyvuoto Al_2O_3 sluoksniu bandinio (ATLAS07 TS 11) MW-PC kinetikos nepusiausviruosius krūvininkus sužadinant tūryje (λ =1062 nm), kai bandinys neapšviečiamas ir papildomai apšviečiamas plataus spektro šviesos šaltiniu.

MW-PC kinetikos išmatuotos *n*-Si nepasyvuotame bei pasyvuotame Si₃N₄ sluoksniu bandiniuose pateiktos 4.4 pav. (a, b) ir (c, d), atitinkamai. Akivaizdu, kad nepasyvuoto bandinio MW-PC kinetikos amplitudė $\langle A_1 \rangle_d$ yra mažesnė, o įvertintas paviršinės rekombinacijos greitis yra beveik tris kartus didesnis lyginant su pasyvuotu bandiniu. MW-PC kinetikose, išmatuotuose tiek nepasyvuotuose, tiek pasyvuotuose Si_3N_4 sluoksniu *n*-tipo laidumo Si galima išskirti ilgas prilipimo procesų nulemtas komponentes asimptotinėse dalyse (4.4b,d pav).



4.4 pav. *n*-Si nepasyvuoto (GLAST2000 3) (a, b) ir pasyvuoto Si₃N₄ sluoksniu (GLAST2000 7) (c, d) MW-PC kinetikos tūrinio (raudonos kreivės) ir paviršinio (žalios kreivės) sužadinimo atvejais, sužadinimui naudojant dviejų skirtingų bangos ilgių (λ =1062 nm ir λ =531 nm atitinkamai) impulsinę lazerio spinduliuotę, bei nustatytos efektinės nepusiausvirųjų krūvininkų rekombinacijos ir prilipimo trukmių bei paviršinės rekombinacijos greičio vertės.

Visų šiame darbe MW-PC metodu ištirtų Si dalelių detektorių darinių nustatytos efektinės rekombinacijos bei prilipimo trukmių ir paviršinės rekombinacijos greičio vertės pateiktos 4.1 lentelėje. Palyginus išmatuotus paviršinės rekombinacijos greičius skirtingais būdais pasyvuotuose bandiniuose, galima apibendrinti, kad pasyvacija Al₂O₃ *p*-tipo laidumo Si (paviršinės rekombinacijos greitis mažesnis vidutiniškai 3 kartus) yra efektyvesnė, lyginant su *n*-tipo laidumo Si pasyvacija Si₃N₄ (paviršinės rekombinacijos greitis mažesnis vidutiniškai 2 kartus) sluoksniu

praėjus penkeriems metams po pasyvacijos. Reiškia, kad nitridas sukuria mažesnį krūvį Si ir pasyvuojančio sluoksnio sandūroje lyginant su Al₂O₃ sluoksniu.

Paviršinės rekombinacijos įtaka yra svarbi, kai tūrinė rekombinacijos trukmė yra ilgesnė už paviršinę. Siekiant ištirti pasyvacijos svarbą apšvitintiems dariniams, buvo ištirti protonais $\Phi = 10^{13} - 10^{16}$ cm⁻² įtėkių intervale apšvitinti Si dariniai. MW-PC kinetikos išmatuotos $\Phi = 10^{13}$ cm⁻² įtėkiu apšvitintame darinyje tūrinio ir paviršinio krūvininkų sužadinimo atvejais, pateiktos 4.5a pav. Šios kinetikos yra vienkomponentės nepriklausomai nuo sužadinimo tipo, nes dominuoja radiacinių defektų nulemta tūrinė rekombinacija.



4.5 pav. MW-PC kinetikos (a) išmatuotos $\Phi = 10^{13}$ cm⁻² protonų įtėkiu apšvitintame bandinyje krūvininkus žadinant tūryje ir prie paviršiaus, MW-PC kinetikos (b) išmatuotos $\Phi = 10^{13} - 10^{16}$ cm⁻² įtėkių srityje protonais apšvitintuose bandiniuose ir nustatytų nepusiausvirųjų krūvininkų efektinių rekombinacijos trukmių priklausomybė nuo protonų įtėkio (c).

Visų protonais apšvitintų darinių MW-PC kinetikos, krūvininkus žadinant tūryje pateiktos 4.5b pav. Didėjant protonų įtėkiui efektinė nepusiausvirųjų krūvininkų rekombinacijos trukmė sparčiai krenta (4.5c pav.). Palyginus mažiausiu (Φ =10¹³ cm⁻²) ir didžiausiu (Φ =10¹⁶ cm⁻²) įtėkiais apšvitintų bandinių $\tau_{R,eff}$, ji sumažėja apie 300 kartų. Tai leidžia daryti išvadą, kad aukštos energijos protonai, sąveikaudami su Si gardele, sukuria taškinius defektus bei klasterius, kurie veikia, kaip greiti rekombinaciniai centrai. Radiacinių defektų koncentracija auga didėjant su protonų įtėkiu. Šiuo atveju paviršiaus pasyvacija tampa nebeaktuali dideliais protonų įtėkiais (>10¹³ cm⁻²) apšvitintuose dariniuose, kai rekombinacijos sparta tūryje viršija rekombinacijos spartą paviršiuje. Išmatuotos rekombinacijos trukmių vertės protonais apšvitintuose bandiniuose pateiktos 4.1 lentelėje.

Bandinys	τ _{r,eff} (μs)	τ _{tr} (μs)	<i>s</i> (cm s)	
p-Si, nepasyvuoti, neapšvitinti				
CIS W18 No. 3	10	45	1.2×10^{4}	
CIS W16 No. 2	11	-	2.2×10 ⁴	
CIS W16 No. 3	8	-	1.8×10^{4}	
	p-Si, pasivuoti AL), neapšvitinti		
ATLAS07 TS 8	17	96	8.5×10 ³	
ATLAS07 TS 9	21	91	3.6×10 ³	
ATLAS07 TS 10	17	81	3.6×10 ³	
ATLAS07 TS 11	12	77	2×10 ³	
ATLAS07 TS 12	11	67	2.7×10 ³	
	<i>n</i> -Si, nepasyvuoti, neapšvitinti			
GLAST2000 2	6	99	1.5×10^{4}	
GLAST2000 3	21	664	2.8×10 ⁴	
n-Si, pasyvuoti PECVD nitridu, neapšvitinti				
GLAST2000 5	9	286	1.3×10^{4}	
GLAST2000 6	21	252	1×10 ⁴	
GLAST2000 7	17	364	1×10 ⁴	
apšvitinti protonais				
Bandinys	Įtėkis (cm⁻²)	τ _{r,eff} (μs)		
CIS B1P6	10 ¹³	0.75	-	
CIS B2P10	10 ¹⁴	0.8	-	
CIS B2P8	10 ¹⁵	0.013	-	
CIS B2P3	10 ¹⁶	0.0015	-	

4.1 lentelė. Ištirtų Si dalelių detektorių darinių efektinės nepusiausvirųjų krūvininkų rekombinacijos $(\tau_{R,eff})$ bei prilipimo (τ_{tr}) trukmių ir paviršinės rekombinacijos greičio (s) vertės.

IV.2. Al₂O₃ ir Si₃N₄ paviršių pasyvavimo sluoksnių efektyvumo ilgaamžiškumo tyrimas Si dalelių detektorių dariniuose

Siekiant ištirti pasyvuojančių ALD oksido ir PECVD nitrido sluoksnių efektyvumo ilgaamžiškumą, šiame darbe išmatuotos rekombinacinės charakteristikos buvo palygintos su

išmatuotomis prieš penkerius metus (2013 m.). 4.6 pav. ir 4.7 pav. palygintos MW-PC kinetikos išmatuotos p-Si ir n-Si bandiniuose pasyvuotuose Al₂O₃ ir Si₃N₄ sluoksniais, atitinkamai, kurios buvo išmatuotos 2013 ir 2018 m.



4.6 pav. *p*-Si pasyvuoto Al₂O₃ sluoksniu (ATLAS07 TS 10) bandinio MW-PC kinetikų (skirtingose laiko skalėse, pav. a ir b), matuotų 2013 m. bei 2018 m. palyginimas paviršinio krūvininkų sužadinimo atvejais (λ =531 nm).



4.7 pav. *n*-Si pasyvuoto Si₃N₄ sluoksniu (GLAST2000 6) bandinio MW-PC kinetikų (skirtingose laiko skalėse, pav. a ir b), matuotų 2013 m. bei 2018 m. palyginimas paviršinio krūvininkų sužadinimo atvejais (λ =531 nm).

Pateiktos kinetikos buvo išmatuotos paviršinio krūvininkų sužadinimo (λ =532 nm) atvejais. Nesunku pastebėti, kad po penkerių metų pagrindinės modos $\langle A_1 \rangle_d$ amplitudės vertė, kuri surandama ekstrapoliuojant asimptotinę kinetikos dalį į ordinačių ašį, yra sumažėjusi tiek *p*-Si, tiek *n*-Si pasyvuotuose bandiniuose. Tai reiškia išaugusią paviršinės rekombinacijos spartą.

Visų ištirtų Si dalelių detektorių struktūrų rekombinacinių parametrų, išmatuotų 2013 m., palyginimas su išmatuotais 2018 m. pateiktas 4.2 lentelėje.

4.2 lentelė. Bandinių efektinės nepusiausvirųjų krūvininkų rekombinacijos ($\tau_{R,eff}$) bei prilipimo (τ_{tr}) trukmių ir paviršinės rekombinacijos greičio (*s*) vertės išmatuotos 2013 m. bei 2018 m. (skliausteliuose).

Bandinys	τ _{r,eff} (μs)	τ _{tr} (μs)	<i>s</i> (cm s⁻¹)	
<i>p</i> -Si, nepasyvuoti, neapšvitinti				
CIS W18 No. 3	8 (10)	33 (45)	9.3×10 ³ (1.2×10 ⁴)	
CIS W16 No. 2	6 (11)	-	1.9×10 ⁴ (2.2×10 ⁴)	
CIS W16 No. 3	9 (8)	62 (12)	9.3×10 ³ (1.8×10 ⁴)	
	<i>p</i> -Si, pasivuoti	ALD, neapšvitinti		
ATLAS07 TS 8	11 (17)	50 (96)	560 (8.5×10 ³)	
ATLAS07 TS 9	12 (21)	64 (91)	560 (3.6×10 ³)	
ATLAS07 TS 10	15 (17)	55 (81)	330 (3.6×10 ³)	
ATLAS07 TS 11	11 (12)	51 (77)	370 (2×10 ³)	
ATLAS07 TS 12	11 (11)	62 (67)	560 (2.7×10 ³)	
	<i>n</i> -Si, nepasyvเ	uoti, neapšvitinti		
GLAST2000 2	9 (6)	610 (99)	1.9×10 ⁴ (1.5×10 ⁴)	
GLAST2000 3	17 (21)	110 (664)	1.4×10^4 (2.4×10 ⁴)	
<i>n</i> -Si, pasyvuoti PECVD nitridu, neapšvitinti				
GLAST2000 5	6 (9)	480 (286)	9.3×10 ³ (1.3×10 ⁴)	
GLAST2000 6	18 (21)	270 (252)	$4.7 \times 10^3 (1 \times 10^4)$	
GLAST2000 7	18 (17)	270 (364)	$4.7 \times 10^3 (1 \times 10^4)$	
nepasyvuoti, apšvitinti protonais				
Bandinys	Įtėkis (cm⁻²)	τ _{r,eff} (μs)		
CIS B1P6	10 ¹³	0.7 (0.75)	-	
CIS B2P10	10 ¹⁴	0.13 (0.8)	-	
CIS B2P8	10 ¹⁵	0.013 (0.013)	-	
CIS B2P3	10 ¹⁶	0.001 (0.0015)	-	

Matyti, kad iškart po pasyvacijos (2013 m.) paviršinės rekombinacijos greitis sumažėjo vidutiniškai apie 30 kartų *p*-Si bandiniuose pasyvuotuose Al_2O_3 sluoksniu lyginant su nepasyvuotais bandiniais. Tuo tarpu *n*-Si bandiniuose pasyvuotuose Si_3N_4 sluoksniu paviršinės rekombinacijos greitis sumažėjo vidutiniškai apie 2.5 karto.

Paviršinės rekombinacijos greitis išauga visuose bandiniuose praėjus penkeriems metams po pasyvacijos. Tai lemia paviršiaus pasyvacijos efektyvumo sumažėjimas. Didžiausias paviršiaus pasyvacijos efektyvumo sumažėjimas praėjus penkeriems metams stebimas Al₂O₃ sluoksniu dengtuose bandiniuose (iki 15 kartų išaugęs paviršinės rekombinacijos greitis ATLAS07 TS 8 bandinyje), kurie, atliekant pradinius matavimus (2013 m.), pasižymėjo mažiausia paviršinės rekombinacijos sparta. Mažesnis pasyvavimo paviršiaus pasyvacijos efektyvumo sumažėjimas matomas Si₃N₄ sluoksniu pasyvuotuose bandiniuose (~2 kartus išaugusi paviršinės rekombinacijos sparta GLAST2000 6,7 bandiniuose). Tačiau net ir po penkerių metų išaugusios Al₂O₃ sluoksniu pasyvuotų bandinių paviršinės rekombinacijos greičio vertės yra mažesnės už pradines Si₃N₄ sluoksniu pasyvuotų (2013 m.) bandinių rekombinacijos greičio vertes.

Apibendrinus, pasyvacija p-tipo laidumo Si Al₂O₃ sluoksniu yra efektyvesnė, lyginant su n-tipo laidumo Si pasyvacija Si₃N₄ sluoksniu. Laikui bėgant pasyvacijos efektyvumas sparčiau krenta p-tipo laidumo Si Al₂O₃ sluoksniu pasyvuotuose bandiniuose, tačiau net ir po penkerių metų išaugusios Al₂O₃ sluoksniu pasyvuotų bandinių paviršinės rekombinacijos greičio vertės yra mažesnės už pradines Si₃N₄ sluoksniu pasyvuotų bandinių paviršinės rekombinacijos vertes.

Rekombinacijos trukmės apšvitintuose bandiniuose išmatuotos tiek 2013 m., tiek ir 2018 m. yra artimos (4.2 lentelė), nes protonų spinduliuotė kuria stabilius defektus. Todėl paviršiaus pasyvacija apšvitintuose detektoriuose yra neaktuali dideliais protonų įtėkiais ($\geq 10^{13}$ cm⁻²) apšvitintuose dariniuose, kai rekombinacijos sparta tūryje viršija rekombinacijos spartą paviršiuje.

V. Si padėklų darinių tyrimai

Siekiant charakterizuoti *n*-Si padėklo paviršiuje AlN/AlGaN/GaN sluoksnių auginimo metu susidariusius elektriškai aktyvius defektus bei jų nulemtus rekombinacinių charakteristikų kitimus buvo ištirti <111> orientacijos Si bandiniai, kurių struktūra ir paruošimo tyrimams technologija aprašyta II.2 skyriuje. Šiame skyriuje pateikti rekombinacinių charakteristikų ir DLTS spektroskopijos tyrimų rezultatai Si padėklų dariniuose.

V.1 Rekombinacinės charakteristikos Si padėklų dariniuose

MW-PC kinetikos *n*-Si padėkluose buvo išmatuotos tūrinio (λ =1062nm) (5.1 b, d, f pav.) ir paviršinio (λ =531 nm) (5.1 a, c, e pav.) nepusiausvirųjų krūvininkų sužadinimo atvejais. Paviršinio krūvininkų sužadinimo atveju MW-PC kinetikos buvo išmatuotos nepusiausviruosius krūvininkus generuojant tiek paviršiuje, ant kurio buvo auginti ir vėliau nuėsdinti AlN/AlGaN/GaN sluoksniai (toliau darbe šis paviršius vadinamas priekiniu), tiek priešingame padėklų paviršiuje (toliau darbe šis paviršius vadinamas galiniu). Tūrinio sužadinimo atveju MW-PC kinetikos yra vienkomponentės visuose bandiniuose, o rekombinacijos trukmės yra lygios 11 μ s, 4 μ s ir 6.3 μ s išeities, VPWR15719 ir VPWR15724 bandiniuose, atitinkamai. Rekombinacijos trukmės sumažėjimas po AlN/AlGaN/GaN sluoksnių auginimo procedūrų, kurios atliekamos aukštoje temperatūroje (1040°C) patvirtina apie priemaišų į padėklų tūrį įvedimą, defektų susiformavimą ar transformacijas.

MW-PC kinetikos, išmatuotos išeities bandinyje žadinant krūvininkus priekiniame ir galiniame paviršiuose λ =531 nm spinduliuote, (5.1 a pav.) yra dvikomponentės, liudijančios apie paviršinės rekombinacijos pasireiškimą, o kinetikų asimptotinių dalių amplitudžių $\langle A_1 \rangle_d$, priskiriamų pagrindinei relaksacijos modai, vertės yra artimos. Reiškia, išeities bandinio abu paviršiai yra simetriški, su vienodomis paviršinės rekombinacijos spartomis. Tuo tarpu MW-PC kinetikos, išmatuotos VPWR15719 ir VPWR15724 bandiniuose (5.1 c, e pav.), paviršinio sužadinimo atveju akivaizdžiai priklauso nuo to, kuriame paviršiuje buvo generuojami nepusiausvirieji krūvininkai. Abiem atvejais kinetikų asimptotinių dalių amplitudžių $\langle A_1 \rangle_d$ vertės yra mažesnės krūvininkus žadinant ties priekiniu paviršiumi, t.y. paviršiuje, ant kurio buvo auginti AIN/AIGaN/GaN sluoksniai. Taigi priekiniai paviršiai pasižymi didesne paviršinės rekombinacijos sparta. Didesnė paviršinės rekombinacijos sparta ties priekiniu paviršiumi, lyginant su galiniu, gali pasireikšti dėl nehomogeniškai pasiskirsčiusių priemaišų/defektų koncentracijų bandinio gylyje. Akivaizdu, kad didesnė priemaišų/defektų koncentracija bus ties priekiniu paviršiumi, ant kurio auginami AIN/AIGaN/GaN sluoksniai.



5.1 pav. MW-PC kinetikos žadinant nepusiausviruosius krūvininkus λ =531 nm spinduliuote priekiniame ir galiniame paviršiuose (a, c, e) ir λ =1062 nm spinduliuote (b, d, f) išeities (a, b), VPWR15719 (c, d) ir VPWR15724 (e, f) bandiniuose.

V.2. DLTS spektrai Si padėklų dariniuose

Defektų charakterizavimui MOCVD GaN Si padėklų dariniuose, buvo pasitelktas kontaktinis giliųjų lygmenų talpinės spektroskopijos (DLTS) metodas. Eksperimentams buvo suformuoti Šotki ir ominiai kontaktai užgarinus ~100 nm storio aukso ir nikelio sluoksnius, atitinkamai. Šotki kontaktas buvo suformuotas ant priekinių, ominis - ant galinių *n*-Si padėklų paviršių. DLTS spektrai, išmatuoti išeities, VPWR15719 ir VPWR15724 dariniuose yra pateikti 5.2 a, b ir c paveiksluose, atitinkamai.



5.2 pav. DLTS spektrai, išmatuoti išeities (a), VPWR15719 (b) ir VPWR15724 (c) dariniuose ir pažymėti defektų nulemti energijos lygmenys.

Užregistruotame išeities bandinio DLTS spektre (5.2a pav.) nebuvo aptikta jokių energijos lygmenų nulemtų smailių. Taigi šiame bandinyje priemaišų bei defektų koncentracijos yra labai mažos (mažesnės už tokias, kurios gali būti užregistruojamos DLTS spektrometru).

VPWR15719 bandinio spektre (5.2b pav.) išskiriamos dvi smailės, atitinkančios du gilius energijos lygmenis, kurių aktyvacijos energijos lygios $E_1=0.25$ eV ir $E_2=0.52$ eV. Tuo tarpu

VPWR15724 bandinio spektre (5.2c pav.) išskiriamos trys smailės, atitinkančios gilius energijos lygmenis, kurių aktyvacijos energijos yra lygios E_1 =0.28 eV, E_3 =0.33 eV ir E_2 =0.54 eV. Pasinaudojus literatūra nustatyta, kad E_1 lygmuo gali būti siejamas N priemaišomis, [38], kurios gali difunduoti į Si padėklų tūrį iš buferinių AlN/AlGaN sluoksnių arba iš auginimo kameros atmosferos dėl MOCVD proceso metu naudojamų nešančiųjų N₂ dujų. E_2 energijos lygmuo gali būti nulemtas H priemaišų [39] arba H ir C kompleksų [40]. H priemaišos į Si padėklų tūrį gali patekti MOCVD proceso metu dėl auginimo kameros atmosferoje esančių nešančiųjų H₂ dujų aukštoje temperatūroje. Energijos lygmuo E_3 gali būti siejamas CH kompleksu [41].

Pasitelkiant DLTS spektrometro programine įranga, buvo įvertintos defektų koncentracijos, kurių vertės, kartu su defektų nulemtų energijos lygmenų aktyvacijos energijų vertėmis bei identifikuotų defektų prieskyromis, pateikti 5.1 lentelėje. Matoma, kad defektų koncentracija auga didėjant AlN/AlGaN/GaN sluoksnių auginimo slėgiui.

Energijos lygmuo (eV)	Defekto tipas	Koncentracija (cm ⁻³)	
VPWR15719			
$E_1 = 0.25 \pm 0.03$	Ν	1.12×10^{13}	
$E_2 = 0.52 \pm 0.04$	H/CH	1.02×10^{13}	
VPWR15724			
$E_1 = 0.28 \pm 0.03$	Ν	1.38×10^{13}	
$E_3 = 0.33 \pm 0.03$	СН	2.4×10^{13}	
$E_2 = 0.54 \pm 0.04$	H/CH	3.21×10^{12}	

5.1 lentelė. Defektų nulemtų energijos lygmenų aktyvacijos energijos, identifikuoti defektai bei jų koncentracijos.

VI. Išvados

- Pasyvacija *p*-tipo laidumo Si Al₂O₃ sluoksniu (*s* sumažinamas apie 30 kartų) yra efektyvesnė, lyginant su *n*-tipo laidumo Si pasyvacija Si₃N₄ sluoksniu (*s* sumažinamas apie 2.5 kartų).
- Pasyvacijos efektyvumas senėjant sparčiau krenta *p*-tipo laidumo Si Al₂O₃ sluoksniu pasyvuotuose bandiniuose, tačiau net ir po penkerių metų išaugusios Al₂O₃ sluoksniu pasyvuotų bandinių paviršinės rekombinacijos greičio vertės yra mažesnės už pradines Si₃N₄ sluoksniu pasyvuotų bandinių paviršinės rekombinacijos greičio vertes.
- 3. Rekombinacijos trukmių vertės ($\tau_{R,eff}$), išmatuotos 2018 m., apšvitintuose bandiniuose mažėja augant protonų apšvitos įtėkiui ir yra artimos $\tau_{R,eff}$ išmatuotoms 2013 m., nes protonų spinduliuotė kuria stabilius taškinius defektus bei klasterius. Todėl paviršiaus pasyvacija apšvitintuose detektoriuose yra neaktuali dideliais protonų įtėkiais (>10¹³ cm⁻²) apšvitintuose dariniuose, kai rekombinacijos sparta tūryje viršija rekombinacijos spartą paviršiuje.
- 4. Rekombinacijos trukmė *n*-Si padėklų tūryje sumažėja MOCVD būdu užauginus AlN/AlGaN/GaN sluoksnius dėl defektų padėklų tūryje susidarymo.
- Defektai/priemaišos n-Si padėklų tūryje yra pasiskirstę nehomogeniškai. Didesnė defektų/priemaišų koncentracija yra ties priekiniu (ant kurio auginti AlN/AlGaN/GaN sluoksniai) paviršiumi.
- AlN/AlGaN/GaN sluoksnių auginimo ant n-Si padėklų MOCVD būdu procedūra nulemia N, H, CH defektų/priemaišų susidarymą/įterpimą padėklų tūryje, o defektų koncentracija auga didėjant AlN/AlGaN/GaN sluoksnių auginimo slėgiui.

Literatūros sąrašas

[1] G. Harbeke, M. J. Schulz, *Semiconductor silicon: materials science and technology*, (Springer, Berlin-Heidelberg-NY, 2011).

[2] H. Spieler, Semiconductor detector systems, (Oxford University Press, New York, 2005).

[3] G. Lutz, Semiconductor radiation detectors, (Springer, Berlin-Heidelberg-NY, 1999).

[4] M. Christophersen, V. Fadeyev, B. F. Phlips, H. F.-W. Sadrozinski, Scribing–cleaving passivation for high energy physics silicon sensors, Proc. of Science, The 21st Int. Workshop on Vertex Detectors (Jeju, Korea) vol. 20, 2012.

[5] E. Gaubas, et al., Study of surface recombination on cleaved and passivated edges of Si detectors, Semicond. Sci. Technol. **31** (2016) 035003.

[6] V. Fadeyev, et al., Update on scribe-cleave-passivate (SCP) slim edge technology for silicon sensors: automated processing and radiation resistance, Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A 765 (2014) 59.

[7] S. Arulkumaran, T. Egawa, S. Matsui, H. Ishikawa, Enhancement of breakdown voltage by AlN buffer layer thickness in AlGaN/GaN high-electron-mobility transistors on 4 in. diameter silicon, Appl. Phys. Lett. **86** (2005) 123503.

[8] D. Visalli, et al., Experimental and simulation study of breakdown voltage enhancement of AlGaN/GaN heterostructures by Si substrate removal, Appl. Phys. Lett. **97** (2010) 113501.

[9] A. Dadgar, et al., Gallium-nitride-based devices on silicon, Phys. Status Solidi c 6 (2003) 1940

[10] M. Leys, Growth and characterization of unintentionally doped GaN grown on silicon (1 1 1) substrates, J. Crystal Growth **310** (2008) 4888.

[11] S. Huang, et al., Study of the leakage current mechanism in Schottky contacts to Al0.25Ga0.75N/GaN heterostructures with AlN interlayers, Semicond. Sci. and Technol. **24** (2009) 055005.

[12] Visalli D, et al., Investigation of light-induced deep-level defect activation at the AlN/Si interface, Appl. Phys. Express **4** (2011) 094101.

[13] C. Wang, E. Simoen, M. Zhao, W. Li, Impact of the silicon substrate resistivity and growth condition on the deep levels in Ni-Au/AlN/Si MIS Capacitors, Semicond. Sci. Technol. **32** (2017) 105002.

[14] D. Visalli, et al., Limitations of field plate effect due to the silicon substrate in AlGaN/GaN/AlGaN DHFETs, IEEE Trans. Electron Devices **57** (2010) 3333.

[15] D. K. Schroder, *Semiconductor material and device characterisation*, (J. Wiley, New Jersey, 2005).

[16] E. Gaubas, E. Simoen, J. Vanhellemont, Carrier lifetime spectroscopy for defect characterisation in semiconductor materials and devices, ECS J. Solid State Sci. Technol. **5** (2016) 3108.

[17] P. Blood and J.W. Orton, *The electrical characterization of semiconductors: majority carriers and electron states*, (Philips Research Laboratories, Redhill, Surrey, 1992).

[18] C. Claeys, E. Simoen, *Basic radiation damage mechanisms in semiconductor materials and devices*, (Springer, Berlin, 2002).

[19] E.Simoen, C. Clayes, "Germanium-based Technologies: from Materials to Devices", (Elsevier, London, 2007).

[20] W. Shockley, W. T. Read, Statistics of the recombinations of holes and electrons, Phys. Rev. 87 (1952) 835.

[21] A. G. Aberle, Surface passivation of crystalline silicon solar cells: a review, Prog. Photovolt: Res. Appl. 8 (2000) 473.

[22] W. Soppe, H. Rieffe, A. Weeber, Bulk and surface passivation of silicon solar cells accomplished by silicon nitride deposited on industrial scale by microwave PECVD, Prog. Photovolt: Res. Appl. **13** (2005) 551.

[23] Y. Zhao, et. al., Passivation mechanism of thermal atomic layer-deposited Al2O3 films on silicon at different annealing temperatures, Nanoscale Res. Lett. **8** (2013) 114.

[24] E. Gaubas, T. Ceponis, D. Salucha, I. Simkienė, A. Uleckas, Characteristics of surface recombination in silicon diode isolation grooves, Lith. J. Phys. **47** (2007) 461.

[25] W. C. Huang, et. al., Investigations of GaN growth on the sapphire substrate by MOCVD method with different AlN buffer deposition temperatures, Mater. Sci. Semicond. Process. **45** (2016) 1.

[26] X. Xu, et al., Wafer-level MOCVD growth of AlGaN/GaN-on-Si HEMT structures with ultrahigh room temperature 2DEG mobility, AIP Advances **6** (2016) 115016.

[27] S. J. Heikman, MOCVD growth technologies for applications in AlGaN/GaN high electron mobility transistors, daktaro disertacija (2002).

[28] Krishna Seshan, *Handbook of thin-film deposition processes and techniques*, (William Andrew Publishing, Norwich, New York, 2002)

[29] D. Visalli, et al., High breakdown voltage in AlGaN/GaN/AlGaN double heterostructures grown on 4 inch Si substrates Phys. Status Solidi C **6** (2009) S988.

[30] D. Visalli, et al., AlGaN/GaN/AlGaN double heterostructures on silicon substrates for high breakdown voltage field-effect transistors with low on-resistance, Jpn. J. Appl. Phys. **48** (2009) 04C101.

[31] www.hamamatsu.com

[32] www.cismst.org

[33] www.imec-int.com

[34] E. Gaubas, Transient absorption techniques for investigation of recombination properties in semiconductor materials, Lith. J. Phys. **43** (2003) 145.

[35] V. N. Abakumov, V. I. Perel, I. N. Yassievich, *Nonradiative recombination in semiconductors*, (North-Holland, 1991).

[36] S. Rein, Lifetime spectroscopy, (Springer, Berlin - Heidelberg- NY, 2005).

[37] E. Gaubas, J. Vanhellemont, A simple technique for the separation of bulk and surface recombination parameters in silicon, J. Appl. Phys. **80** (1996) 6293.

[38] Y. Tokumaru, H. Okushi, T. Masui, T. Abe, Deep levels associated with nitrogen in silicon, Jpn. J. Appl. Phys. **21** (1982) 443.

[39] N. M. Johnson, F. A. Ponce, R. A. Street, R. J. Nemanich, Defects in single-crystal silicon induced by hydrogenation, Physical Review B **35** (1987) 4166.

[40] P. Santos, et al., Theory of a carbon-oxygen-hydrogen recombination center in n-type Si, Phys. Status Solidi A 214 (2017) 1700309.

[41] O. Andersen, et al. Electrical activity of carbon-hydrogen centers in Si, Phys. Rev. B 66 (2002) 235205.

Summary

Investigation of recombination characteristics in Si particle detector structures and Si substrates

Laimonas Deveikis

Silicon is the most widely used semiconductor in electronics. Silicon based particle detectors are widely used in high energy and nuclear physics experiments. Standard large-area particle detectors have relatively wide inactive peripheries (~1 mm), which accounts for a large part of the entire detector area. In order to increase the part of the active area of the detector, it is necessary to remove the inactive areas. Scribe-cleave-passivate (SCP) method is used for this purpose, when the inactive area of the detector is mechanically broken off along the line that is incised with a laser. In order to reduce the leakage surface leakage current, the edges of the detector are then passivated using low temperature methods. The surface recombination velocity determines the efficiency of the passivation and correlates with the surface leakage current. Therefore, in order to develop reliable technologies for the production of large active area particle detectors it is necessary to take control of the surface recombination velocity and the durability of the passivation layers. In recent years the formation of epitaxial GaN layers on Si substrates for various applications has gained considerable interest due to the relatively low cost of Si substrates. In order to obtain high-quality GaN layers, the AlN buffer layer is deposited on Si beforehand. However, electrically active defects formed on the AlN/Si interface and Si surface may determine the functionality of the GaN based devices. In order to produce high-quality and reliable devices, it is important to investigate the electrically active defects that are formed on the Si substrate and the resulting changes in recombination characteristics.

In this work series of Si-based unpassivated and passivated using different methods particle detector structures and AlN/AlGaN/GaN Si substrates were investigated. In order to evaluate the radiation influence on the recombination characteristics of the detector structures, some of the samples were irradiated with protons with different fluences. The recombination characteristics of the samples have been examined using contactless microwave probed photoconductivity transient (MW-PC) method. The impurities present in Si substrates were identified and their concentrations evaluated by deep level transient spectroscopy (DLTS) method. An analysis of different methods of surface passivation efficiency, degradation, radiation influence on recombination characteristics and DLTS spectra of Si detector structures and Si substrates has been presented.

41