

Ing. Juraj Priesol

Autoreferát dizertačnej práce

**Aplikácia metódy Monte Carlo
v rastrovacej elektrónovej mikroskopii GaN štruktúr**

**Application of Monte Carlo method
in scanning electron microscopy of GaN structures**

na získanie akademickej hodnosti Philosophiae Doctor (PhD.)
v doktorandskom študijnom programe mikroelektronika
v študijnom odbore 5.2.13 elektronika

Bratislava, december 2013

SLOVENSKÁ TECHNICKÁ UNIVERZITA V BRATISLAVE
FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A INFORMATIKY

Ing. Juraj Priesol

Autoreferát dizertačnej práce

**Aplikácia metódy Monte Carlo
v rastrovacej elektrónovej mikroskopii GaN štruktúr**

**Application of Monte Carlo method
in scanning electron microscopy of GaN structures**

na získanie akademickej hodnosti Philosophiae Doctor (PhD.)
v doktorandskom študijnom programe mikroelektronika
v študijnom odbore 5.2.13 elektronika

Bratislava, december 2013

Dizertačná práca bola vypracovaná v dennej forme doktorandského štúdia na Ústave elektroniky a fotoniky FEI STU v Bratislave.

Predkladateľ: Ing. Juraj Priesol
Ústav elektroniky a fotoniky FEI STU v Bratislave
Ilkovičova 3, 812 19, Bratislava

Školiteľ: prof. Ing. Alexander Šatka, CSc.
Ústav elektroniky a fotoniky FEI STU v Bratislave
Ilkovičova 3, 812 19, Bratislava

Oponenti: Ing. Ján Kuzmík, DrSc.
Elektrotechnický ústav SAV
Dúbravská cesta 9
841 04 Bratislava

doc. Ing. Dušan Pudiš, PhD.
Elektrotechnická fakulta, Žilinská univerzita
Univerzitná 1
010 26 Žilina

Autoreferát bol rozoslaný dňa:

Obhajoba dizertačnej práce sa koná dňa o hod.

na Fakulte elektrotechniky a informatiky Slovenskej technickej univerzity v Bratislave, Ilkovičova 3,
812 19 Bratislava.

prof. RNDr. Gabriel Juhás, PhD.
dekan FEI STU

Obsah

1	Úvod.....	4
2	Prehľad súčasného stavu	5
2.1	GaN a príbuzné kompozity	5
2.2	Katódoluminiscencia polovodičových štruktúr na báze GaN.....	6
2.3	Prúd indukovaný elektrónovým zväzkom	8
3	Ciele dizertačnej práce	8
4	Použité metódy riešenia	9
5	Zhrnutie dosiahnutých výsledkov	10
5.1	Štúdium generácie CL žiarenia v InGaN/GaN LED štruktúrach.....	10
5.2	Simulácia priestorovej distribúcie prúdov indukovaných elektrónovým zväzkom.....	16
6	Hlavné prínosy dizertačnej práce.....	20
7	Záver	21
8	Summary	22
9	Zoznam použitej literatúry	23
10	Publikačná činnosť doktoranda.....	26

1 Úvod

Súčasnú napredovanie výskumu v oblasti nových polovodičových mikro-/nanoštruktúr a progresívnych materiálov ako napr. GaN a príbuzných zlúčenín, kladie vysoké požiadavky na analytické metódy, ktoré umožňujú lokálne vyšetrenie ich štruktúrnych, chemických, elektrických a optických vlastností. V snahe získať nové a lepšie vlastnosti polovodičových prvkov sa využívajú vlastnosti trojrozmerných nanoštruktúr zhotovených napr. vo forme nanostĺpikov či nanopyramíd alebo nano-ELOG štruktúr, ktoré umožňujú pripraviť nízko dislokačné podložky, zvýšiť internú a externú kvantovú účinnosť LED štruktúr, zväčšiť aktívnu plochu resp. objem takýchto štruktúr a pod. Z hľadiska ich lokálnej charakterizácie sa okrem iných používajú metódy rastrovacej elektrónovej mikroskopie (SEM), ktoré na budenie vzorky využívajú sfokusovaný zväzok primárnych elektrónov. Primárne elektróny (PE) sú urýchlené na energie rádovo stovky eV až desiatky keV, čím umožňujú skúmať vybrané vlastnosti materiálov s priestorovým rozlíšením na úrovni nanometrov. Pri interakcii PE s polovodičom sú generované nadbytočné nosiče náboja, ktorých priestorová distribúcia závisí od doby života resp. rýchlosti rekombinácie, difúzie a driftu v elektrických poliach. Veľkosť a priestorová distribúcia prúdu nosičov náboja indukovaného elektrónovým zväzkom (EBIC) preto obsahuje informáciu o dobe života a difúznom koeficiente nosičov v polovodiči, ako aj lokálnych elektrických poliach. Žiarivá rekombinácia nosičov náboja je sprevádzaná vznikom katódoluminiscenčného (CL) žiarenia s energiami zodpovedajúcimi energetickej štruktúre polovodiča resp. polovodičovej štruktúry.

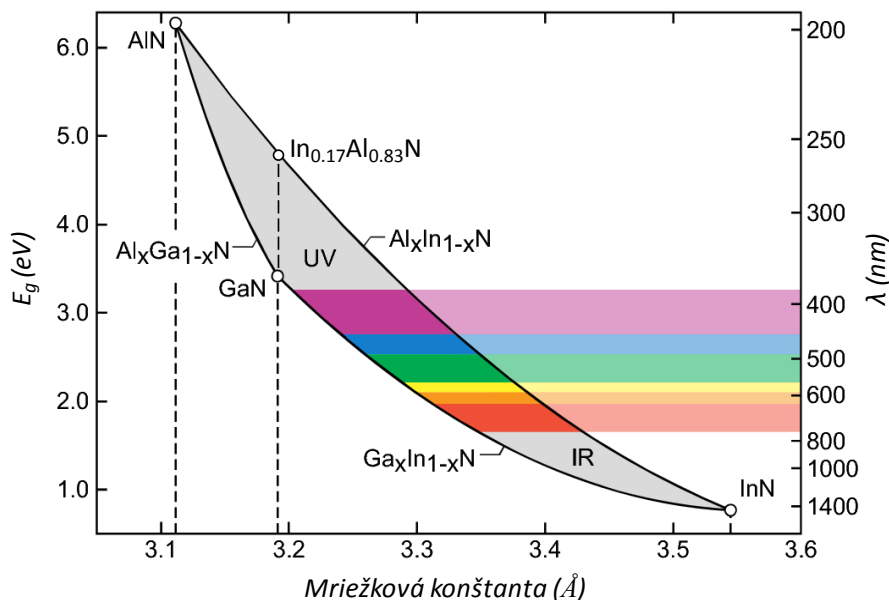
V dizertačnej práci sa venujeme preskúmaniu oblasti využitia metód CL a EBIC na štúdium vlastností GaN polovodičov a polovodičových štruktúr, pričom na kvantitatívne štúdium používame numerickú metódu Monte Carlo (MC). Obe uvedené metódy sú v súčasnosti široko používané pri analýze polovodičových materiálov a štruktúr o čom svedčí veľké množstvo pravidelne publikovaných vedeckých prác, ktoré sú venované tejto a príbuznej problematike. Nakoľko sú tieto metódy aplikované aj na nové nanoštruktúry, resp. štruktúry pripravené na nanoštrukturovaných povrchoch, je potrebné podrobnejšie preskúmať možnosti ich využitia na kvalitatívnu i kvantitatívnu analýzu, prípadne nájsť isté ohraničenia týchto metód. V dizertačnej práci sú uvedené teoretické východiská metódy Monte Carlo pre modelovanie a numerickú simuláciu interakcie urýchlených elektrónov s atómami tuhej látky využitím matematických postupov, založených na náhodnej zmene smeru a veľkosti rozptylu [1], [2]. V počiatočnej fáze vypracovania tejto práce bol voľne dostupný MC simulátor CASINO 2 [3], ktorý však neumožňuje skúmať vybrané charakteristiky potrebné pre podrobnú analýzu CL žiarenia v komplexných polovodičových štruktúrach. Súčasťou tejto práce je preto návrh MC algoritmu pre vyšetrenie priestorového rozloženia generovaného CL žiarenia v polovodičovej heteroštruktúre GaN/InGaN/GaN. Korektnosť získaných výsledkov je verifikovaná komparatívnou štúdiou MC simulácií a meraných CL spektier. V ďalšej časti práce sa venujeme

rozšíreniu vyvinutého MC algoritmu s cieľom vyšetriť priestorovú distribúciu prúdu indukovaného elektrónovým zväzkom v okolí Schottkyho nanokontaktu tvoreného metalickým hrotom umiestneným na povrchu GaN vrstvy. Takéto usporiadanie, prvý krát publikované Boudjanim [4], umožňuje určiť difúznú dĺžku minoritných nosičov náboja v polovodičoch alebo mapovať jej plošnú distribúciu, pričom ho možno implementovať v SEM využitím nanohrotov ovládaných mikromanipulátormi, alebo vo vodivostnom atómovom silovom mikroskope (c-AFM) umiestnenom v SEM.

2 Prehľad súčasného stavu

2.1 GaN a príbuzné kompozity

GaN je binárny A_3B_5 polovodič s priamym optickým prechodom, kryštalizujúci vo wurtzitovej alebo kubickej mriežke. Hoci elektroluminiscencia v tomto materiáli bola prvýkrát pozorovaná v roku 1971 [5], prvá GaN elektroluminiscenčná dióda (LED) s homoprechodom bola prezentovaná až v roku 1992 [6] a v roku 1996 aj prvá GaN laserová dióda (LD) [7]. Vyrobená LED mala účinnosť $\sim 1\%$, čo bol prekvapujúci výsledok vzhľadom na vysokú hustotu porúch v GaN vrstve ($\sim 10^{10} \text{ cm}^{-2}$) rastenej na mriežkovo neprispôsobenom zafíre [8]. Pre zvýšenie účinnosti LED a LD resp. citlivosti fotodetektorov sa v súčasnosti využívajú kvantovorozmerné javy v dvojitéch heteroštruktúrach, kvantových jamách (QW) alebo viacnásobných kvantových jamách (MQW).



Obr. 1 Šírka energetickej medzery E_g a zodpovedajúca vlnová dĺžka λ ako funkcia mriežkovej konštanty zličeniny AlInGaN kryštalizujúcej vo wurtzitovej mriežke [8].

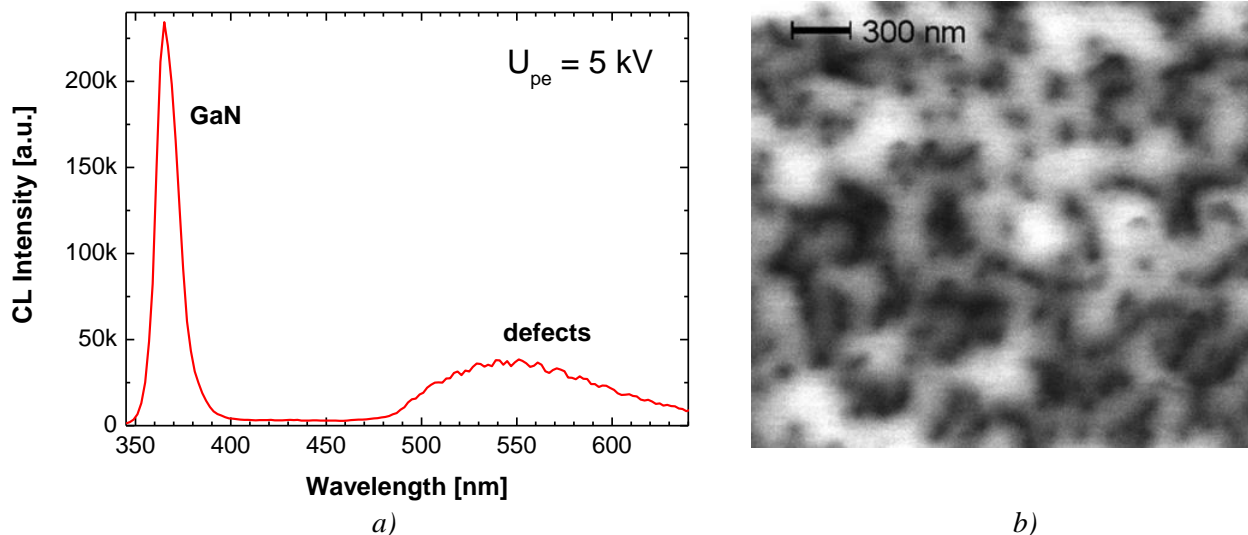
GaN tvorí základ viaczložkových zličenín InGaN a AlGaIn, ktorých fyzikálne vlastnosti sú modifikovateľné zmenou kompozície, resp. rastových podmienok. Pripraviť sa dajú viacerými

technológiami, v súčasnosti sa najčastejšie využíva molekulárna zväzková epitaxia (MBE), chemická depozícia z pár organokovových zlúčenín (MOCVD), alebo metóda HVPE (*Hydride Vapour Phase Epitaxy*) a ich modifikácie. Zo závislosti šírky energetickej medzery od mriežkovej konštanty na obr. 1. vidieť, že možno pripraviť monokryštalické InGaN vrstvy, ktoré pokrývajú oblasť od ~3,4 eV v GaN až po ~0,77 eV v InN, čomu zodpovedá oblasť vlnových dĺžok emitovaného žiarenia od ~366 nm pre GaN až po ~1,61 μm pre InN. Obdobne sa dá využiť aj polovodičová zlúčenina AlGaIn s vrstvami vo forme $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{Al}_y\text{Ga}_{1-y}\text{N}$, ktorá pokrýva pásmo od ~200 nm pre AlN až po ~366 nm pre GaN [9].

2.2 Katódoluminiscencia polovodičových štruktúr na báze GaN

Katódoluminiscencia predstavuje efektívny nástroj pre optickú charakterizáciu GaN štruktúr s vysokým rozlíšením ako v priestorovej, tak aj v spektrálnej oblasti [10]. Príklad typického CL spektra GaN vrstvy pri izbovej teplote je na obr. 2a. Pozostáva z hlavného vrcholu s maximom pri ~366 nm (3,39 eV), ktorý zodpovedá žiarivému medzipásmovému prechodu v GaN, a z relatívne širokého vrcholu s maximom pri ~555 nm (2,23 eV), tzv. žltej luminiscencie (YL). Šírka hlavnej spektrálnej čiary závisí predovšetkým od teploty (fonónový rozptyl), tvar spektra v okolí 3,4 eV ale závisí aj od typu a koncentrácie prímiesi, ako aj od mechanických napätí v GaN [11]. V minulosti bolo publikovaných množstvo prác, ktoré sa zaoberajú vysvetlením mechanizmu žiarivej rekombinácie v YL oblasti [12-19]. Podľa [13] ide o rekombináciu z vodivostného pásma, alebo z plynkej donorovej hladiny na hlbokú akceptorovú hladinu. Plytké donory môže predstavovať atóm kyslíka, ktorý v mriežke GaN nahrádza atóm dusíka, alebo atóm Si, ktorý nahrádza atóm Ga [14]. Za hlboké akceptorové stavy sa považujú vakancie v Ga [15], [16]. V práci [17] zasa poukazujú na uhlík ako hlboký akceptor, ktorý nahrádza atóm dusíka a podieľa sa na YL luminiscencii. Kvantitatívny opis jednotlivých prechodov doposiaľ nie je presne známy, avšak je preukázané, že intenzita YL je tým vyššia, čím je vyššia hustota kryštalografických porúch. Ďalším problémom, ktorý degraduje vlastnosti polovodičových prvkov na báze GaN a vplýva na ich mechanické, elektrické a optické vlastnosti je vysoká hustota štruktúrnych porúch, najmä dislokácií, vyplývajúca zo zlého mriežkového prispôsobenia rastenej GaN vrstvy na podložku; ako podložka sa najčastejšie používa monokryštalický zafír, novšie SiC kvôli lepšej tepelnej vodivosti alebo Si kvôli podstatne nižšej cene. Rozdiely v mriežkových konštantách medzi podložkou a rastenou vrstvou vedú k vzniku mechanického pnutia v kryštalickej mriežke, ktoré sa vo veľkej miere prejavuje vznikom tzv. „šplhajúcich“ (*threading*) dislokácií (TD) s hustotou až $10^8 \div 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ [21]. Tieto dislokácie prenikajú kolmo na povrch GaN vrstiev. Prispievajú k nežiarivým rekombinačným prechodom [22], [23], čo sa na mape intenzity CL žiarenia prejaví relatívnym poklesom signálu v mieste defektu a jeho najbližšom okolí (obr. 2b). Tvar

a plocha tmavých bodiek korešpondujúcich s takými kryštalografickými poruchami závisí od konkrétneho typu a orientácie poruchy voči povrchu, difúznej dĺžky minoritných nosičov náboja, ako aj od parametrov elektrónového zväzku.



Obr. 2 a) Typické CL spektrum polovodičovej GaN vrstvy [20], b) mapa monochromatického CL žiarenia s vlnovou dĺžkou 360 nm (3,44 eV) nasnímaná na epitaxnej GaN vrstve rastenej na zaříre [22]

Prítomnosť TD taktiež koreluje s hustotou záchytných centier a prispieva k zvýšeniu vodivosti nedopovaných GaN vrstiev, čo vo všeobecnosti zhoršuje kvalitu elektronických GaN prvkov. Preto ich eliminácia je doposiaľ predmetom intenzívneho výskumu. Jedným z prístupov, ako čiastočne eliminovať TD je použitie tzv. ELOG (*Epitaxial Lateral Overgrowth*) technológie, využitím ktorej možno dosiahnuť výrazné zníženie hustoty dislokácií $\leq 10^6 \text{ cm}^{-2}$ [24]. Podobným prístupom, ktorý je v súčasnosti predmetom rozsiahleho výskumu je rast nanopyramídových a nanostĺpikových štruktúr. Pri ich príprave sa postupuje napr. tak (tzv. bottom-up approach), že sa v maske vyčlenia presne špecifikované otvory, cez ktoré sa postupne metódou MOCVD narastie pyramídová štruktúra SAG procesom (*Selective Area Growth*). Pri raste vrstiev na takýchto pyramídach dochádza k znižovaniu hustoty porúch, pričom sa využíva anihilácia a ohyb dislokácií na povrchu nanopyramíd (napr. na kryštalografických rovinách $\{10\bar{1}1\}$), čo dokumentuje napr. práca [25]. CL analýzou takýchto pyramídových štruktúr možno sledovať nehomogenitu intenzity a fluktuáciu spektier s polohou, ktoré sa najčastejšie pripisujú poruchám, mriežkovému pnutiu a konkrétnym rastovým mechanizmom [11], [26-30].

Pre úplnosť uvedme, že na intenzitu CL žiarenia a namerané spektrá vplývajú aj ďalšie okrajové efekty, ako napr. interferencia emitovaného svetla na opticky priehľadných rozhraniach (laloky vo vyžarovacích diagramoch), doba rastovania elektrónového zväzku po vzorke resp. závislosť od dózy náboja PE [31], efekty záchytu a emisie nosičov pascami a pod.

2.3 Prúd indukovaný elektrónovým zväzkom

Metóda EBIC sa používa na elektrickú charakterizáciu a diagnostiku polovodičových štruktúr, lokalizáciu oblastí priestorového náboja (napr. PN prechodov, Schottkyho bariér), ako aj na stanovenie difúznej dĺžky a doby života minoritných nosičov náboja v polovodičoch [32] a pod. V závislosti od orientácie vzorky vzhľadom na dopadajúci PE zväzok rozlišujeme dve základné usporiadania EBIC experimentov – s elektrónovým zväzkom dopadajúcim rovnobežne (paralelné usporiadanie, *cross-sectional EBIC*) alebo kolmo (planárne usporiadanie, *plan-view EBIC*) na oblasť priestorového náboja [33], [34]. V prípade planárneho usporiadania so Schottkyho kontaktom sa pre stanovenie difúznej dĺžky L minoritných nosičov náboja využíva meranie poklesu prúdu I_{EBIC} v závislosti od vzdialenosti d medzi hranou Schottkyho kontaktu (presnejšie okrajom oblasti priestorového náboja) a miestom dopadu elektrónového zväzku. Tento pokles možno s veľmi dobrou presnosťou vzhľadom na experiment aproximovať funkciou [4], [35], [36], [37]

$$I_{EBIC} \approx d^{-\beta} e^{-\frac{d}{L}}, \quad (1)$$

kde β nadobúda hodnoty od $\beta = 1/2$ pre zanedbateľnú povrchovú rekombinačnú rýchlosť $v_s \rightarrow 0$, až po $\beta = 3/2$ pre veľmi veľkú povrchovú rekombinačnú rýchlosť $v_s \rightarrow \infty$. Nutné je poznamenať, že uvedená aproximačná funkcia platí len vo vzdialenosti niekoľko difúzných dĺžok L od kontaktu v závislosti od konkrétnych experimentálnych podmienok. Hlavnou nevýhodou takéhoto typu merania je nutnosť vytvorenia Schottkyho bariéry depozíciou metalickej vrstvy, prípadne PN prechodu difúziou. Ako sa po prvý krát podarilo ukázať Boudjanimu [4], sofistikovanejšia metóda využíva Schottkyho kontakt tvorený metalickým hrotom umiestneným na povrchu polovodiča. Takýto prístup umožňuje pomerne jednoducho a rýchlo merať závislosť $I_{EBIC}(d)$, stanoviť difúznu dĺžku minoritných nosičov náboja a tiež mapovať jej priestorové rozloženie na povrchu vzorky. Nakoľko je však analytická aproximácia (1) odvodená pre polonekonečný kontakt, resp. pre veľký kontakt vzhľadom na veľkosť rekombinačného objemu elektrón-dierových (e-h) párov, je potrebné preskúmať vplyv rozmerov kontaktu a energie PE zväzku na presnosť odhadu difúznej dĺžky minoritných nosičov náboja. V tejto práci sme pre vyšetrenie závislosti $I_{EBIC}(d)$ aplikovali metódu Monte Carlo.

3 Ciele dizertačnej práce

Na základe poznatkov nadobudnutých analýzou súčasného stavu zvolenej problematiky ako aj na základe praktických skúseností získaných v rámci realizovaných experimentov boli ciele dizertačnej práce stanovené nasledovne:

1. Preskúmať problematiku interakcie sfokusovaného elektrónového zväzku s polovodičom a vznikajúcich signálov, a získať aktuálne vedecké poznatky o možnosti ich využitia pre zobrazenie a analýzu polovodičových štruktúr a prvkov.
2. Analyzovať mechanizmy vzniku CL žiarenia v polovodičových štruktúrach na báze GaN a príbuzných kompozitných polovodičov a rozvíjať experimentálne postupy merania CL spektier a spektrálnych máp.
3. Rozvíjať metódu CL využitím prostriedkov numerického modelovania a počítačovej simulácie. Preskúmať možnosti modelovania interakcie elektrónového zväzku s polovodičom, vrátane procesov generácie, difúzie a rekombinácie nosičov náboja. Na základe získaných poznatkov vytvoriť numerický model InGaN/GaN štruktúr. Numerickou simuláciou vyšetriť rozloženie generovaného CL žiarenia v takejto heteroštruktúre.
4. Analyzovať CL mapy a spektrá InGaN/GaN štruktúr využitím poznatkov získaných metódou numerickej simulácie.
5. Rozšíriť vytvorený numerický model s cieľom vyšetriť priestorovú distribúciu prúdu indukovaného sfokusovaným elektrónovým zväzkom v okolí Schottkyho nano-kontaktu.

4 Použité metódy riešenia

V práci sa venujeme popisu elektro-fyzikálnych javov, ktoré sa podieľajú na vzniku CL žiarenia, ako aj princípom jeho detekcie a základným módom CL meraní. Sumarizáciou a analýzou literárnych poznatkov uvádzame prehľad problematiky CL charakterizácie polovodičových štruktúr na báze GaN a z neho odvodených kompozitných polovodičov ako InGaN a AlGaN. Využitím modelovania a počítačovej simulácie metódou Monte Carlo kvantifikujeme rozloženie generovaného CL žiarenia vo vybraných polovodičových štruktúrach. Súčasťou dizertačnej práce je návrh MC algoritmu založeného na náhodnej zmene smeru a veľkosti rozptylu primárnych elektrónov, ktorý je implementovaný a odladený vo výpočtovom prostredí MATLAB. Množstvo energie odovzdané primárnym elektrónom pri nepružnom rozptyle je vypočítané na základe modifikovaného Betheho vzťahu [2] a následne prepočítané na množstvo lokálne generovaných e-h párov. Simuláciou náhodného pohybu nadbytočných nosičov (tzv. *random walk* algoritmus) sú určené miesta, v ktorých dochádza k žiarivej rekombinácii. Uvedená procedúra sa opakuje, pokiaľ PE neopustí povrch materiálu a stane sa späťne odrazeným, alebo kým nie je absorbovaný. V práci sú MC simuláciami popri hĺbkových distribúciách počtu zrážok a energetických strát primárnych elektrónov sledované aj neštandardné závislosti s cieľom vyšetriť vplyv rôznych parametrov na rozloženie rekombinujúcich nosičov náboja v štruktúre GaN/InGaN/GaN s jednou kvantovou jamou. Kvantifikované je tiež rozloženie prúdu indukovaného elektrónovým zväzkom v okolí Schottkyho nano-kontaktu tvoreného metalickým hrotom na povrchu polovodiča, ktorý sme modelovali kružnicou s polomerom r_c ,

pričom každý nosič, ktorý sa difúziou dostal do oblasti vymedzenej touto kružnicou bol považovaný za zdetegovaný. Uvedená simulácia si vyžiadala spresnenie difúzneho modelu zavedením náhodnej zmeny počtu krokov nosiča podľa normálneho štatistického rozdelenia, čím sme zabezpečili podmienku premennej doby života nerovnovážnych nosičov.

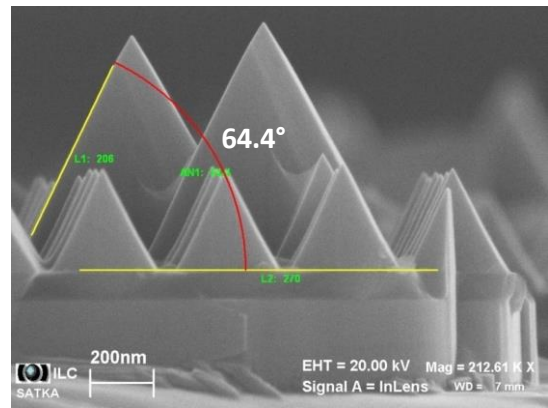
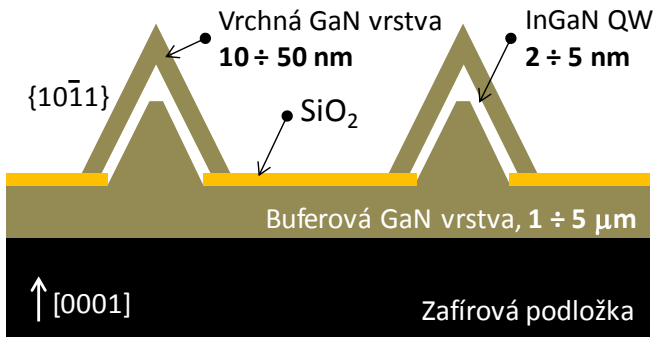
Experimentálne merania boli realizované v Laboratóriu analýzy materiálov a povrchov v Medzinárodnom laserovom centre v Bratislave. Na zber a spracovanie CL žiarenia v rastrovacom elektrónovom mikroskope LEO 1550 bol v počiatkovej fáze tejto práce použitý CL systém so zrkadlom, kolimačnou optikou Ocean Optics 84-UV-25 a širokospektrálnym optickým vláknom Ocean Optics P600-2. Žiarenie bolo vedené na vstup spektrofotometra Ocean Optics HR4000, namerané CL spektrá boli zaznamenávané a vyhodnocované v programe Spectra Suite. Pre snímání intenzitných katódoluminiscenčných máp bol použitý fotonásobič chladený Peltierovým článkom. Druhým systémom s podstatne lepšou zbernou účinnosťou, ktorý bol nainštalovaný v priebehu riešenia dizertačnej práce, je systém Gatan MonoCL4, umožňujúci snímání katódoluminiscenčné spektrá, panchromatické a spektrálne rozlíšené CL mapy, ako aj hyperspektrálne mapy. Spracovanie, analýza a vyhodnotenie nameraných dát bola realizovaná v softvérovom prostredí Gatan Digital Micrograph.

Priestorová distribúcia prúdov indukovaných elektrónovým zväzkom bola sledovaná v okolí Schottkyho kontaktu tvoreného volfrámovým nanohrotom umiestneným na povrchu nedopovanej planárnej GaN vrstvy. Pohyb hrotov bol riadený mikromanipulátormi Kleindiek MM3A-EM s príslušenstvom pre meranie malých prúdov LCMK-EM, prúd bol meraný transimpedančným prevodníkom GW Electronics – Type 31.

5 Zhrnutie dosiahnutých výsledkov

5.1 Štúdium generácie CL žiarenia v InGaN/GaN LED štruktúrach

V posledných rokoch bolo skúmaných množstvo LED štruktúr s cieľom dosiahnuť vysokú svietivosť, účinnosť a efektívnosť. Špeciálna pozornosť sa venuje trojrozmerným štruktúram na báze GaN, akými sú nanopýramídy či nanostĺpiky, ktoré umožňujú rast aktívnych oblastí vo forme kvantových jám na semipolárne a nepolárne orientovaných rovinách. Takýto rast vedie ku kompenzácii vnútorných elektrických polí vyvolaných mriežkovým pnutím, čo sa prejavuje potlačením QCSE (*Quantum-Confined Stark Effect*) [38] a jeho negatívneho vplyvu na účinnosť III-N optoelektronických prvkov. Jednou zo sľubných 3D LED štruktúr s typickou emisiou v UV a viditeľnej oblasti sú InGaN/GaN kvantové jamy rastené na semipolárnych $\{10\bar{1}1\}$ rovinách GaN nanopýramíd [26]. Schematický rez takouto štruktúrou s typickými rozmermi jednotlivých vrstiev je zobrazený na obr. 3a. Na obr. 3b je SE snímka priečného lomu takejto štruktúry z ktorej vidieť, že sklon jednej zo stien pyramídy je $\sim 65^\circ$ vzhľadom na rovinu podložky.

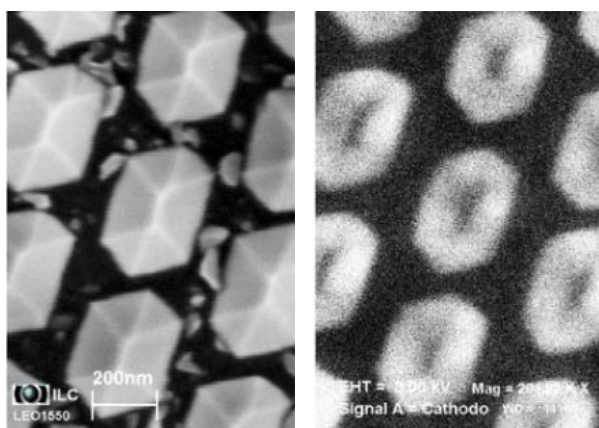


a)

b)

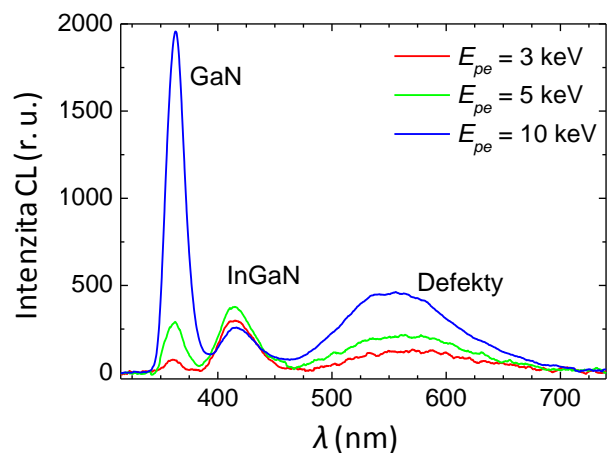
Obr. 3 a) Schematický rez InGaN/GaN štruktúrou s typickými rozmermi jednotlivých vrstiev, b) SE snímka vyšetrovanej štruktúry

SE snímka poľa nanopyramíd pri pohľade zhora a zodpovedajúca panchromatická CL mapa zhotovená pri energii primárneho zväzku $E_{pe} = 3$ keV je zobrazená na obr. 4a, resp. na obr. 4b. Z katódoluminiscenčných pozorovaní je zrejmé, že CL signál je najsilnejší na povrchu nanopyramíd, zatiaľ čo oblasť medzi pyramídami vykazuje pri tejto energii veľmi slabú luminiscenciu. CL spektrá snímané na stenách nanopyramíd pri rôznych energiách elektrónového zväzku na obr. 4c odhaľujú prítomnosť troch vrcholov, ktoré sme definovali nasledovne – ostrý vrchol s maximom na vlnovej dĺžke ~ 365 nm ($\sim 3,4$ eV) zodpovedá žiarivej rekombinácii v GaN, stredný vrchol s maximom pri ~ 415 nm (~ 3 eV) zodpovedá InGaN kvantovej jame a relatívne široký vrchol s maximom pri ~ 555 nm ($\sim 2,2$ eV) súvisí s poruchami spôsobujúcimi žltú luminiscenciu v GaN. Celkový signál zo vzorky s energiou primárnych elektrónov rastie, avšak tento nárast nie je v rámci meraného spektra rovnomerný.



a)

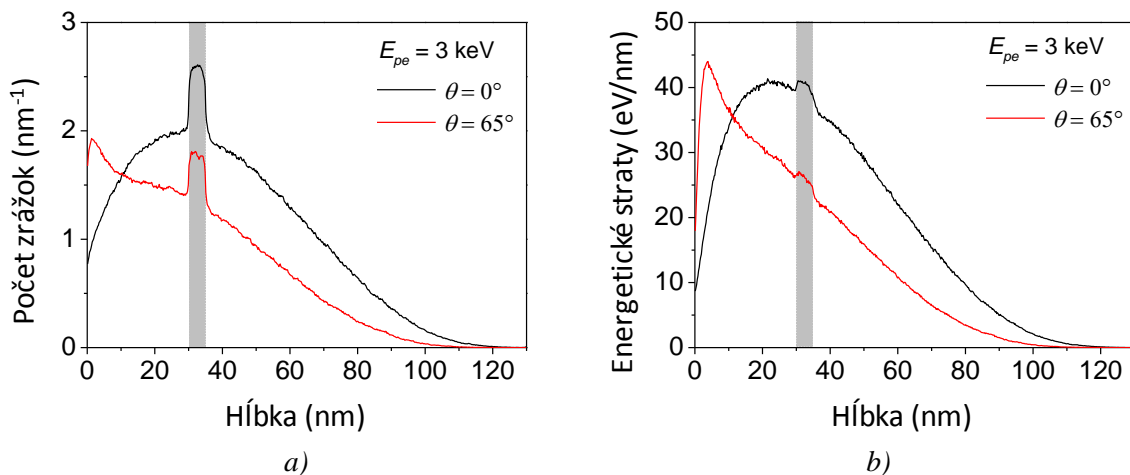
b)



c)

Obr. 4 a) SE snímka GaN/InGaN/GaN nanopyramíd, b) zodpovedajúca ICL mapa zhotovená pri $E_{pe} = 3$ keV, c) CL spektrá namerané na stenách pyramíd pri rôznych E_{pe} .

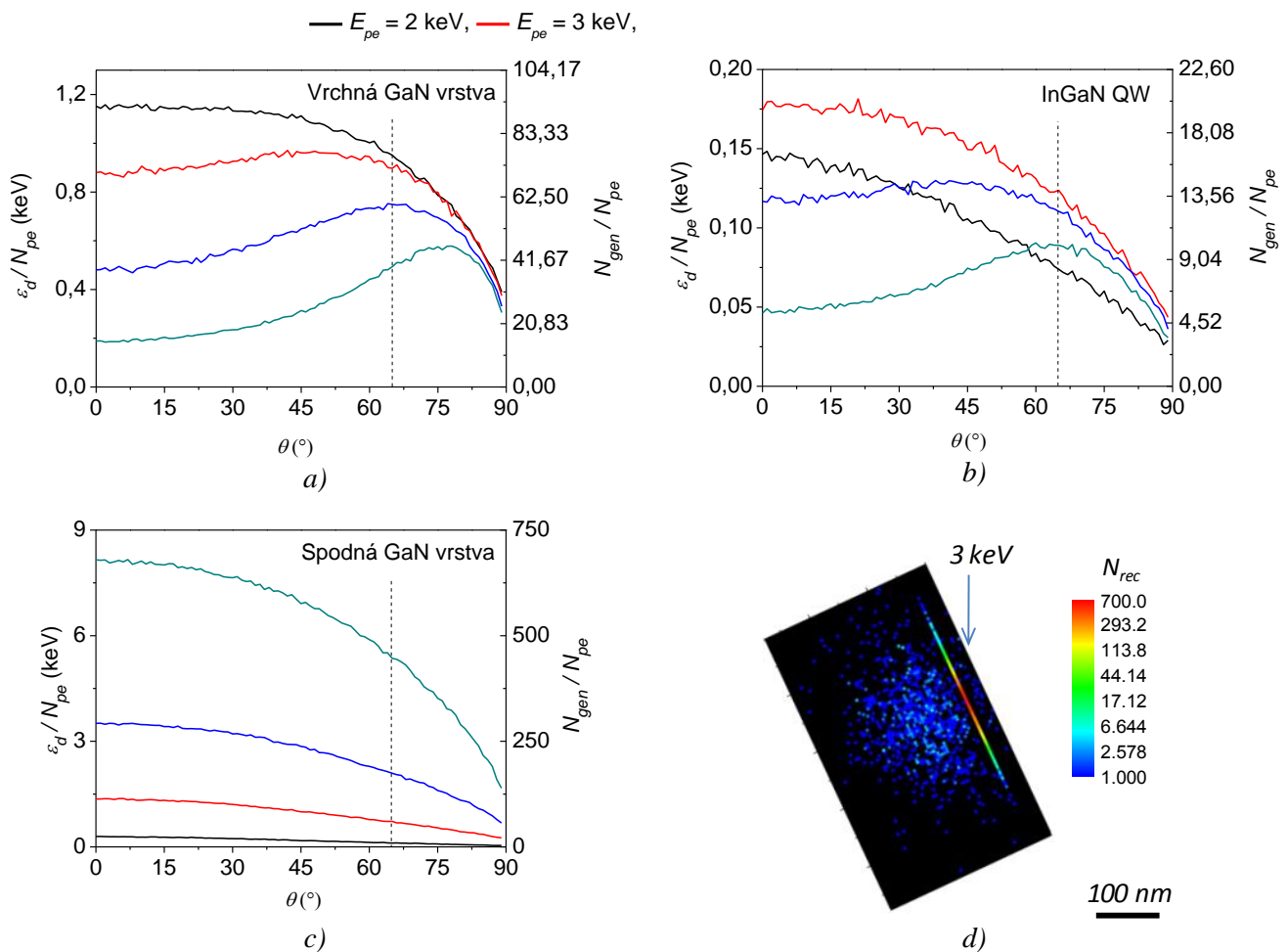
Pre potreby analýzy výsledkov CL meraní bol vytvorený a odladený algoritmus výpočtu generácie nosičov náboja primárnymi elektrónmi a následnej difúzie nosičov náboja z miesta ich generácie metódou Monte Carlo, umožňujúci kvantitatívne analyzovať priestorovú distribúciu generovaného CL žiarenia v polovodičoch a polovodičových štruktúrach. Na základe numerickej simulácie interakcie elektrónového zväzku s pyramídovou LED štruktúrou s jednou InGaN/GaN kvantovou jamou (rozmery 30 nm/5 nm/bufer v zmysle GaN/InGaN/GaN – vid' obr. 3a) bol kvantifikovaný vplyv energie primárneho zväzku E_{pe} a uhla dopadu θ (uhol medzi zväzkom primárnych elektrónov a normálou k rovine podložky) primárnych elektrónov na hĺbkové distribúcie počtu zrážok a energetických strát primárnych elektrónov [39]. Situáciu pre $E_{pe} = 3$ keV a $\theta = 0^\circ$ a 65° uvádzame na obr. 5. Výsledky ukazujú zvýšený počet zrážok v kvantovej jame, ktorý je spôsobený vyššou hustotou a atómovou hmotnosťou InGaN voči GaN, hoci nárast energetických strát v priestore kvantovej jamy nie je taký markantný. Taktiež si možno všimnúť, že celkové energetické straty (dané plochami pod hĺbkovými distribúciami energetických strát) sú väčšie pre $\theta = 0^\circ$, keďže pri takomto uhle dopadu je emisia spätne odrazených elektrónov najmenšia, a teda podiel primárnych elektrónov odovzdávajúcich celú svoju energiu atómom látky je najväčší.



Obr. 5 Hĺbkové distribúcie počtu zrážok (a) a energetických strát (b) prepočítané na jeden primárny elektrón s energiou 3 keV a uhlom dopadu 0° a 65° v polovodičovej štruktúre GaN/InGaN/GaN, získané MC simuláciou; pozícia InGaN QW je vyznačená šedým stĺpcom

Simuláciou hĺbkových distribúcií pre rôzne energie E_{pe} sme ukázali, že pozícia maxima energetických strát PE vo vzorke sa dá prispôbiť vhodnou voľbou energie E_{pe} a uhla dopadu θ primárnych elektrónov. Uvedenú skutočnosť dokumentujú simulované závislosti množstva energie ε_d odovzdaného primárnymi elektrónmi vo forme strát do jednotlivých častí štruktúry v závislosti od uhla dopadu a energie primárnych elektrónov na obr. 6a, 6b, 6c. Závislosti vykazujú maximum pre vrchnú GaN vrstvu, ktoré sa s nárastom energie E_{pe} posúva smerom k vyšším uhlom dopadu. To isté môžeme pozorovať pre 5 nm hrubú InGaN vrstvu, kde pre uhol dopadu $\theta = 65^\circ$ (vyznačený prerušovanou

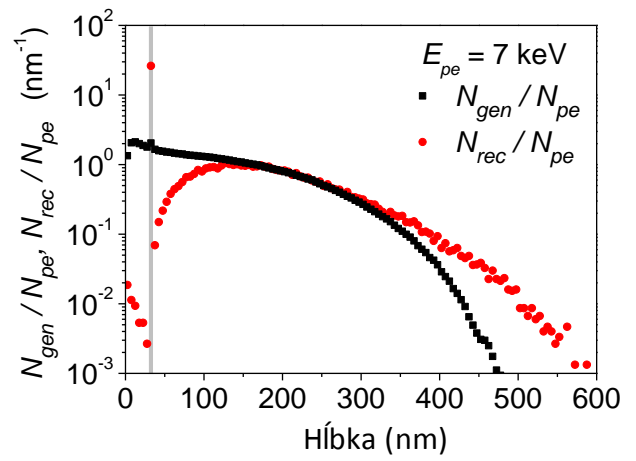
čiarou) dostávame lokálne maximum pri $E_{pe} = 10$ keV, a so znižovaním E_{pe} sa jeho pozícia posúva k nižším uhlom dopadu. Pre nízke energie sa toto maximum vytráca a generačná rýchlosť v kvantovej jame je najvyššia pre $\theta = 0^\circ$. Z výsledkov simulácií vyplýva, že pri vyšších energiách E_{pe} možno intenzitu CL signálu z kvantovej jamy zvýšiť použitím väčších uhlov dopadu θ s cieľom sústrediť najväčšie energetické straty primárnych elektrónov do oblasti kvantovej jamy a jej bezprostredného okolia [40]. Pre presnejšiu analýzu boli do MC modelu zahrnuté procesy difúzie a rekombinácie nadbytočných nosičov náboja, čoho výsledkom je získaná priestorová distribúcia generovaného CL žiarenia v heteroštruktúre GaN/InGaN/GaN na obr. 6d, ukazujúca zvýšenú rekombinačnú aktivitu v oblasti QW. Aby bolo možné určiť príspevok jednotlivých častí takejto štruktúry k celkovej intenzite CL žiarenia, boli z uvedeného typu simulácií extrahované hĺbkové distribúcie počtu rekombinácií N_{rec} prepočítané na jeden PE, ako to znázorňujú závislosti na obr. 7 pre $E_{pe} = 3, 5$ a 7 keV [41]. Zobrazené je tiež množstvo N_{gen} generovaných nosičov náboja vzhľadom na jeden PE určené z hĺbkových distribúcií energetických strát.



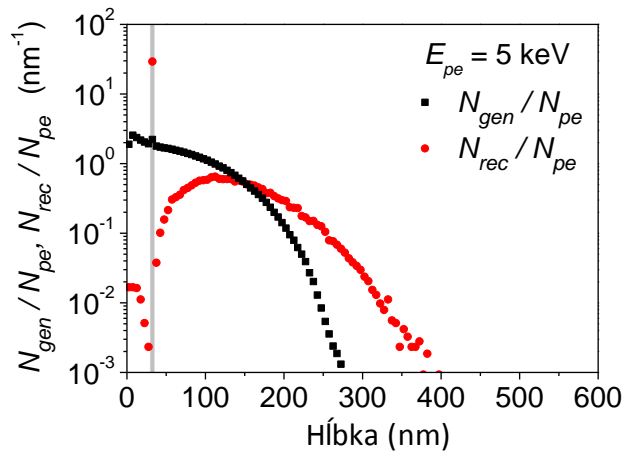
Obr. 6 Závislosť energetických strát ϵ_d a množstva generovaných e-h párov N_{gen} (vzhľadom na jeden PE) od uhla dopadu θ pre energie primárnych elektrónov $E_{pe} = 2, 3, 5$ a 10 keV: a) v hornej GaN vrstve, b) v InGaN kvantovej jame a c) v spodnej GaN vrstve. d) Priestorové rozloženie prvých 10^4 rekombinácií nosičov v GaN/InGaN/GaN heteroštruktúre pri energii primárnych elektrónov $E_{pe} = 3$ keV, uhle dopadu PE zväzku $\theta = 65^\circ$ a difúznej dĺžke minoritných nosičov náboja $L = 100$ nm.

Zo získaných závislostí vidieť, že nosiče sú v súlade s predpokladom efektívne zachytávané kvantovou jamou, o čom svedčí zvýšený počet rekombinácií v tejto oblasti vzhľadom na okolitý GaN. Pri $E_{pe} = 7$ keV primárne elektróny penetrujú do hĺbky ~ 480 nm a preto len malý zlomok z celkového počtu generovaných minoritných nosičov rekombinuje v kvantovej jame. So znižovaním E_{pe} tento podiel rastie, čo sa prejavuje znižovaním rekombinácií v GaN vzhľadom na InGaN. Uvedené výsledky sú v zhode s nameranými CL spektrami na obr. 4c, kde intenzita CL signálu z GaN vrstiev obkolesujúcich InGaN kvantovú jamu klesá spolu s energiou primárnych elektrónov.

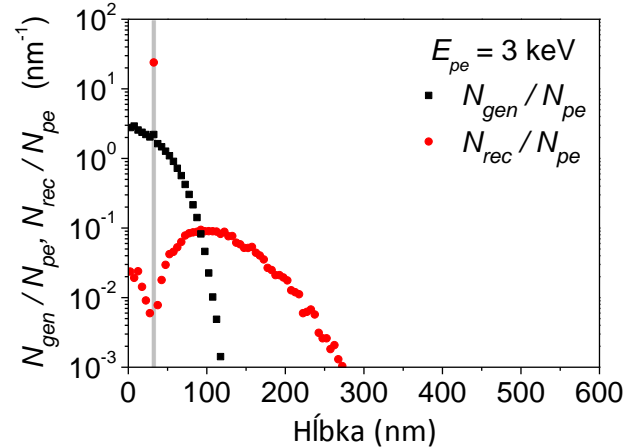
Popri parametroch PE zväzku vplýva na generáciu CL žiarenia v jednotlivých častiach štruktúry aj difúzna dĺžka minoritných nosičov náboja L . Metódu Monte Carlo sme použili na kvantifikáciu príspevku jednotlivých častí vyšetrovanej nanoštruktúry ku generácii CL žiarenia v závislosti od energie PE zväzku a difúznej dĺžky L v GaN (obr. 8) [41], [43]. Pri nízkych energiách je počet rekombinujúcich nosičov (a teda aj rekombinačná rýchlosť) v InGaN nezávislý na difúznej dĺžke L a so zvyšovaním E_{pe} po hodnotu ~ 3 keV rastie. Ďalší nárast E_{pe} vedie k dosiahnutiu maxima rekombinácií v InGaN QW a jej následnému pozvoľnému poklesu. Tento pokles je spôsobený postupným nárastom hĺbky vniku primárnych elektrónov s nárastom E_{pe} a generáciou a rekombináciou e-h párov v buferovej GaN vrstve, ako to vyplýva z obr. 8b. Z výsledkov



a)



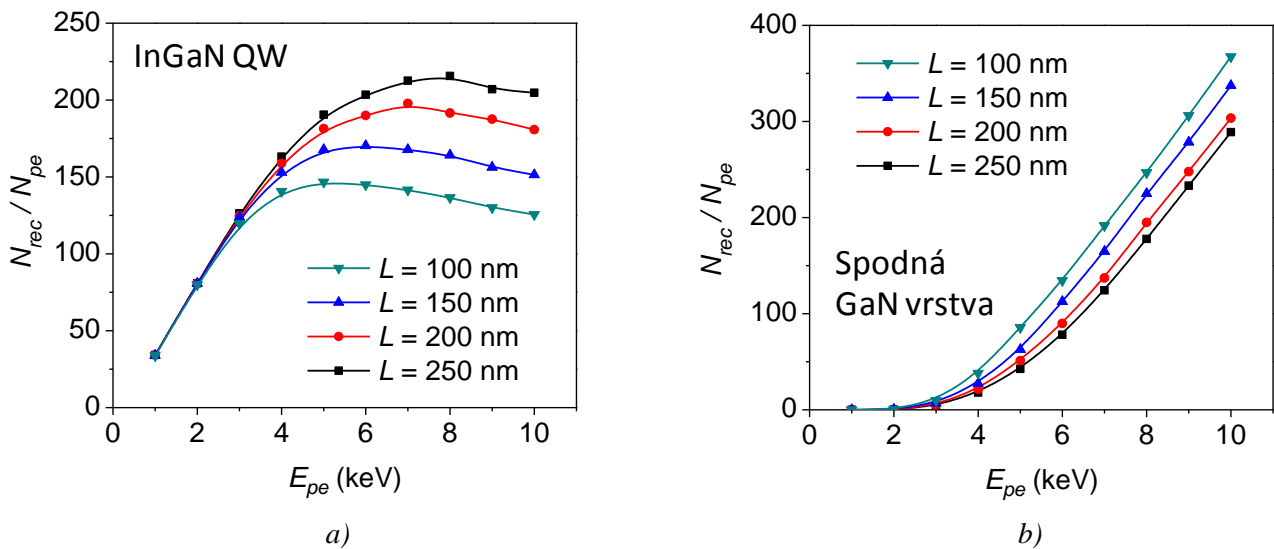
b)



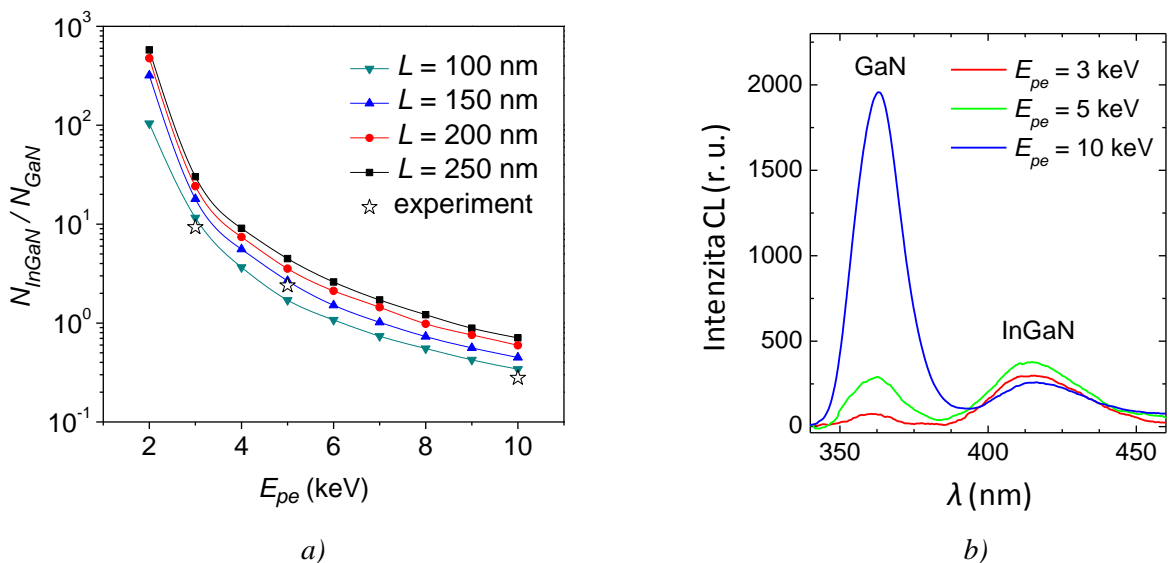
c)

Obr. 7 Hĺbkové distribúcie počtu generácií N_{gen} a rekombinácií N_{rec} prepočítané na jeden primárny elektrón pri uhle dopadu $\theta = 65^\circ$ a energii primárnych elektrónov $E_{pe} = 7$ keV (a), 5 keV (b) a 3 keV (c); šedým pásikom je vyznačená pozícia InGaN kvantovej jamy; $L = 100$ nm.

simulácií na obr. 8a je zrejmé, že so zvyšovaním difúznej dĺžky rastie celkový počet rekombinácií v kvantovej jame a poloha rekombinačného maxima v závislosti $N_{rec}/N_{pe} = f(E_{pe})$ sa posúva smerom k vyšším E_{pe} . Toto zistenie má praktický význam z hľadiska interpretácie CL meraní, obzvlášť v prípadoch, keď difúzna dĺžka L v takýchto heteroštruktúrach nie je známa. Jej skutočná hodnota môže byť odhadnutá zo závislosti intenzity CL signálu z QW od E_{pe} .



Obr. 8 Závislosť počtu N_{rec} rekombinujúcich nosičov náboja na jeden PE od energie primárneho zväzku E_{pe} v InGaN QW (a) a GaN buferovej vrstve (b) pre rôzne difúzne dĺžky L v GaN; uhol dopadu PE zväzku $\theta = 65^\circ$. Situáciu pre vrchnú GaN vrstvu neuvádzame, nakoľko pre simulované veľkosti difúzných dĺžok v rozmedzí 100 až 250 nm je signál z tejto vrstvy zanedbateľný.

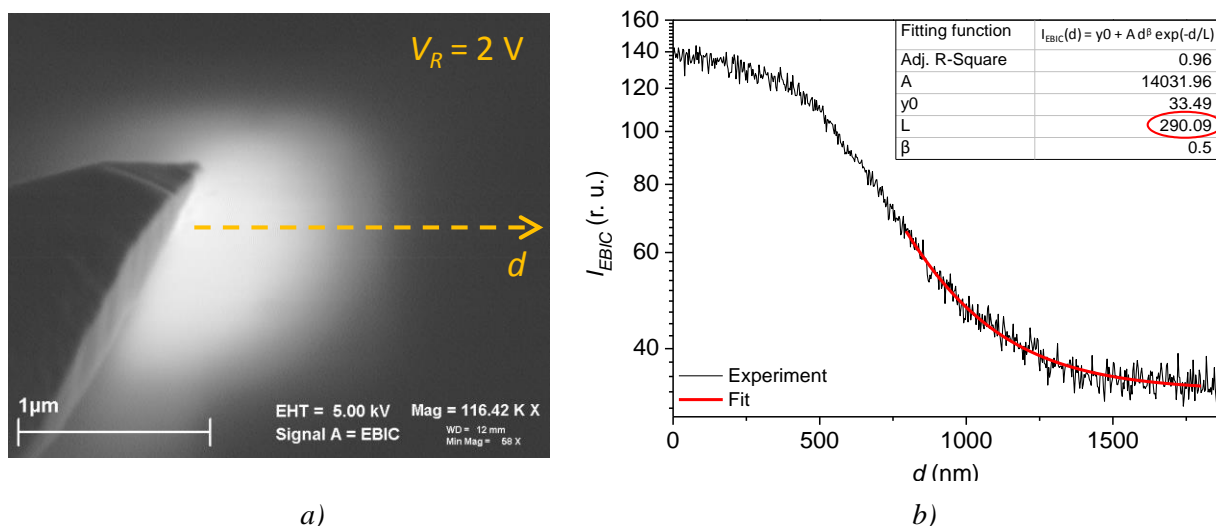


Obr. 9 Závislosť rekombinačného pomeru N_{InGaN}/N_{GaN} od energie primárnych elektrónov E_{pe} pre difúzne dĺžky $L = 100, 150, 200$ a 250 nm pri uhle dopadu $\theta = 65^\circ$ (a). Hodnoty pomeru N_{InGaN}/N_{GaN} určené analýzou meraných CL spektier (b) sú vyznačené symbolom hviezdičky.

Aby bolo možné porovnať experimentálne dáta získané metódou spektrálne rozlíšenej katódoluminiscencie na obr. 4c s výsledkami MC simulácií na obr. 8, zaviedli sme rekombinačný pomer N_{InGaN}/N_{GaN} , t.j. pomer počtu nosičov rekombinujúcich v InGaN QW k počtu nosičov rekombinujúcich v GaN. Štatistické dáta na obr. 8 (aj so zahrnutím hornej GaN vrstvy hrúbky 30 nm) boli v tomto zmysle prepočítané na závislosť N_{InGaN}/N_{GaN} od E_{pe} (obr. 9a). Vyznačené sú tiež hodnoty pomeru N_{InGaN}/N_{GaN} extrahované z nameraných CL spektier na obr. 9b. Uvedený postup komparatívnej štúdie MC simulácií a CL experimentu umožňuje odhadnúť hodnotu difúznej dĺžky minoritných nosičov náboja v GaN analyzovaním závislosti CL spektrálnych čiar od energie primárnych elektrónov [41], [43], [44]. Obdobným spôsobom bola preukázaná možnosť odhadnúť pozíciu kvantovej jamy v rámci viacvrstvovej polovodičovej štruktúry [42].

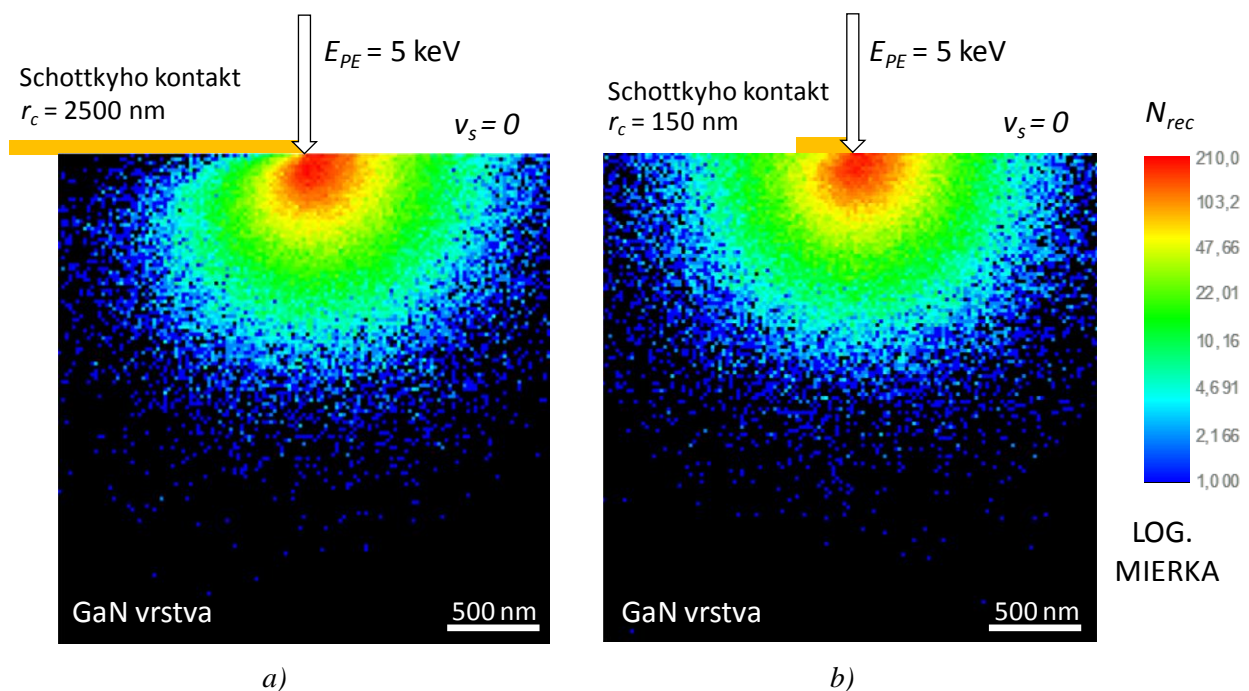
5.2 Simulácia priestorovej distribúcie prúdov indukovaných elektrónovým zväzkom

Ďalšou metódou SEM, ktorou možno stanoviť difúznu dĺžku minoritných nosičov náboja L v polovodičoch je metóda EBIC. Príklad nameranej priestorovej distribúcie prúdu indukovaného elektrónovým zväzkom v okolí Schottkyho (nano-)kontaktu tvoreného volfrámovým hrotom umiestneným na nedopovanej GaN vrstve je uvedený na obr. 10a. Z tejto intenzitnej mapy bola vybraná závislosť veľkosti indukovaného prúdu od vzdialenosti od kontaktu $I_{EBIC}(d)$ na obr. 10b, z ktorej bola využitím analytickej aproximácie (1) určená hodnota $L \approx 290$ nm. Vplyv záverného napätia a výberu závislosti $I_{EBIC}(d)$ z intenzitných EBIC máp sme vyšetrili v [45].

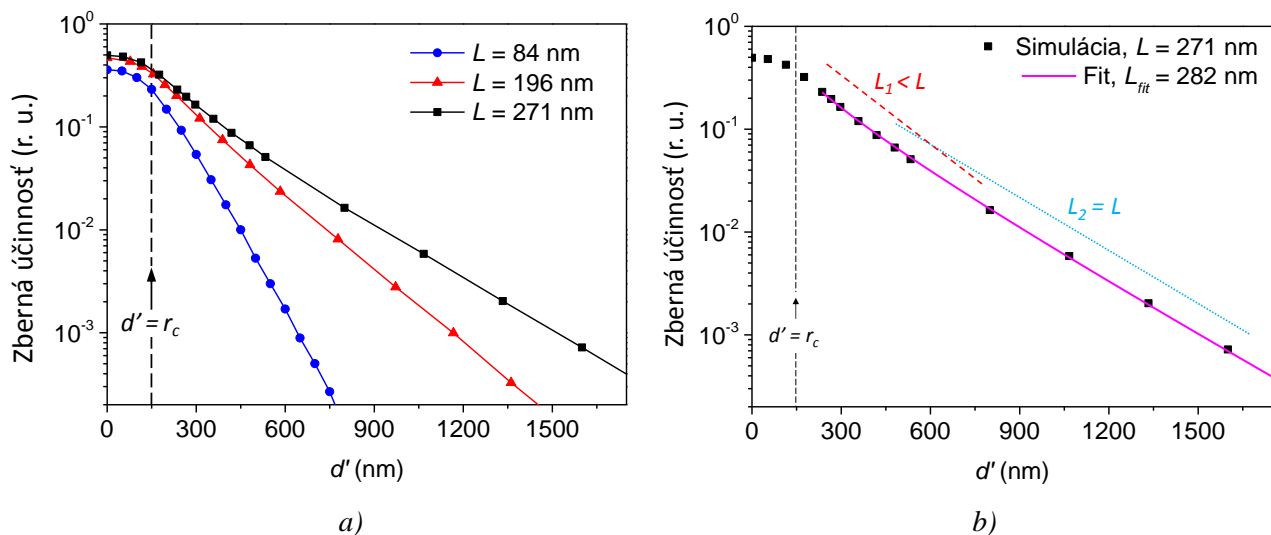


Obr. 10 a) Intenzitná mapa prúdu indukovaného elektrónovým zväzkom v okolí Schottkyho kontaktu tvoreného volfrámovým hrotom umiestneným na povrchu GaN vrstvy pri závernom napätí $V_R = 2$ V; b) intenzitný EBIC profil extrahovaný pozdĺž prerušovanej čiary na obr. 10a a odhad difúznej dĺžky minoritných nosičov náboja využitím aproximácie (1)

Nakoľko je aproximačná funkcia (1) odvodená pre polonekonečný kontakt, bolo potrebné preskúmať vplyv rozmerov kontaktu a energie PE zväzku (veľkosti generačného objemu) na presnosť odhadu difúznej dĺžky minoritných nosičov náboja. Vychádzali sme pritom z vytvoreného MC algoritmu generácie CL žiarenia, ktorý sme adaptovali pre potreby simulácie prúdu indukovaného elektrónovým zväzkom v okolí Schottkyho nano-kontaktu. Adaptácia si vyžiadala spresnenie difúzneho modelu minoritných nosičov náboja, ktoré viedlo k dosiahnutiu dobrej zhody medzi MC simuláciami a experimentálne overenou analytickou aproximáciou (1) pre polonekonečný kontakt. MC simuláciami sme vyšetrili vplyv veľkosti Schottkyho kontaktu kruhového tvaru s polomerom r_c na priestorové rozloženie rekombinujúcich nosičov náboja v GaN vrstve. Z porovnania na obr. 11 je zrejmé, že zmenšením plochy Schottkyho kontaktu sa jeho vplyv na rozloženie rekombinácií v GaN vrstve zníži a množstvo zachytených nosičov sa významne zredukuje. Identický typ simulácií bol vykonaný pre rôzne difúzne dĺžky minoritných nosičov náboja a pre rôzne miesta dopadu PE zväzku, pričom sme sledovali množstvo nosičov zachytených Schottkyho kontaktom. Získanými závislosťami na obr. 12a sme zdokumentovali pozvoľný pokles signálu v blízkosti hrany Schottkyho kontaktu, s následným exponenciálnym poklesom vo väčších vzdialenostiach od kontaktu, ktorý je silne závislý na difúznej dĺžke L [46]. Pri podrobnejšom preskúmaní závislosti pre $L = 271$ nm (obr. 12b) zistíme, že pokles od kontaktu je spočiatku rýchlejší, ukazujúc nesprávnu hodnotu difúznej dĺžky $L_1 < L$. S rastúcou vzdialenosťou od kontaktu sa tento pokles postupne spomaľuje, prestáva sa uplatňovať vplyv generačného objemu e-h párov a posilňuje sa vplyv difúznej dĺžky. Za týchto podmienok možno odhadnúť skutočnú hodnotu difúznej dĺžky minoritných nosičov náboja, kedy platí $L_2 = L$.

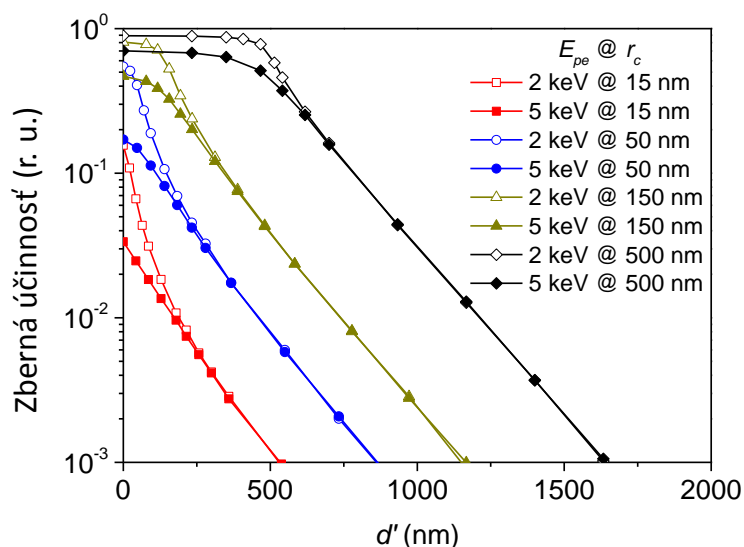


Obr. 11 Priestorové distribúcie prvých 10^5 nosičov rekombinujúcich v GaN vrstve v blízkosti Schottkyho kontaktu (znázornený oranžovým pásikom) kruhového tvaru s polomerom a) $r_c = 2500$ nm a b) $r_c = 150$ nm; difúzna dĺžka minoritných nosičov náboja $L = 196$ nm, povrchová rekombinačná rýchlosť $v_s = 0$.



Obr. 12 a) Závislosti zbernej účinnosti Schottkyho kontaktu s polomerom $r_c = 150$ nm od vzdialenosti d' pre difúzne dĺžky minoritných nosičov náboja $L = 84, 196$ a 271 nm získané metódou Monte Carlo. b) Simulovaná závislosť zbernej účinnosti Schottkyho kontaktu s polomerom $r_c = 150$ nm od vzdialenosti d' pre difúznu dĺžku minoritných nosičov náboja $L = 271$ nm a energiu primárnych elektrónov $E_{pe} = 5$ keV; Červenou a modrou priamkou je zvýraznený pokles simulovanej závislosti v dvoch rôznych oblastiach, na základe ktorého možno určiť dve rôzne difúzne dĺžky $L_1 < L$ a $L_2 = L$; Preloženie simulovaných bodov aproximačnou funkciou (1) umožňuje odhadnúť hodnotu difúznej dĺžky $L_{fit} = 282$ nm; d' – vzdialenosť medzi stredom Schottkyho kontaktu kruhového tvaru a miestom dopadu PE zväzku

V realite sa však táto časť EBIC profilu môže sčasti alebo úplne nachádzať pod úrovňou šumu, obzvlášť ak je na meranie použitý kontakt veľmi malých rozmerov. Z tohto dôvodu sme pre odhad difúznej dĺžky preložili simulované body na obr. 12b aproximačnou funkciou (1) v intervale pokrývajúcom obe uvedené oblasti. Hodnotu difúznej dĺžky sme týmto spôsobom stanovili na $L_{fit} = 282$ nm, čo predstavuje relatívnu odchýlku $\sim 4\%$ od pôvodnej simulovanej hodnoty. Nutné je poznamenať, že v reálnom experimente bude vplyvom šumu (viď napr. EBIC profil na obr. 10b) hodnota relatívnej odchýlky väčšia. Analogickým spôsobom sme kvantifikovali vplyv energie E_{pe} primárneho zväzku a polomeru kontaktu r_c (obr. 13) na rozloženie indukovaného prúdu v okolí Schottkyho kontaktu resp. nano-kontaktu [45], [46], [47]. Ukázali sme, že pre väčšie vzdialenosti od kontaktu sú simulované profily pre $E_{pe} = 2$ a 5 keV pre jednotlivé polomery kontaktov identické, výrazný rozdiel sa začína prejavovať až v blízkosti kontaktu. Silnejší signál v tejto oblasti zaznamenávame pre $E_{pe} = 2$ keV, nakoľko pri nižšej energii primárnych elektrónov sa znižuje ich penetračná hĺbka, čoho priamym dôsledkom je generácia nadbytočných nosičov náboja bližšie k povrchu vzorky a teda aj k samotnému kontaktu. Za podmienok $E_{pe} = 2$ keV a $r_c = 15$ nm je pokles detekovaného signálu od hrany kontaktu najstrmší, a postupne sa stáva exponenciálnym. Táto strmosť v okolí kontaktu so zvyšovaním jeho polomeru klesá, a teda má priamy súvis s jeho geometrickými rozmermi.



Obr. 13 Simulované závislosti zbernej účinnosti Schottkyho kontaktu s polomerom $r_c = 15, 50, 150$ a 500 nm od vzdialenosti d' pre energie primárnych elektrónov $E_{pe} = 2$ a 5 keV a difúziu dĺžku minoritných nosičov náboja $L = 196$ nm; d' – vzdialenosť medzi stredom Schottkyho kontaktu kruhového tvaru a miestom dopadu PE zväzku

Z uvedeného vidieť, že rozvoj a aplikácia metódy MC v tejto oblasti má osobitý význam, nakoľko napomáha korektnej interpretácii EBIC experimentov a umožňuje eliminovať nejednoznačnosti súvisiace s odhadom difúznej dĺžky minoritných nosičov náboja v polovodičoch metódou EBIC.

6 Hlavné prínosy dizertačnej práce

Na základe výsledkov dosiahnutých modelovaním a Monte Carlo simuláciou interakcie urýchleného zväzku primárnych elektrónov s polovodičovými štruktúrami, ako aj na základe výsledkov realizovaných experimentálnych prác môžeme definovať prínosy dizertačnej práce nasledovne:

1. Bolo rozvíjané pracovisko na meranie katódoluminiscenčných spektier a spektrálnych máp, využívajúce vláknový spektrofotometer a sadu optických filtrov [AFA1], [AFF1], ktorých aplikáciou boli získané nové vedecké poznatky o optických vlastnostiach GaN epitaxných vrstiev a štruktúr. Bol zhotovený prípravok umožňujúci zaznamenávať intenzitu katódoluminiscenčného žiarenia transmitovaného cez skúmané štruktúry pripravené na transparentných podložkách.
2. Bol vytvorený a odladený algoritmus implementujúci metódu Monte Carlo pre počítačovú simuláciu generácie nosičov náboja primárnymi elektrónmi v polovodičoch [AFD5], [AFD4], ich difúziu z miesta generácie a následnú rekombináciu. Aplikáciou vytvoreného programu bola kvantitatívne analyzovaná priestorová distribúcia katódoluminiscenčného žiarenia v polovodičoch a polovodičových heteroštruktúrach [ADC1], [AFD1], [AFG2]. Výsledky MC simulácií sú v praxi využiteľné pri optimalizácii podmienok katódoluminiscenčných experimentov, dôležité sú najmä z hľadiska korektnej kvalitatívnej a kvantitatívnej interpretácie výsledkov katódoluminiscenčných meraní.
3. Aplikáciou MC simulácií bol vyšetrený kvantitatívny príspevok jednotlivých oblastí GaN/InGaN/GaN štruktúry s kvantovou jamou k spektru katódoluminiscenčného žiarenia pri rôznych energiách primárnych elektrónov. Na základe získaných výsledkov bol navrhnutý experimentálny postup, ktorým možno odhadnúť hodnotu difúznej dĺžky minoritných nosičov náboja v GaN [ADC1], [AFG2], [AFD8], ako aj vzdialenosť kvantovej jamy od povrchu vzorky [AFD1] analyzovaním závislosti intenzity katódoluminiscenčných spektrálnych čiar od energie primárnych elektrónov.
4. Analýzou výsledkov realizovaných experimentov boli získané nové poznatky o komplexných polovodičových štruktúrach na báze GaN. Štúdiom morfológie (SEM SE) a luminiscenčných vlastností (CL) GaN nanopyramíd pripravených selektívnou epitaxiou do šablón v tvare nanoihiel bolo zistené, že tvar nanopyramíd a množstvo kryštalografických porúch súvisiace s mechanickým napätím v nanopyramídach závisí od orientácie nanoihiel vzhľadom na Al_2O_3 podložku [AFG1], [AFD10]. V práci [ADC2] bola na základe analýzy spektrálne rozlíšených katódoluminiscenčných máp vyhodnotená kvalita multivrstvových štruktúr s viacnásobnými kvantovými jamami.

5. Bol vytvorený numerický MC model umožňujúci simulovať priestorovú distribúciu prúdu indukovaného fokusovaným elektrónovým zväzkom v okolí Schottkyho kontaktu resp. nanokontaktu. Korektnosť vytvoreného modelu bola verifikovaná porovnaním s analytickou aproximáciou opisujúcou pokles prúdu indukovaného elektrónovým zväzkom smerom od polonekonečného Schottkyho kontaktu. Využitím tohto modelu bol kvantitatívne analyzovaný vplyv veľkosti Schottkyho nano-kontaktu a parametrov elektrónového zväzku na presnosť určenia difúznej dĺžky minoritných nosičov náboja v polovodičoch [AFD9], [AFG3], [AFD12].

7 Záver

Dizertačná práca predstavuje súhrn poznatkov nadobudnutých štúdiom polovodičov a polovodičových heteroštruktúr založených na báze GaN metódami rastrovacej elektrónovej mikroskopie – CL a EBIC. V rámci riešenia práce bola preskúmaná problematika interakcie primárneho elektrónového zväzku s tuhú látkou, vrátane procesov generácie, difúzie a rekombinácie nerovnovážnych nosičov náboja. Podrobne boli analyzované mechanizmy vzniku jednotlivých signálov a experimentálne postupy používané pri meraní CL žiarenia v polovodičových štruktúrach založených na báze GaN a kompozitných polovodičov. Boli vyhodnotené aktuálne literárne a experimentálne poznatky o analýze epitaxných GaN vrstiev, ako aj ELOG a pyramídových štruktúr metódami rastrovacej elektrónovej mikroskopie, predovšetkým integrálnou (panchromatickou) a monochromatickou katódoluminiscenciou, a možnosti využitia týchto informácií pre analýzu GaN štruktúr.

Bol navrhnutý algoritmus Monte Carlo simulácie pre vyšetrenie interakcie primárneho elektrónového zväzku s polovodičovou nanoštruktúrou s jednou InGaN/GaN kvantovou jamou. Boli získané nové poznatky o hĺbkovej distribúcii počtu zrážok a energetických strát primárnych elektrónov a analyzovaný príspevok jednotlivých častí štruktúry ku generácii nerovnovážnych nosičov náboja v závislosti od energie a uhla dopadu primárnych elektrónov. Numerickou simuláciou difúzie a rekombinácie generovaných nosičov náboja boli vyšetrené priestorové distribúcie elektrón-dierových párov rekombinujúcich v objeme polovodiča. Na základe získaných poznatkov boli navrhnuté experimentálne postupy umožňujúce odhadnúť difúznu dĺžku minoritných nosičov náboja, ako aj pozíciu kvantovej jamy v rámci štruktúry analyzovaním závislosti intenzity katódoluminiscenčných spektrálnych čiar od energie primárnych elektrónov. Ďalšia časť práce bola venovaná rozšíreniu numerického MC modelu s cieľom preskúmať rozloženie prúdu indukovaného elektrónovým zväzkom v okolí Schottkyho nano-kontaktu tvoreného metalickým hrotom umiestneným na povrchu GaN vrstvy. Vytvoreným numerickým MC modelom bol kvantitatívne analyzovaný vplyv difúznej dĺžky minoritných nosičov náboja, energie primárnych elektrónov a rozmerov Schottkyho kontaktu

na presnosť určenia difúznej dĺžky minoritných nosičov náboja v GaN vrstve. Získané poznatky majú všeobecnejší charakter a budú využívané pri analýze polovodičov a nových polovodičových štruktúr metódami rastrovacej elektrónovej mikroskopie.

8 Summary

Presented work is focused on the study and progress in analytical methods used in scanning electron microscopy of semiconductors and semiconductor structures by Monte Carlo modelling and simulation. The main focus was given to the study of generation, processing/detection and analysis of cathodoluminescence emitted by GaN-based heterostructures and related composite materials, as well as to the investigation of electron beam induced current near Schottky nano-contact formed by metallic needle set onto the GaN epi-layer. To investigate the interaction of the primary electron beam with a single InGaN/GaN quantum well semiconductor structure, the algorithm of Monte Carlo simulation was developed. The work comprises an analysis of hit rate and energy loss depth distributions of primary electrons, as well as the contribution of individual parts of the semiconductor structure to the generation of excess charge carriers in dependence on energy and angle of incidence of primary electrons. Numerical simulations of diffusion and recombination of generated charge carriers are executed to investigate spatial distributions of electron-hole pairs recombining in the semiconductor structure. Acquired results show the possibility to estimate the diffusion length of minority charge carriers and the position of the quantum well within the structure from measured cathodoluminescence spectra at different energies of primary electrons. Another part of the work is devoted to the extension of the numerical Monte Carlo model with the aim to simulate the electron beam induced current in the vicinity of Schottky nano-contact represented by metallic tip on the GaN epi-layer. Developed MC model allows quantitatively analyse the influences of diffusion length of minority charge carriers, energy of primary electrons and Schottky contact dimension on the distribution of electron beam induced current near Schottky nano-contact. Gathered knowledge will be widely used in the analysis of semiconductors and advanced semiconductor structures by scanning electron microscopy methods.

9 Zoznam použitej literatúry

- [1] Jacoboni, C. - Laugli, P.: The Monte Carlo method for semiconductor device simulation. Springer-Verlag, 1989, 376 s., ISBN: 978-3-211-82110-7
- [2] Joy, D. C.: Monte Carlo modeling for electron microscopy and microanalysis. Oxford University Press, Inc., 1995, 224 s., ISBN: 0-19-508874-3
- [3] Drouin, D. et al.: CASINO V2.42—A Fast and Easy-to-use Modeling Tool for Scanning Electron Microscopy and Microanalysis Users. In: Scanning, vol. 29, 2007, 92–101
- [4] Boudjani, A.: Diffusion length measurement with a quick EBIC technique. In: Semicond. Sci. Technol., vol. 20, 2005, 175–179
- [5] Pankove, J. I. et al.: Electroluminescence in GaN. In: Journal of Luminescence, vol. 4, 1971, 63–66
- [6] Akasaki, I. et al.: GaN based UV/blue light-emitting devices. In: GaAs and Related Compounds Conference, Inst. Phys. Conf. Ser. 129, 1992, 851–856
- [7] Nakamura, S., Pearton, S. J., Fasol, G.: The Blue Laser Diode. The Complete Story. 2. vyd. Springer-Verlag Germany, 2000, 368 s., ISBN 3-540-66505-6
- [8] Schubert, E. F.: Light-Emitting Diodes. 2. vyd. United Kingdom: Cambridge University Press, 2006, 422 s., ISBN-13 978-0-521-86538-8
- [9] Saleh, B. E. A. - Teich, M. C.: Fundamentals of Photonics. 2. vyd. USA: Wiley Interscience, 2007, 1177 s., ISBN 978-0-471-35832-9
- [10] Christen, J. et al.: Optical micro-characterization of group-III-nitrides: correlation of structural, electronic and optical properties. In: Physica Status Solidi (C), vol. 1815, 2003, 1795–1815
- [11] Lethy, K. J. - Edwards, P. R. - Liu, C. - Wang, W. N. - Martin, R. W.: Cross-sectional and plan-view cathodoluminescence of GaN partially coalesced above a nanocolumn array. In: J. Appl. Phys., vol. 112, 2012, 023507
- [12] Ryan, B. et al.: Evaluation of the optical properties of epitaxial lateral overgrown gallium nitride on sapphire and the role of optically active metastable defects using cathodoluminescence and photoluminescence spectroscopy. In: Thin Solid Films, vol. 473, 2005, 308–314
- [13] Ogino, T. - Aoki, M.: Mechanism of Yellow Luminescence in GaN. In: Jpn. J. Appl. Phys., vol. 19, 1980, 2395–2405
- [14] Mattila, T. - Nieminen, R. M.: Point-defect complexes and broadband luminescence in GaN and AlN. In: Physical Review B, vol. 55, 1997, 9571–9576
- [15] Xu, S. J. et al.: Observation of optically-active metastable defects in undoped GaN epilayers. In: Applied Physics Letters, vol. 72, 1998, 2451–2453
- [16] Saarinen, K. et al.: Observation of Native Ga Vacancies in GaN by Positron Annihilation. In: Phys. Rev. Lett., vol. 79, 1997, 3030–3033
- [17] Lyons, J. L. - Janotti, A. - Van de Walle, C. G.: Carbon impurities and the yellow luminescence in GaN. In: Applied Physics Letters, vol. 97, 2010, 152108
- [18] Suski, T. et al.: Mechanism of yellow luminescence in GaN. In: Applied Physics Letters, vol. 67, 1995. p. 2188–2190
- [19] Cremade, A. et al.: Cathodoluminescence study of GaN epitaxial layers. In: Materials Science and Engineering B42, vol. 5107, 1996, 230–234
- [20] Šatka, A. - Priesol, J. - Uherek, F.: Štúdium GaN nanopyramíd metódami rastrovacej elektrónovej mikroskopie. In: Zborník príspevkov „Fotonika 2013: 8. výročný vedecký seminár Medzinárodného laserového centra“. Hotel Zátoka, Senec, Slovak republic, Február 14.-15, 2013, p. 43-47; ISBN 978-80-970493-5-5

- [21] Miyajima, T. et al.: Threading Dislocations and Optical Properties of GaN and GaInN. In: *Phys. stat. sol.*, vol. 228, 2001, 395–402
- [22] Pauc, N. et al.: Carrier diffusion processes near threading dislocations in GaN and GaN:Si characterized by low voltage cathodoluminescence. In: *Superlattices and Microstructures*, vol. 40, 2006, 557–561
- [23] Pauc, N. et al.: Carrier recombination near threading dislocations in GaN epilayers by low voltage cathodoluminescence. In: *Applied Physics Letters*, vol. 89, 2006, 161905
- [24] Yu, Z. et al.: Study of the epitaxial-lateral-overgrowth (ELO) process for GaN on sapphire. In: *Journal of Crystal Growth*, vol. 195, 1998, 333–339
- [25] Tanaka, S. et al.: Defect structure in selective area growth GaN pyramid on (111) Si substrate. In: *Applied Physics Letters*, vol. 76, 2000, 2701–2703
- [26] Liu, C. et al.: Light Emission from InGaN Quantum Wells Grown on the Facets of Closely Spaced GaN Nano-Pyramids Formed by Nano-Imprinting. In: *Applied Physics Express*, vol. 2, 2009, 121002
- [27] Hiramatsu, K. – Miyake, H. – Li, D. B.: Selective Area Growth of III-Nitride and Their Application for Emitting Devices. In: *J. Light & Vis. Env.*, vol. 32, 2008, 177–182
- [28] Wächter, C. et al.: Spectral features in different sized InGaN/GaN micropyramids. In: *Phys. Status Solidi C*, vol. 8, 2011, 2387–2389
- [29] Miyake, H. - Nakao, K. - Hiramatsu, K.: Blue emission from InGaN/GaN hexagonal pyramid structures. In: *Superlattices and Microstructures*, vol. 41, 2007, 341–346
- [30] Wächter, C. et al.: High wavelength tunability of InGaN quantum wells grown on semipolar GaN pyramid facets. In: *Physica Status Solidi (B)*, vol. 248, 2011, 605–610
- [31] Amokrane, A. et al.: Defect diffusion and strain relaxation in epitaxial GaN laterally overgrown on (0001) sapphire under low energy electron beam irradiation. In: *J. Phys. Condens. Matter*, vol. 12, 2000, 10271–10278
- [32] Leamy, H. J.: Charge collection scanning electron microscopy. In: *J. Appl. Phys.*, vol. 53, 1982, R51–R80
- [33] D. E. Ioannou, Ch. A. Dimitriadis: A SEM-EBIC Minority-Carrier Diffusion-Length Measurement Technique, *IEEE Trans. Electron Dev.* 29, 445-450, 1982
- [34] Ch. Parish, D. Batchelor, C. Progl, P. Russell: Tutorial: Electron Beam-Induced Current in the Scanning Electron Microscope, *Microscopy and analysis* 21(5), 11-13, 2007
- [35] Yakimov, E. B. - Borisov, S. S. - Zaitsev, S. I.: EBIC Measurements of Small Diffusion Length in Semiconductor Structures. In: *Semiconductors*, vol. 41, 2007, 411–413
- [36] Bandić, Z. Z. et al.: Minority carrier diffusion length and lifetime in GaN. In: *Appl. Phys. Lett.*, vol. 72, 1998, 3166–3168
- [37] Lin, Y. et al.: Optical and electron beam studies of carrier transport in quasibulk GaN. In: *Appl. Phys. Lett.*, vol. 95, 2009, 092101
- [38] Masui, H. et al.: Nonpolar and semipolar III-nitride light-emitting diodes: achievements and challenges. In: *IEEE Trans. Electron Devices*, vol. 57, 2010, 88–100
- [39] Priesol, J. - Šatka, A.: Monte Carlo Simulation of the Electron Beam Carrier Generation in InGaN/GaN Nanostructures. In: *Zborník príspevkov „ELITECH’11: 13th Conference of Doctoral Students“*, Bratislava: Nakladateľstvo STU, 2011, 1–5, ISBN 978-80-227-3500-1
- [40] Priesol, J. - Šatka, A.: Monte Carlo simulácia generácie katódoluminiscenčného žiarenia v polovodičových štruktúrach. In: *Zborník príspevkov „Fotonika 2011“*, Bratislava, 2011, 38–43, ISBN 978-80-970493-2-4

- [41] Priesol, J. et al.: Quantitative Analysis of Cathodoluminescence Phenomena in InGaN/GaN QW by Monte Carlo Method. In: Appl. Surf. Sci, vol. 269, 2013, 155–160
- [42] Priesol, J. - Šatka, A.: Cathodoluminescence Characterization of InGaN/GaN QW Pyramidal Structure by Monte Carlo Method. In: Zborník príspevkov „ASDAM 2012: 9th International Conference on Advanced Semiconductor Devices and Microsystems“, Piscataway: IEEE, 2012, 79–82, ISBN 978-1-4673-1195-3
- [43] Priesol, J. et al.: The Effect of Diffusion Length on Cathodoluminescence in InGaN/GaN QW Nanostructure. In: Zborník abstraktov „SURFINT - SREN III: Progress in Applied Surface, Interface and Thin Film Science“ Bratislava: Comenius University, 2012, 159–160, ISBN 978-80-223-3212-5
- [44] Priesol, J. et al.: Study of Cathodoluminescence in InGaN/GaN Nanostructure by Monte Carlo Method. In: Zborník príspevkov „APCOM 2011: Applied Physics of Condensed Matter - 17th International Conference“, Žilina: Žilinská univerzita, 2011, 160–163, ISBN 978-80-554-0386-1
- [45] Šatka, A. - Priesol, J. - Donoval, D. - Uherek, F. - Allsopp, D.W.E. and Shields, P.: Electron beam induced current near planar Schottky nano-contact. In: Proc. of the 8th Int. Conf. „Solid State Surfaces and Interfaces 2013 (SSSI 2013)“, Smolenice, 2013, 2pp (accepted, in print)
- [46] Priesol, J. - Šatka, A.: Modelling of EBIC at Metallic Tip by Monte Carlo Method. In: Zborník príspevkov „ADEPT 2013: 1st International Conference on Advances in Electronic and Photonic Technologies“, Žilina: Žilinská univerzita, 2013, 161–164, ISBN 978-80-554-0689-3
- [47] Priesol, J. - Šatka, A.: Three dimensional Monte Carlo study of EBIC at metallic tip. In: Abstract book of „19th International Vacuum Congress“, Paris, France, September 9-13, 2013, p. 92-93; available online: <http://ivc19.com>

10 Publikačná činnosť doktoranda

Vedecké práce v zahraničných karentovaných časopisoch

1. ADC1: Priesol, J. - Šatka, A. - Uherek, F. - Donoval, D. - Shields, P. - Allsopp, D. W. E.: Quantitative analysis of cathodoluminescence phenomena in InGaN/GaN QW by Monte Carlo method, In: *Applied Surface Science*, **269**, 2013, p. 155-160.
2. ADC2: Jiang, Q. - Lewins, Ch. J. - Allsopp, D. W. E. - Bowen, Ch. R. - Wang N. Wang - Šatka, A. – Priesol, J. – Uherek, F.: Enhanced Photoluminescence from InGaN/GaN Quantum Wells on A GaN/Si(111) Template with Extended Three-Dimensional GaN Growth on Low-Temperature AlN Interlayer, In: *Jpn. J. Appl. Phys.* **52**, 2013, p. 061002

Publikované pozvané príspevky na zahraničných vedeckých konferenciách

3. AFA1: Šatka, A. - Kováč, J. - Priesol, J. - Vincze, A. - Uherek, F. - Michalka, M.: SEM techniques for characterization of GaN nanostructures and devices. In: Proc. of the 8th Int. Conf. on Advanced Semiconductor Devices and Microsystems (ASDAM 2010), Piscataway: Institute of Electrical and Electronics Engineers, 2010, p.295-296; ISBN 978-1-4244-8572-7

Publikované príspevky na domácich vedeckých konferenciách.

4. AFD1: Priesol, J. - Šatka, A.: Cathodoluminescence Characterization of InGaN/GaN QW Pyramidal Structure by Monte Carlo Method. In: Proc. of the 9th International Conference on Advanced Semiconductor Devices and Microsystems (ASDAM 2012), Smolenice, Slovak Republic, November 11-15, 2012. Piscataway: IEEE, 2012, p. 79-82; ISBN 978-1-4673-1195-3
5. AFD2: Priesol, J. - Šatka, A.: Katódoluminiscencia polovodičov a polovodičových štruktúr. In: Zborník príspevkov „Fotonika 2012“, Bratislava, 2012, p. 57-61; ISBN 978-80-970493-3-1
6. AFD3: Haško, D. - Šatka, A. - Kováč, J. - Uherek, F. - Priesol, J.: Moderné diagnostické metódy v MLC. In: Zborník príspevkov „Fotonika 2010“, Bratislava, 2010, p. 25-28; ISBN 978-80-227-3252-9
7. AFD4: Priesol, J. - Šatka, A.: Monte Carlo simulácia generácie katódoluminiscenčného žiarenia v polovodičových štruktúrach. In: Zborník príspevkov „Fotonika 2011“, Bratislava, 2011, p. 38-43; ISBN 978-80-970493-2-4
8. AFD5: Priesol, J. - Šatka, A.: Monte Carlo Simulation of the Electron Beam Carrier Generation in InGaN/GaN Nanostructures. In: KOZÁKOVÁ, A. „ELITECH'11: 13th Conference of Doctoral Students“, Bratislava, 2011, p. 1-5; ISBN 978-80-227-3500-1
9. AFD6: Priesol, J. - Šatka, A.: Rastrovacia elektrónová mikroskopia nanoštrukturovaných vzoriek. In: Šagátová, A. – Petriska, M. – Pavlovičová, J. „ŠVOČ 2008: Zborník víťazných prác“, Bratislava, 2008; ISBN 978-80-227-2865-2
10. AFD7: Šatka, A. - Rendek, K. - Priesol, J.: Relaxation of Low-Frequency Noise in AlGaIn/GaN HEMTs. In: Proc. of 9th International Conference on Advanced Semiconductor Devices and Microsystems (ASDAM 2012), Smolenice, Slovak Republic, November 11-15, 2012. Piscataway: IEEE, 2012, p. 199-202; ISBN 978-1-4673-1195-3

11. AFD8: Priesol, J. - Šatka, A. - Shields, P. A. - Allsopp, D. W. E. - Donoval, D. - Uherek, F.: Study of Cathodoluminescence in InGaN/GaN Nanostructure by Monte Carlo Method. In: Proc. of the 17th International Conference „Applied Physics of Condensed Matter (APCOM 2011)“, Nový Smokovec, Slovak Republic, 2011, p. 160-163; ISBN 978-80-554-0386-1
12. AFD9: Priesol, J. - Šatka, A.: Modelling of EBIC at Metallic Tip by Monte Carlo Method. In: 1st International Conference on Advances in Electronic and Photonic Technologies (ADEPT 2013), Spa Nový Smokovec, High Tatras, Slovakia, June 2-5, 2013 p. 161-164; ISBN 978-80-554-0689-3
13. AFD10: Šatka, A. - Priesol, J. - Uherek, F.: Štúdium GaN nanopyramíd metódami rastrovacej elektrónovej mikroskopie. In: Zborník príspevkov „Fotonika 2013: 8. výročný vedecký seminár Medzinárodného laserového centra“. Hotel Zátoka, Senec, Slovak republic, Február 14.-15, 2013, p. 43-47; ISBN 978-80-970493-5-5
14. AFD11: Haško, D. - Šatka, A. - Priesol, J.: Analýza vlastností fotonických štruktúr a perspektívnych materiálov. In: Zborník príspevkov „Fotonika 2013: 8. výročný vedecký seminár Medzinárodného laserového centra“. Hotel Zátoka, Senec, Slovak republic, Február 14.-15., 2013, p. 48-50; ISBN 978-80-970493-5-5
15. AFD12: Šatka, A. - Priesol, J. - Donoval, D. - Uherek, F. - Allsopp, D.W.E. and Shields, P.: Electron beam induced current near planar Schottky nano-contact. In: Proc. of the 8th Int. Conf. „Solid State Surfaces and Interfaces 2013 (SSSI 2013)“, Smolenice Castle, Slovak Republic, 25.-28. November, 2013, p. 175-176; ISBN 978-80-223-3501-0

Abstrakty pozvaných príspevkov z domácich konferencií

16. AFF1: Šatka, A. - Kováč, J. - Donoval, D. - Uherek, F. - Priesol, J.: SEM Technigues for Investigation of GaN Semiconductor Structures and Devices. In: VESELÝ, M. - VINCZE, A. - VÁVRA, I. „JVC-13. Programme and Book of Abstracts: 13th Joint Vacuum Conference“ Štrbské Pleso, Slovak Republic, 2010, p. 162-163; ISBN 978-80-7399-969-8

Abstrakty príspevkov zo zahraničných konferencií

17. AFG1: Šatka, A. - Shields, P. - Priesol, J. - Allsopp, D. W. - Uherek, F.: Cathodoluminescence Investigation of GaN Nanopyramids Grown from Nanodash Arrays. In: Proc. of „14th Joint Vacuum Conference. 12th European Vacuum Conference. 11th Annual Meeting of the German Vacuum Society. 19th Croatian - Slovenian Vacuum Meeting. JVC 14, EVC 12, AMDVG 11, CROSLOVM 19“, Dubrovnik, Croatia, June 4-8, 2012. Zagreb: Croatian Vacuum Society, 2012, p. 160. ISBN 978-953-98154-1-5
18. AFG2: Priesol, J. - Šatka, A. - Uherek, F. - Donoval, D. - Shields, P. - Allsopp, D. W.: The Effect of Diffusion Length on Cathodoluminescence in InGaN/GaN QW Nanostructure. In: Extended abstract book of „SURFINT - SREN III: Progress in Applied Surface, Interface and Thin Film Science 2012“, Florence, Italy, May 14-18, 2012. Bratislava: Comenius University, 2012, p. 159-160; ISBN 978-80-223-3212-5

19. AFG3: Priesol, J. - Šatka, A.: Three dimensional Monte Carlo study of EBIC at metallic tip. In: Abstract book of „19th International Vacuum Congress“, Paris, France, September 9-13, 2013, p. 92-93; available online: <http://ivc19.com>