

A molekulásugár-epitaxia: a berendezés és technológiai lehetőségei

Molecular beam epitaxy: the equipment and the prospects of technology

FARKAS Zoltán¹ doktorjelölt, SÁNDOR Tamás² mestertanár, ÜRMÖS Antal PhD.¹ egy. adjunktus

¹Óbudai Egyetem, Mikroelektronikai és technológiai Intézet, 1084 Budapest, 1084 Budapest, Tavaszmező utca 17.

²Óbudai Egyetem, Műszertechnikai és Automatizálási Intézet, 1084 Budapest, 1084 Budapest, Tavaszmező utca 17.
e.mail: farkas.zoltan@kvk.uni-obuda.hu, sandor.tamas@kvk.uni-obuda.hu, urmos.antal@kvk.uni-obuda.hu

Abstract

A mechatronic rig used in nanotechnology, the so-called molecular beam epitaxy device will be presented in this paper. First one may read the description of the device and its utilization. Thereafter our developments on the device will be detailed as the robust controller and log utility, the outheating unit, the stepper motor shutter mover unit and the evaluation unit equipped with a camera. Finally the results of ours at the field of MBE grown zero-dimensional nanostructures will be presented.

Keywords: nanotechnology, controller, MBE, zero-dimensional nanostructure, outheating

Kivonat

Dolgozatunkban egy nano-technológiában használatos mechatronikai berendezést, az ún. molekulásugár-epitaxiás készüléket mutatjuk be. Először a berendezés általános leírása és az alkalmazási területe kerül ismertetésre. Majd bemutatjuk a berendezésünket és az azon végrehajtott fejlesztéseinket. Ennek keretén belül tárgyaljuk a robosztus szabályozó és naplózó rendszert, a kifűtő egységet, a léptetőmotoros blendemozgatót és a videó-kamerával ellátott kiértékelő egységet. Végül a molekulásugár-epitaxiával növesztett zéró-dimenziós nano-struktúrákkal kapcsolatos eredményeinkről számolunk be.

Kulcsszavak: nanotechnológia, szabályozó, MBE, nulladimenziós struktúra, kifűtés

BEVEZETÉS

A 20. század közepétől a fokozatosan vált az életünk elektronika alapúvá. Az informatika, a távközlés, a szabályozások már el sem képzelhetők elektronika nélkül. Az elektronikus áramkörök építőelemei a diódák, tranzistorok alapanyaga félvezető, elsősorban szilícium. Szilícium mellett további félvezetők léptek a képbe (pl. GaAs), melyek tágra nyitották a teret az optikai (LED, lézer, napelem) és nagyfrekvenciás (Gunn dióda HEMT), eszközök felé. Századunk problémái közül kiemelkedik az energetikai alapú környezetszennyezés. A fosszilis alapú energiatermelési módnak ígéretes alternatívája a napsugárzás napelemes közvetlen elektromos energiává alakítása [1]. A napelemek konverziós hatásfokának növelése kiemelt fontosságú. Ennek is utat nyit a szilíciumtól különböző félvezetők és ezek nano-struktúráinak alkalmazása. Itt érdemes megemlíteni, hogy a félvezető nanostruktúrák nem kizárólag a napelemek, LED-ek, lézerdiódák hatásfoknövelésében játszott szerepük kapcsán fontosak, hanem a formálódó kvantum- vagy fényalapú számítástechnikai paradigmában is ígéretes technológiának minősülnek.

A félvezetőeszközök készítése sokféle technológiai lépést (litográfia, diffúzió, vákuumpárolgatás, epitaxia stb.) tartalmaz. Alapanyagként említhetjük a szilíciumot (Si) és az úgynevezett kompozit félvezetőket, amelyek jellemzően a periódusos rendszer III. és V. főcsoportjában található anyagokat tartalmazó kristályok (pl. GaAs). Ezen utóbbi anyagrendszerek előretörésével egyre jelentősebbé válnak az ún. epitaxiális technológiák, E technológiák kiválthatják a diffúziót, az önszerveződés révén a nano-struktúrák mintázatok kialakítását [2]. Az epitaxiás technológiáknak alapvetően három alaptípusa van: a folyadékfázisú-, a gázfázisú- és a molekulásugár-epitaxia (MBE). Dolgozatunkban mi ez utóbbival és az ezzel készíthető nano-struktúrákkal foglalkozunk.

AZ MBE TECHNOLOGIA ÉS BERENDEZÉS BEMUTATÁSA

A molekula sugár-epitaxia (MBE) története nem túl régen kezdődött. Az MBE egy nemegyensúlyi folyamat, amelynek során egy kristályra (hordozó – substrate) leválasztott anyag a hordozó kristálytípusának megfelelően (de nem szükségképpen az utóbbival azonos módon) kristályosodik ki. A folyamat lényege, hogy egy vákuumkamrában (a továbbiakban az MBE berendezés *főkamrájaként* hivatkozunk rá) egy fűthető tartón elhelyezett hordozót speciális effúziós forrásokból (Knudsen cellák) atomokkal vagy molekulákkal bombázunk, így a hordozó felületén újabb anyagklaszterek alakulnak ki. A technika fontos kritériuma a lassú növesztési sebesség (~1 monoréteg/másodperc vagy 1-3 $\mu\text{m}/\text{óra}$). A molekulaforrások hőmérsékletének szabályozásával az időegység alatt a hordozónak ütköző atomok mennyisége, a hordozó hőmérsékletének szabályozásával az atomok felületen történő mozgása és a felületen levő atomok gázfázisba visszatérése szabályozható. A technológia számos előnnyel rendelkezik, de ultranagyvákuumot és szennyezőanyag-mentességet igényel. Az eljárás előnye, hogy sokféle anyag közül lehet választani, a molekulásugár pontosan irányítható és a vákuumkamrában a növesztési és a hőkezelési hőmérséklet, valamint a háttérnyomás beállítható. A vákuum szerepe a molekulásugarak akadálytalan (statisztikailag ütközésmentes) eljuttatása a hordozóra és a hordozó szennyeződésének megakadályozása.

Az MBE során a hordozón kialakuló struktúrák és rétegszerkezet dinamikájának leírására több model ismeretes. A Frank Van Der Merve (FM) és a stepflow növekedésnél az atom-hordozó kötési energia nagyobb, mint a szomszédos atomok közötti, így elsősorban rétegek növekednek. A stepflow model akkor érvényes, ha a hordozón az atomok átlagos diffúziós hossza nagyobb mint a lépcső szélessége, ellenkező esetben FM model érvényesül. A Stransky-Krastanov (SK) model esetén az atom-hordozó energia közelítőleg egyenlő a szomszédos atomok közötti energiával, ezért a felületi klaszterek és a rétegek kialakulás kiegyensúlyozott arányban található meg a dinamikai jelenségek között. A Volmer-Weber (VW) folyamat esetén a szomszédos atomok közti kötési energia nagyobb, mint az atom és hordozó közötti energia, ennek megfelelően a klaszterek kialakulása dominálja a rétegeképződés folyamatát. A cumulated growth folyamat hasonló az SK és VW modellekhez, viszont a rétegek mérete eltérő, valamint a hordozóra beérkező atomok felületi diffúziója elhanyagolható, tehát a klaszterek nem olvadnak össze rétegekké.

A vákuumkamra tartozéka még az ún. súrlószögű elektrodiffrakciós készülék (reflection high energy electron diffraction - RHEED), amely a növesztés közben teszi lehetővé a hordozón bekövetkező folyamatok valós idejű követését. Ennek a készüléknek az a működési elve, hogy egy elektronágyú által létrehozott $n \cdot 10$ keV energiájú elektronsugár a hordozó felületének síkjához képest $2-0,5^\circ$ szög alatt pásztázza a hordozót, a visszavert elektronok pedig egy fluoreszcens ernyőn hoznak létre képet a vákuumkamra elektronágyúval átellenes oldalán. A fluoreszcens ernyőn megjelenő mintázat és annak időbeli változása pontos képet ad a felületen lejátszódó folyamatokról. Az FM módus esetén az intenzitás oszcillációja lehetővé teszi a rétegszám egzakt mérését. Az oszcilláció periódusidejének változása lehetővé teszi az összetétel meghatározását [3]. Az oszcilláció lecsengéséből meghatározható a rétegek közötti rácsfeszültség [4, 5]. A VW módus esetén lehetséges a kvantumpont (QD) kvantum gyűrűvé (QR) történő átalakulásának in-situ megfigyelése [6]. QD esetében lehetőség van a nano-objektum oldalfala kristálytani síkjának a meghatározására is [7].

A főkamrában 10 nPa nagyságrendű nyomás van. A főkamrához vákuumszivattyú, fűtőberendezés, nyomásmérő és maradékgáz-elemző csatlakozik. A rendszerhez tartozik az előkészítő kamrában, ahol a nyomás 1 μPa nagyságrendű. Az előkészítő kamra teszi lehetővé, hogy a főkamrába szennyeződésmentesen és a vákuum megszüntetése nélkül lehessen bejuttatni a mintát (hordozót). A mintát egy mágneses rudazat továbbítja az előkészítő kamrából a főkamrába.

FEJLESZTÉSEK AZ MBE BERENDEZÉSÜNKÖN

A hazai MBE-s kultúra múltja lassan három évtizedre tekinthet vissza. A KFKI-ban két fémes MBE berendezés van (Az egyik az MFA-ban a Pető G., Molnár Gy-féle sajátépítésű, a másik az RMKI-ban lévő vásárolt berendezés, mellyel Mössbauer mérés számára készítenek mintákat). Félvezetős MBE berendezés hazánkban egy van, melyet Nemcsics professzor hozott haza Németországból. A hosszabb kinti kutatásból hazatérve keresték meg őt később, hogy egy újabb berendezést vásároltak, ezért a korábbi készüléket - amelyet ő is használt - felajánlották neki. (Itt jegyzendő meg, hogy egy kommerciális MBE berendezés több-száz millió Ft-ba kerül.) Az itthoni döntést követően tettekre került sor, majd nem sokkal később felavatásra került az Egyetemünk jogelődjének és az MFA közös MBE-s kutatólaboratóriuma [8]. Az ide került

berendezésen végeztek fejlesztéseket az oktató kollégáink és a hallgatónk. Ezen fejlesztések egy részéről egy korábbi előadásban már beszámoltunk [9].



1. ábra. Áttekintő fénykép a berendezésről

Az MBE technológia növesztési paramétereit egy számítógépes robosztus PLC vezérlő szabályozza. A nagy-vákuum létrehozása szempontjából kulcsfontosságú a berendezés kifűtése. Szükséges, hogy a kifűtés a kívánt hőmérsékletre több kisebb lépésben történjen, hőtartási periódusok közbeiktatásával, hogy a szennyező anyagok vákuumkamra falába történő „beégését” megelőzzük. A kifűtés szabályozási körében hat hőmérsékletszenzorral egybeépített fűtőszál, és három további („független mérési pont”) hőmérsékletszenzort építettünk be.

Az Al, In, Ga, As elemek molekulásugarait előállító Knudsen cellák szintén úgy vannak kialakítva, hogy minél kisebb szennyeződést vigyenek be a főkamrába. A Knudsen cellák henger alakú tégelyek, ezeket tallium fóliával beburkolt tallium fűtőszálak veszik körbe, amelyeket ugyancsak a szennyeződés minimalizálása céljából vízhűtéses panel vesz körbe. Utóbbira lettek felszerelve a molekulásugarat szabályozó léptetőmotoros mechatronikával ellátott blendék [10].

A rendszer diagnosztizálása szempontjából fontos tudni, hogy milyen atomok találhatóak a főkamrában. Az atomok kémiai azonosítására a nyomásmérő nem alkalmas, ezért egy tömegspektrométer (parciális nyomásmérő) is csatlakozik a főkamrához. Ennek a segédberendezésnek a működése azon alapul, hogy négy elektródával változó kvadrupól mágneses teret hoznak létre. Az elektródák feszültségének szabályozásával ki lehet választani, hogy adott időpontban milyen tömegű ionok jussanak el a detektorig, a többi ion az elektródákat elérve semlegesítődik.

A berendezésünk különlegessége a Faraday cellával ellátott RHEED-intenzitás mérő [11]. Ez lehetővé teszi az intenzitás változás torzításmentes mérését [4,5] és a felületi rekonstrukciós vizsgálatokat [12]. További fejlesztés fejlesztésünk ezen a téren a fent említett nano-struktúra-átalakulások in-situ kiértékelés [13].

A ZÉRÓ-DIMENZIÓS NANO-STRUKTÚRÁKKAL KAPCSOLATOS EREDMÉNYEINK

A nanostruktúra kifejezés olyan struktúrákat jelöl, amelyek mérete határozottan a mikrométer nagyságrend alatt van, azaz lineáris dimenziójuk egy-száz atom méretű. A nanostruktúrák népes családjával mi az úgynevezett nulla dimenziósokkal (0D) foglalkozunk, amelyeket félvezetőkön (esetünkben GaAs és rokon anyagokon) hoznak létre. Jelen kutatásban a 0D epitaxiás nano-struktúrák alkalmazását vizsgáljuk. A 0D nanostruktúrák alkalmazása ipari méretekben feszültség indukált módszerrel történik, ahol a rácsállandó különbségből adódó mechanikai feszültség relaxációja indukálja a kvantum-pontok kialakulását. Ez a módszer meghatározott anyagválasztást igényel és jól meghatározott felületi sűrűséget és formát eredményez. A '90-es évek elején egy új technológia, a csepp epitaxia megjelenésével a helyzet alapvetően megváltozott, mivel ez utóbbi módszerrel tetszőleges anyagválasztás, tetszőleges formaválaszték, tetszőleges felületi sűrűség állítható elő [14]. Ez a tulajdonság a napelemek egyéb optoelektronikai eszközök tervezhetősége, valamint a jövőbe mutató számítástechnikai lehetőségek szempontjából nagyon fontos [15].

Négy ilyen 0D nanostruktúrát különböztetünk meg, bár az átmenet közöttük folyamatos. A fő típusok tehát: kvantumpont (quantum dot – QD) [16], kvantumgyűrű (quantum ring -QR) [17, 18], nanolyuk (nanohole – NH), invertált kvantumpont (inverted quantum dot – IQD) [19, 20].

A félvezetőkön kialakított QD struktúrák létrehozására több technológia ismeretes. Itt most a molekulásugar epitaxiával (Molecular Beam Epitaxy – MBE) ezen belül is elsősorban a csepp-epitaxiával (Droplet Epitaxy – DE) foglalkozunk [14]. Az MBE lényege, hogy a hordozóra molekulásugarat irányítanak, amelyek a felületen adszorbeálódnak így a molekulásugar anyagának megfelelő rétegeket „növesztenek” a hordozón. A DE egyik lehetséges módja, hogy GaAs hordozón MBE alkalmazásával Ga cseppeket választanak le, amelyek a nagyon alacsony As háttérnyomás hatására GaAs-dé kristályosodnak. Az ismertetett technikával nemcsak QD-ok, hanem QR és NH struktúrák is létrehozhatóak.

A struktúra kialakítása komplikált folyamat. Az összetevők leválasztásának hőmérséklete, fluxusa, a hőkezelésének tartama, hőmérsékletének nagysága stb. befolyásolja a kialakuló nano-alakzatot. Ugyan eléggé új eljárásról van szó, azért már jelentős számú technológiai adat áll rendelkezésünkre a különböző formájú (QD, QR, NH) nano-struktúrákat illetően. Jelenleg ezek az adatok sajnos még nem alkotnak folyamatos technológiai adatsorozatot. Egy korábban kísérletet tettünk ezeknek a technológiai paramétereknek és a geometriai méreteknél a segítségével egy kísérletet által még nem megvalósult formájú nano-struktúra növesztési paramétereinek megbecslésére [21]. Ehhez fel kellett dolgozzuk a rendelkezésre álló szakirodalmi adatokat. A hiányzó adatok meghatározását önszerveződő-mapping-el csináltuk. Mivel a növesztési paraméterek és struktúra geometriája komplikált függvény, leírásunk sajnos csak QD forma esetén működött.

Az adatok statisztikai elemzésével figyelemre méltó következtetéseket tudunk levonni. Továbbá kísérletet tettünk a fentebb említett módszerrel a geometriai paraméterek helyett hiperbolikus függvények paramétereinek alkalmazását a hiányzó növesztési paraméterek meghatározására. Az irodalmi adatok vizsgálatára az a megfontolás adott alapot, hogy nem minden növesztési paraméter-kombinációból ered használható nano-objektum. Ha elegendően nagy az adatszám, akkor a tendenciájából következtetéseket tudunk levonni. A szinusz-hiperbolikus függvények alkalmazását azért választottuk, mert ezen függvények kombinációjából 4 változót variálva igen pontosan illeszthető a nano-objektum formája [22]. Az ún. főkomponens analízis segítségével a paraméter-függés prioritásait határoztuk meg különböző nano-objektumok esetére [23].

ÖSSZEFOGLALÁS, KITEKINTÉS

A nano-objektumok mára már az egész életünket behálózták a mosóportól az autótechnikáig. Nyilvánvaló, hogy az elektronika sem maradhat ki ebből a fejlődésből. A fent vázolt berendezés-fejlesztésből egyetemünk oktatói mellett hallgatónk is ki vették a részüket. A fejlesztés jellegéből kifolyólag a munka villamosmérnöki, gépészmérnöki, anyagtudományi és számítástechnikai stb. ismereteket igényel, mely így alpból összefogást eredményezett az egyetem munkatársai között. A hallgatónknak meg korszerű ismereteket ad és önálló munkára serkent. A mostani munkafázisban kísérletek végzése helyett a már meglévő adatainkat értékeljük ki. A struktúra-átalakulás megvizsgálása, megértése után a nano-struktúra-együttesek (molekulák) kialakulására fókuszálunk.

IRODALMI HIVATKOZÁSOK

- [1] Nemcsics Á. : A napelem és fejlesztési perspektívái, Akadémiai Kiadó, (2001) Budapest
- [2] Nemcsics Á., Ürmös A.: Molekulasugár-epitaxia a villamosmérnök és mechatronikai mérnökképzésben OGÉT (2019) Nagyvárad
- [3] Á. Nemcsics, J. Olde, M. Geyer, R. Schnurpfeil, R. Manzke, M. Skibowski: MBE growth of strained InGaAs on GaAs (001); Phys. Stat. Sol. A 155 (1996) 427
- [4] Á. Nemcsics: Correlation between the critical layer thickness and the decaytime constant of RHEED oscillations in strained InGaAs/GaAs structures; Thin Solid Films 367 (2000) 302
- [5] Á. Nemcsics: Valuing of the critical layer thickness from the deading time constant of RHEED oscillation in the case of InGaAs/GaAs heterojunction; Applied Surface Science 190 (2002) 294
- [6] A. Nemcsics*, Ch. Heyn, A. Stemann, A. Schramm, H.Welsch,W. Hansen: The RHEED tracking of the droplet epitaxial grown quantum dot and ring structures; Materials Science and Engineering B 165 (2009) 118
- [7] Á. Nemcsics, L. Tóth, L. Dobos, A. Stemann: Facetting of the self-assembled droplet epitaxial GaAs quantum dot; Microel. Reliab (2011)
- [8] Nemcsics Ákos: Nanotechnológiai laboratórium a fiiskolán; BMF Hírlevél X. évf. (2009) febr. 2. szám 2. old.
- [9] Tényi V. G., Kucsera P., Sándor T., Csutorás M., Bátor G., Kupás-Deák B., Nagy L., Réti I., Plósz B., Ürmös A., Nemcsics Á.: A molekulasugár-epitaxiás berendezéssel kapcsolatos mechatronikai fejlesztések; OGÉT, Déva (2016)
- [10] Nemcsics Ákos, Réti István, Tényi V. Gusztáv, Kucsera Péter, Tóth László, Harmat Péter, Amadou Mieville,Csutorás Márton, Kupás-Deák Béla, Sándor Tamás, Bozsik Judit: Molekulasugár-epitaxiás nanostruktúrák előállításának műszaki feltételei; GÉP, LXI. évf. (2010) 29
- [11] Á. Nemcsics: Growth infromation carried by Reflection High-Energy Electron Diffraction; Nato Series vol 190 Springer (2005) pp 221-237
- [12] Á. Nemcsics, J. Takács: Modeling of the hysteretic phenomena in RHEED intensity variation versus temperature for GaAs and InAs surfaces; Semiconductors, 2011, Vol. 45, No. 1, pp. 91
- [13] Á. Nemcsics, M. Csutorás, G. Tényi, T. Sándor: Real Time RHEED Evaluation with the Help of Image Processing; SISY 2010 • 2010 IEEE 8th Int. Symp. on Intelligent Systems and Informatics • Sept. 10-11, 2010, Szabadka.
- [14] Á. Nemcsics: QD prepared by droplet epitaxial method; InTech (2015) open access
- [15] Á. Nemcsics: Droplet Epitaxy as a Tool for the QD-Based Circuit Realization; In: Quantum Dots - Theory and Applications. InTech (2018) open access
- [16] Nemcsics Á, Tóth L, Dobos L, Heyn C, Stemann A, Schramm A, Welsch H, Hansen W
Composition of the "GaAs" quantum dot, grown by droplet epitaxy; Superlattices and Microstructures 48 (2010) 351
- [17] Á. Nemcsics, A. Stemann, J. Takács: To the understanding of the formation of the III-V based droplet epitaxial nanorings; Microelectronics Reliability 52 (2012) 430
- [18] Á. Nemcsics: Some aspects to the understanding of the droplet epitaxial nano-hole formation; J. of CrystalGrowth vol. 477 (2017) pp 1-6
- [19] Á. Nemcsics, Ch.Heyn, L.Tóth, L.Dobos, A.Stemann, W.Hansen: Cross-sectional transmission electron microscopy of GaAs quantum dots fabricated by filling of droplet-etched nanoholes; J. of CrystalGrowth
- [20] Á. Nemcsics, B. Pődör, L. Tóth, J. Balázs, L. Dobos, J. Makai, M Csutorás, A. Ürmös: Investigation of MBE grown inverted GaAs quantum dots; Microelectronics Reliability (2015)
- [21] A. Ürmös; Z. Farkas; M. Farkas; T. Sándor; L. T Kóczy; Á. Nemcsics: Application of Self-Organizing Mapping for Technological Support of Droplet Epitaxy; Acta Polytechn. Hung. 14 (2017) 207
- [22] J. Takács, Á. Nemcsics: QD to NH; Mathematical Modelling of Nano-structure Formations, Scientific Review 4 (2018) 74
- [23] Z. Farkas, A. Ürmös and Á. Nemcsics, "Statistical Analysis of Droplet Epitaxial Nano-structure Growth Parameters - as Preliminary for Technological Support," 2020 IEEE 3rd International Conference and Workshop in Óbuda on Electrical and Power Engineering (CANDO-EPE), Budapest, Hungary, 2020, pp. 000085-000090, doi: 10.1109/CANDO-EPE51100.2020.9337778.