

Tomasz GRUDNIEWSKI¹

Zofia LUBAŃSKA²

Sławomir CZERNIK³

CHARAKTERYSTYKA AFM CIENKICH WARSTW SnO₂ UZYSKANYCH PODCZAS SPUTTERINGU MAGNETRONOWEGO PRZY WYBRANYCH WARUNKACH PROCESU

Mikroskopia sił atomowych (AFM-*Atomic Force Microscopy*) znajduje obecnie szerokie zastosowanie w dziedzinie charakteryzacji materiałów elektronicznych [1,2]. Oprócz precyzyjnego pomiaru topografii powierzchni z rozdzielczością umożliwiającą obserwowanie warstw atomowych, współczesne urządzenia tego typu oferują wiele dodatkowych możliwości, obejmujących badanie właściwości elektrycznych, magnetycznych jak i zmian zachodzących przy wahanach temperatury. Jednym z zastosowań może być charakteryzacja otrzymanych warstw na podstawie obserwowanych obrazów struktur oraz powiązanie obserwowanej struktury z parametrami elektro-optycznymi. Szczególnie interesujące są struktury przewodzące prąd, przezroczyste oraz takie, które absorbują jak najwięcej energii z padającego promieniowania [3-7]. Autorzy w niniejszej pracy wykonali badania metodą mikroskopii sił atomowych (AFM NT-MDT Ntegra Spectra C – Rys.1.) cienkich warstw SnO₂ otrzymanych w procesie napyłania w Line 440 Alliance Concept. Postanowiono zbadać zależności pomiędzy topografią warstw a temperaturą procesu napyłania, ilością gazów biorących udział w procesie oraz równoległe własnościami elektrycznymi. Starano się odszukać zależności umożliwiające charakteryzowanie parametrów elektro-optycznych warstw SnO₂ (uzyskiwanych w różnych temperaturach) w oparciu o obrazy pozyskane techniką AFM. Autorzy uważają, że badania struktur z wykorzystaniem AFM usprawnią dobór procesów napyłania celem otrzymania oczekiwanych własności elektrycznych i optycznych. Otrzymane podczas prac rezultaty pozwalają na chwilę obecną skorelować własności elektro-optyczne warstw z ich topografią oraz procesami wytwarzania. Przeprowadzone eksperymenty pozwoliły w fazie finalnej na otrzymanie przezroczystych tlenków SnO₂ o zakładanej rezystancji.

Słowa kluczowe: tlenek cyny, parametry cienkich warstw, elektrody przezroczyste

¹ Autor do korespondencji: Tomasz Grudniewski, Zakład Informatyki, Katedra Nauk Technicznych, Państwowa Szkoła Wyższa, Sidorska 95/97, 21-500 Biała Podlaska, 833449908, knt@pswbp.pl

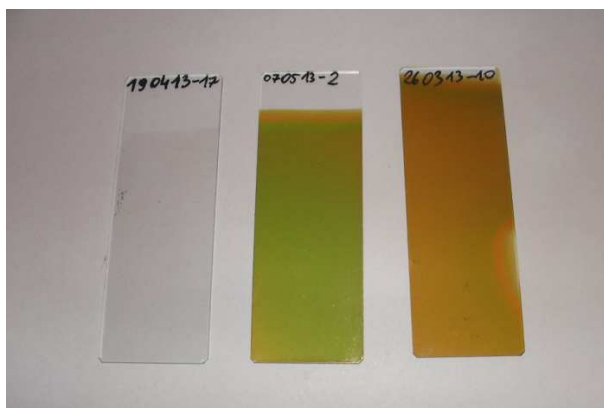
² Zofia Lubańska, Zakład Informatyki, Katedra Nauk Technicznych, Państwowa Szkoła Wyższa, Sidorska 95/97, 21-500 Biała Podlaska, 833449908, knt@pswbp.pl

³ Centrum Badań nad Innowacjami, Państwowa Szkoła Wyższa, Sidorska 105, 21-500 Biała Podlaska, 608619570, czernikslawomir@gmail.com

1. Eksperyment

Proces nanoszenia warstw SnO₂ prowadzono z wykorzystaniem Magnetronu Line 440 Alliance Concept wyposażonym m.in. w target Sn. Warstwy były nanoszone na podłoża szklane (szkiełka Microscope slides LABGLASS). Jako gaz roboczy w procesie napyłania magnetronowego zastosowano argon z dodatkiem tlenu w wybranych, na podstawie dotychczasowych eksperymentów, ilościach. Podczas prowadzonych eksperymentów zdecydowano się na zmianę następujących parametrów nanoszenia warstw w procesie sputteringu:

- zmianie ulegał skład gazów roboczych: tlen od 0 do 30% (stała ilość argonu Ar: 50 sccm i zmienna tlenu O₂: 5 do 20 sccm);
- czas trwania procesu: uzależniony pośrednio od temperatury i prędkości schładzania rozgrzanej próbki;
- temperatury: od temperatury pokojowej do 450°C z krokiem 50 °C.



Rys. 1. Przykładowe zmiany transmisji próbek w zależności od temperatury oraz ilości tlenu

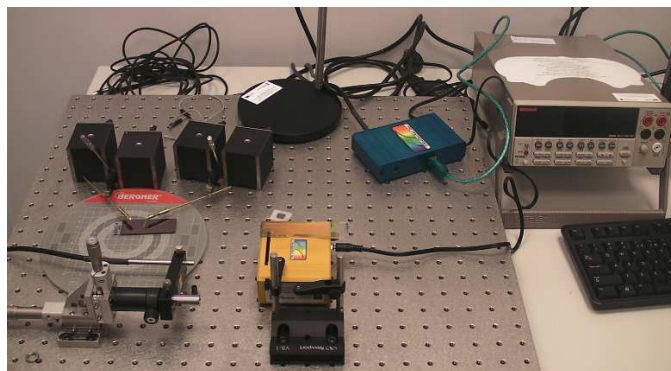
Fig. 1. Transmission change of the prepared samples

Tab. 1. Parametry procesu nanoszenia SnO₂ dla pokazanych na Rys. 1 próbek

Tab. 1. Process parameters of the samples shown on Fig. 1

Próbka	Temperatura procesu [°C]	Ar [sccm]	O ₂ [sccm]
190413-17	150	50	20
070513-2	450	50	7,5
260313-10	450	50	20

W wyniku prowadzonych eksperymentów próbowano uzyskać tlenek cyny o jak parametrach oczekiwanych w zastosowaniach elektro - optycznych. Zgodnie z oczekiwaniami były to: jak najszersze spektrum transmisji światła, jak i najmniejsza rezystancja. Pozostającym niewymienionym wcześniej modyfikowalnym czynnikiem jest czas trwania procesu. W przypadku prowadzonych badań czas dla wszystkich procesów był stały i wynosił 5 minut (pozostałe parametry procesu napyłania zawarto w Tab. 1). Czas napyłania dobrano eksperymentalnie w badaniach poprzedzających – jako minimalny umożliwiający w przypadku SiO₂ otrzymanie mierzalnej optycznie i elektrycznie warstwy. Napyłone próbki poddawano procesowi pomiaru rezystancji czteropunktowej (KEIHLEY 2000) oraz transmisji spektralnej (spektrofotometr StellarNet Inc Blue Wave Vis-25) (Rys. 2).

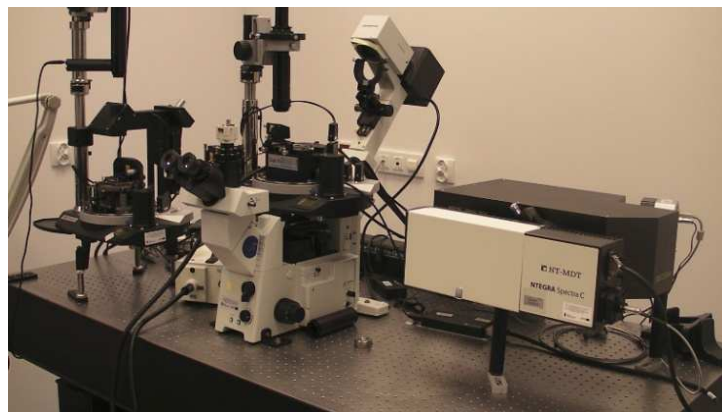


Rys. 2. Układ do pomiaru rezystancji i transmisji

Fig. 2. Transmittance and resistivity measurement setup

Każdą z wykonanych próbek obserwowano pod kątem zmian w proporcjach składu chemicznego z wykorzystaniem SwiftED 3000 (X-Ray Microanalysis for Hitachi Electron Microscope TM3000).

Ze względu na równoległe prace nad modyfikacją topografii napyłanych warstw (zwiększenie pola powierzchni absorbującej promieniowanie poprzez modyfikację topografii) postanowiono zbadać zależność pomiędzy tworzonymi warstwami a ich topografią z wykorzystaniem mikroskopii AFM. Pomiary AFM wykonano metodą kontaktową (*ang. contact mode*), przy użyciu tipów krzemowych o grubości: 0,3mm (CSG10). W trybie kontaktowym zmiany siły odpychającej pomiędzy igłą sondy a podłożem w trakcie skanowania stanowią podstawę obrazowania topografii powierzchni. Sygnałem używanym do tego obrazowania jest sygnał podawany do skanera w kierunku prostopadłym do powierzchni przy utrzymywaniu prawie stałej siły pomiędzy ostrzem a podłożem, w pętli sprzężenia zwrotnego. W niniejszej pracy obrazy uzyskano za pomocą oprogramowania NOVA 1.1.0.1824 wersja do rejestracji i analizy obrazu do przetwarzania otrzymanych wyników.

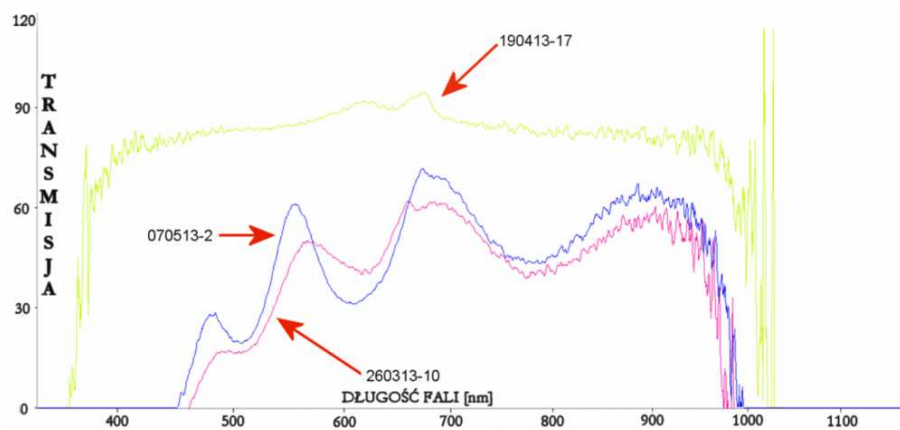


Rys. 3. Użyty w eksperymencie mikroskop sił atomowych NT-MDT Ntegra Spectra C

Fig. 3. Used in experiments AFM microscope NT-MDT Ntegra Spectra C

2. Wyniki badań

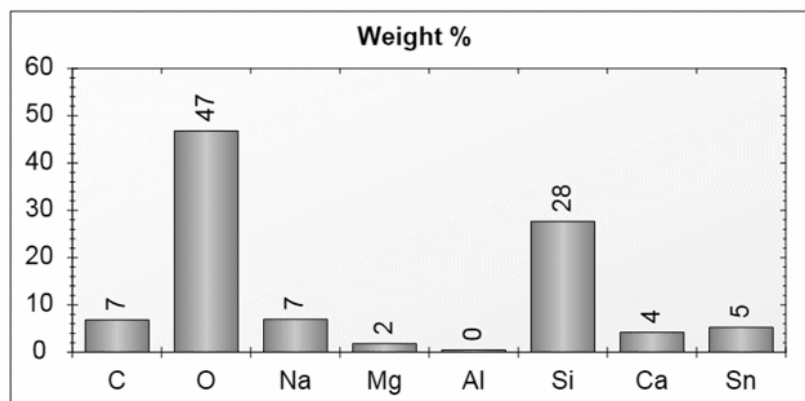
Rezultaty badań transmisji światła przez wybrane próbki zaprezentowano na Rys. 4 (są to wybrane próbki o skrajnych obserwowanych wartościach transmisji). Zgodnie z obserwacjami największym pochłanianiem cechowała się próbka 260313-10.



Rys. 4. Spektrum transmisji światła dla wybranych próbek

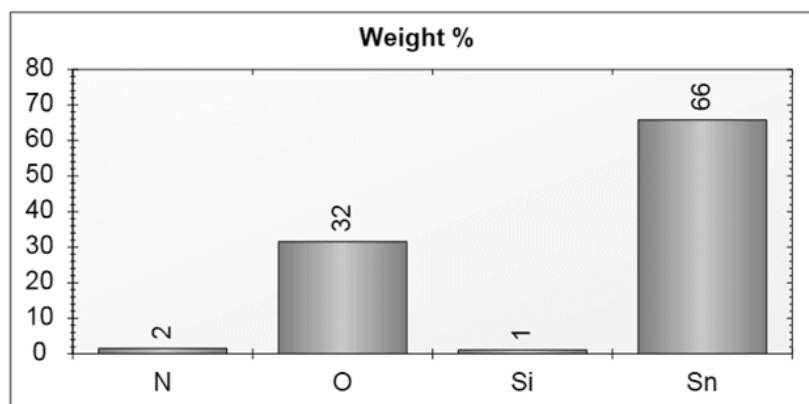
Fig. 4. Transmission spectra for the selected samples

Równoległe do badań nad rezystancją i transmisją próbek przeprowadzono analizę zmian składu chemicznego otrzymanych w warstw. Przykłady obserwacji składu dla próbek o maksymalnej i minimalnej transmisji zaprezentowano na Rys. 5 i Rys. 6.



Rys. 5. Skład chemiczny próbki 260313-10

Fig. 5. Chemical composition of the 260313-10 sample



Rys. 6. Skład chemiczny próbki 190413-17

Fig. 6. Chemical composition of the 190413-17 sample

Obrazy AFM warstwy SnO₂, wytworzonej na podłożu szklanym metodą magnetronowego napyłania w różnych temperaturach zawarto w tabeli (Tab. 2). Na ich podstawie można stwierdzić dużą jednorodność powierzchni warstw – zaobserwowano związek pomiędzy uporządkowaniem otrzymanej warstwy a jej własnościami elektrycznymi.

Tab. 2. Obrazy AFM 2D/3D $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$ warstwy SnO_2 wytworzonej metodą rozpylania magnetonowego oraz odpowiadające im parametry procesu i rezystancja dla wybranych próbek

Tab. 2. AFM 2D/3D $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$ images of the SnO_2 layer prepared in magnetron sputtering

2D	3D	T [°C]	O [sccm]	Ar [sccm]	R [Ω]
		250	20	50	0,1 M Ω
		250	5	50	150 Ω
		450	20	50	3 M Ω
		450	5	50	350 Ω
		150	20	50	2,1 M Ω

3. Wnioski

Badania morfologii powierzchni metodą mikroskopii AFM wykazały, że:

- 1) topografia powierzchni zależy od temperatury zastosowanej w procesie sputtering;
- 2) potwierdzono, że cienkie warstwy SnO₂ mają strukturę krystaliczną;
- 3) rezystancja zależy od temperatury oraz składu gazów roboczych oraz daje się ją powiązać z chropowatością obserwowaną techniką AFM;
- 4) najlepszą (najmniejszą) rezystancję warstwy wraz z relatywnie dobrą transparentnością otrzymano dla próbek nanoszonych w atmosferze zawierającej 7-15 % tlenu;
- 5) na podstawie przeprowadzonych badań można powiązać topografię otrzymanych próbek SiO₂ z ich parametrami elektro-optycznymi; z obserwacji jednoznacznie wynika, że niejednorodność powierzchni struktury SiO₂ wpływa pozytywnie na rezystancję.

Literatura

- [1] A. Bosseboeuf, M. Dupeux, M. Boutry, T. Bourouina, D. Bouchier, D. Débarre, *Characterization on W Films on Si and SiO₂/Si Substrates by X-Ray Diffraction, AFM and Blister Test Adhesion Measurements*, *Microsc. Microanal. Microstruct.* 8 (1997) 261-272.
- [2] M. Batzill, U. Diebold, *The surface and materials science of thin oxide*, *Progress in Surface Science* 79 (2005) 47-154.
- [3] Posadowski W. M.: Pulsed magnetron sputtering of reactive compounds, *Thin Solid Films*, vol. 343–344 (1999), s. 85–89.
- [4] Musil J., Baroch P., Vlcek J., Nam K.H., Han J.G.: Reactive magnetron sputtering of thin films: present and trends, *Thin Solid Films*, vol. 475 (2005), s. 208–218.
- [5] Kaczmarek D.: Modyfikacja wybranych właściwości cienkich warstw TiO₂, Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 2008.
- [6] Gurlo A.: Interplay between O₂ and SnO₂: Oxygen ionsorption and Spectroscopic Evidence for Adsorbed Oxygen. *ChemPhysChem*, 7 (2006) 2041–2052.
- [7] Izydorezyk W., Adamowicz B., Miczek M., Waczyński K.: Computer analysis of an influence of oxygen vacancies on the electronic properties of the SnO₂ surface and near-surface region. *Physica Status Solidi (a)*, 203 (2006) 2241.

AFM CHARACTERIZATION OF SnO₂ THIN FILMS OBTAINED BY MAGNETRON SPUTTERING IN LINE 440 SETUP USING DIFFERENT PROCESS COMPONENTS

S u m m a r y

Atomic force microscopy is one of the most popular method used in surface imaging. This method allows to measure the surface topography and determine the dimensions of the structures in the subatomic resolution [1]. Due to its properties, it can be applied to the measurement of conductors and semiconductor surfaces prepared in various processes. The experiment is focused on SnO₂ and ITO thin layers which can be used as transparent electrodes [2]. The authors are trying to illustrate the correlation between process parameters - creation of semiconductor in magnetron sputtering by different process conditions (temperature and cooling process, gas pressure and composition), surface of the sample and its other electro-optical parameters. The authors of this research performed experiments using atomic force microscope (AFM NT-MDT Ntegra Spectra C - Fig.1.). SnO₂ thin films were prepared in a sputtering system Line 440 Alliance Concept. It was decided to examine the relationship between the topography of the layers and the temperature of the sputtering process, the amount of gas involved in the process and parallel electrical properties. Attempts were made to find a relationship permitting the characterization of the electro-optical parameters SnO₂ layer (obtained at different temperatures) based on the obtained AFM images. The authors believe that the study of structures using AFM facilitate the selection process in order to obtain the expected sputtering electrical and optical properties. Results obtained during the work permit at the moment correlate the electro-optical properties of the layers of their topography and manufacturing processes.

Keywords: tin oxide, thin film parameters, transparent electrodes

Przesłano do redakcji: 15.04.2015 r.

Przyjęto do druku: 22.06.2015 r.

DOI:10.7862/rb.2015.40