

掃描式近場光學顯微鏡應用於圖形化藍寶石基板上成長的 GaN 薄膜之非破壞性檢測

Non-Destructive Test of GaN Thin Film Grown on Patterned Sapphire Substrates by Using Scanning Near-Field Optical Microscope

李良箴、莊佳聰、宋育泰、孫允武

Liang-Chen Li, Chia-Tsung Chuang, Yu-Tai Sung, Yuen-Wuu Suen

本文中我們利用掃描式近場光學顯微鏡技術，檢測圖形化藍寶石基板上成長的 GaN 薄膜的缺陷分布。因薄膜缺陷能隙與薄膜本身能隙不同，而穿透光強度與樣品材料能隙有關，經由不同波長光源檢視樣品的穿透光強度分布，即可由此分布觀察到缺陷的分布狀況。我們觀察到有凸起截頂圓錐圖形藍寶石基板上所製作的 GaN 薄膜，在上下交界及圖形上方有明顯的缺陷，而有凹入圓錐狀圖形藍寶石基板上所製作的薄膜，在單一邊上下起伏附近容易產生缺陷，但圖形上方仍可成出良好的薄膜，且此種凹洞基板再配合成長時加 SiO₂ 遮罩後，在其上方可以長成更好品質的薄膜。

We report the investigation of the defect distribution of GaN grown on patterned sapphire substrates by using a scanning near-field optical microscope (SNOM). A He-Cd laser (325 nm) or a green-light semiconductor laser (532 nm) was used as the light source in the SNOM system. The transmission SNOM images can be used to study the distribution of defects of a GaN LED structure on a patterned sapphire substrate. We found that the defects are located near the edge of the recess holes on sapphire, and the quality of the GaN thin film can be improved by adding random SiO₂ blocking masks.

一、簡介

在一般光學檢測中，因為光的干涉與繞射，使得所能觀察的空間解析度被限制在 1/2 波長，這就是所謂的繞射極限 (Abbe diffraction limit)，所以傳統遠場光學的顯微鏡要提高其解析度最快的方法，

就是使用更短波長的光來進行觀測。對於奈米尺度樣品的觀察，則變成需要用到如電子束或 X 光等高能量短波長的光源。然而這類的光源，並非適用於每一種樣品，例如在電子顯微鏡中，對於導電性不佳的材料，需要在表面上鍍一層金屬來避免表面電荷累積，而這種高能量光源也可能會影響樣品本

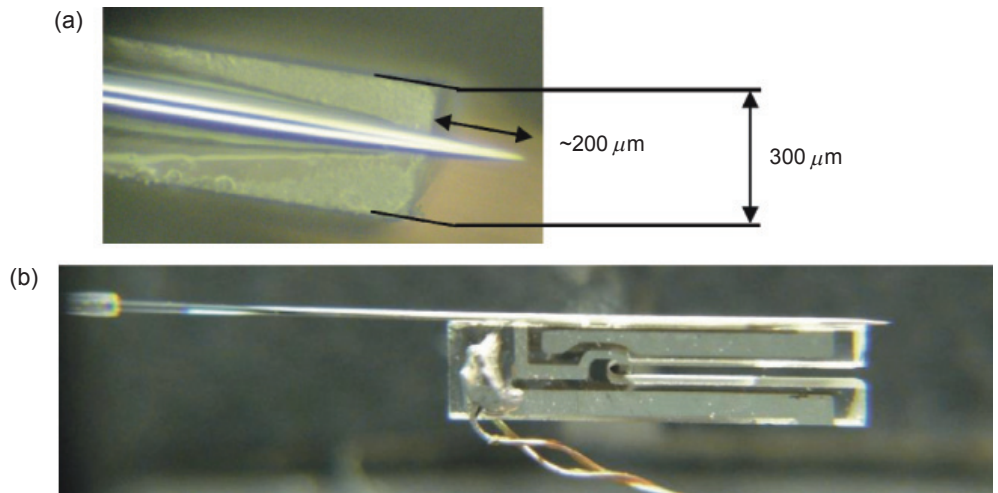


圖 1.
 (a) 光學探針黏貼於音叉上時，其針尖露出約 $200\ \mu\text{m}$ 。(b) 光學探針黏貼於音叉之全貌⁽⁴⁾。

身原有特性。

1928 年英國的 E. H. Synge 提出以近場光學的方式來突破限制，也就是當待測物與光源之間的距離及光源的孔徑皆遠小於波長，可使空間解析度不受繞射極限的限制。以當時的技術而言，要將物體之間的距離及光點大小縮短到小於一個波長是相當困難的，直到 1972 年 E. A. Ash 與 G. Nicholls 使用波長三公分的微波的近場實驗，發現空間解析度可以達到 $1/60$ 波長，證實 Synge 所提出的理論。

然而要實現利用波長更短的可見光來做為光源的夢想，奠基於 1982 年 G. Binnig 與 H. Rohrer 所發明的掃描穿隧顯微鏡 (scanning tunneling microscope, STM) 技術，以 STM 技術為基礎並克服了光源與待測物表面需遠小於可見光波長的問題，近場光學顯微鏡的技術開始蓬勃發展。1992 年 E. Betzig 與 M. Vaez-Iravani 以剪力顯微鏡技術⁽¹⁻³⁾ 做為光學探針的回饋機制，獲得極高穩定度與重複性的近場光學影像。近場光學顯微鏡可偵測樣品光學分布特性，並兼具如電子顯微鏡般的空間解析度，可達 $50-20\ \text{nm}$ ，所以是用於奈米結構的非破壞性檢測是絕佳的工具。

二、實驗裝設

在這一個實驗中，我們所使用的是由德國 attocube 公司所製作的近場光學顯微鏡，它是利用音叉的振動做為其剪力回饋來控制光學探針的高

度，可將探針與樣品高度穩定貼近至遠小於一個波長。光學探針則是由光纖拉製而成的，其出光的針尖孔洞為約為 $50\sim 100\ \text{nm}$ 。如圖 1 所示，光纖被固定在音叉上，其針尖約比音叉凸出 $200\ \mu\text{m}$ 。配合實驗波長的需要，可選擇特定尺寸的光纖。在這套系統中，樣品的移動是由三軸移動平台來控制，在掃描過程中是樣品移動而非光學探針移動。

簡單來說，整體的光路為雷射光耦合進入光纖中導向樣品，藉由光纖尖端小於波長的孔洞及利用音叉剪力回饋調整針尖與樣品間，同時也至小於波

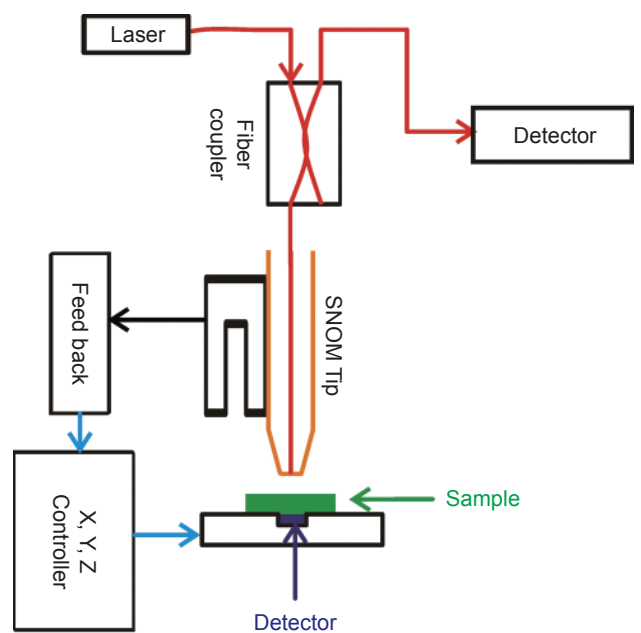


圖 2. 近場光學掃描顯微鏡量測系統示意圖。

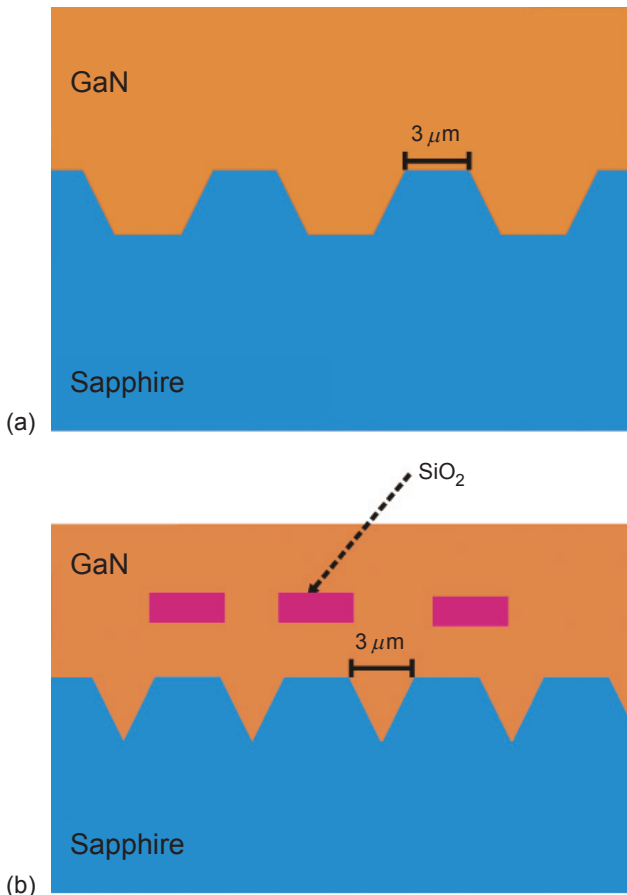


圖 3. 兩種不同圖形化藍寶石基板成長的 GaN 薄膜示意圖，(a) 薄膜成長在有凸起之截頂圓錐體圖形之藍寶石基板，(b) 薄膜成長在有圓錐凹洞圖形之藍寶石基板，且在成長完 $3.8 \mu\text{m}$ GaN 緩衝層後，在磊晶過程間，隨機位置上長 SiO_2 遮罩。

長的距離來形成一個近場，再從樣品下方的光偵測器讀取穿透光訊號，當然如果要接收反射訊號，那就需將反射光的訊號耦合進入另外一個光偵測器。

有別於一般的光學顯微鏡，近場光學顯微鏡可以對奈米尺寸間，進行局部打光與收光的動作，對於成長有奈米結構的薄膜或者是薄膜中因成長過程所產生的缺陷，可以利用其不同材料有不同的光學吸收特性來設計實驗。對入射雷射光而言，樣品能隙比光源能量高的材料是直接穿透的；反之，則入射光能量會被吸收。是故量測穿透光的分布便可以了解在樣品上各種不同吸收的分布，而這樣的分布可以幫助了解薄膜中不同的能隙分布。不同於使

用穿透式電子顯微鏡，需要切下要觀察的樣品切面，使用近場光學顯微鏡不需要破壞樣品，利用光的吸收與穿透，即可了解薄膜成長的狀況。

三、實驗結果

我們檢測的樣品是由中興大學武東星教授所提供⁽⁵⁾之圖形化藍寶石基板上成長的氮化鎵 (GaN) 薄膜，其成長過程是在藍寶石基板上先行製作不同的圖案 (如圖 3 所示)，一種為有間隔 $3 \mu\text{m}$ 凸起約 $1.5 \mu\text{m}$ 高的截頂圓錐體，另一種是下凹約 $1.5 \mu\text{m}$ 深的圓錐洞，再在上面成長 GaN 薄膜，其中有凹洞基板的樣品在成長 $3.8 \mu\text{m}$ GaN 緩衝層後，會在成長 GaN 過程中，在薄膜隨機位置上長 SiO_2 遮罩之後，再繼續覆蓋成長 GaN 薄膜。因為藍寶石與 GaN 的晶格常數相差很大，原本就很容易會在 GaN 薄膜成長過程中產生缺陷，而不同圖案的基板亦會影響缺陷分布。

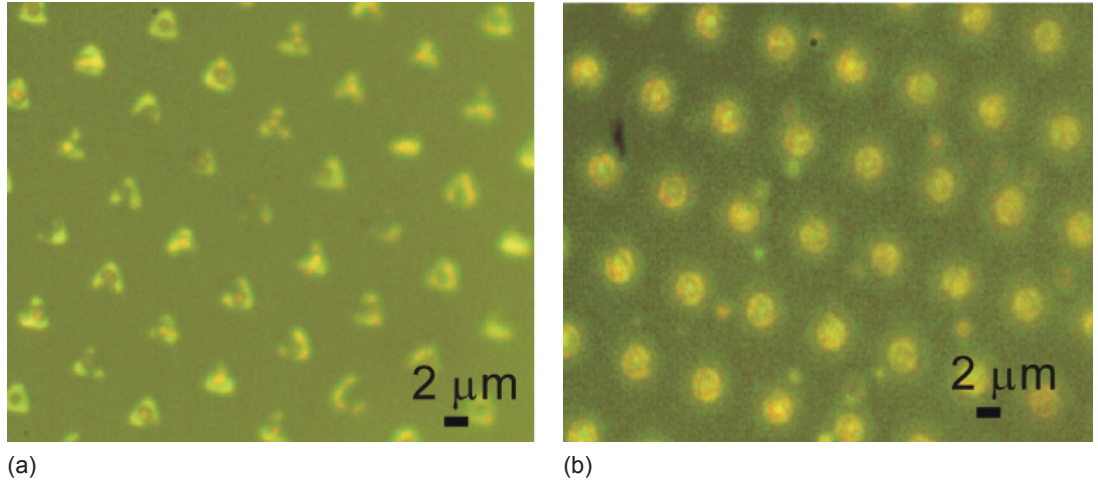
首先我們用一般的光學顯微鏡觀察這兩種不同的樣品。圖 4(a) 是薄膜成長在有凸起之截頂圓錐體圖形之藍寶石基板，其光學影像呈現出一個個三角形的亮點；而薄膜成長在有圓錐凹洞圖形之藍寶石基板則是圓形的亮點，如圖 4(b)，因室溫 GaN 的能隙為 3.4 eV ，大於可見光能量範圍 ($2 \sim 3 \text{ eV}$)，所以對可見光而言，無缺陷的 GaN 薄膜是不會吸收可見光的，所以在這種遠場光學影像只能分辨基板上的圖形，並無法觀察薄膜成長的缺陷。

實驗中我們使用兩種不同波長的雷射光做為近場掃描顯微鏡之光源，一為能量低於 GaN 能隙的綠光雷射，其波長為 532 nm ，另一個則為能量高於 GaN 能隙的 325 nm 雷射，如果 GaN 薄膜成長的缺陷中有能隙低於綠光雷射能量的缺陷，就可以在綠光近場掃描穿透影像中觀測到有缺陷的位置會有光被吸收的現象。

圖 5(b) 與 (c) 中可以看到在影像中有規則排列的暗區，這些都是能吸收綠光能量的缺陷所在，呈現穿透訊號較低的現象，而這些區域正是凸起的截頂圓錐體圖形的上方。根據參考資料 5 中的研究，在截頂圓錐體圖形的上方薄膜成長會因為凸起的形狀而讓晶格失配造成的錯位，因而往截頂圓錐的上

圖 4.

GaN 薄膜樣品的光學顯微鏡影像⁽⁶⁾，(a) 薄膜成長在有凸起之截頂圓錐體圖形之藍寶石基板，(b) 薄膜成長在有圓錐凹洞圖形之藍寶石基板。



方集中，而形成大量的缺陷，使得截頂圓錐的上方的薄膜成長的很差，而這些缺陷能量都是座落在可見光的範圍。相對地，圓錐凹洞狀基板上的薄膜在成長上，在圓錐四周的錯位會由外向圓錐中心尖端的方向偏折，所以較嚴重的缺陷固定形成在圓錐的

外圍且有集中在單側的傾向，造成在圖 5(e) 與 (f) 都有圓的一邊是暗區，而另一頭是較亮的區域。

對於能量高於 GaN 能隙的雷射光所掃描出的近場影像，因為 GaN 薄膜本身就會有光吸收的情形，所以其影像會與綠光雷射的影像有所不同。圖

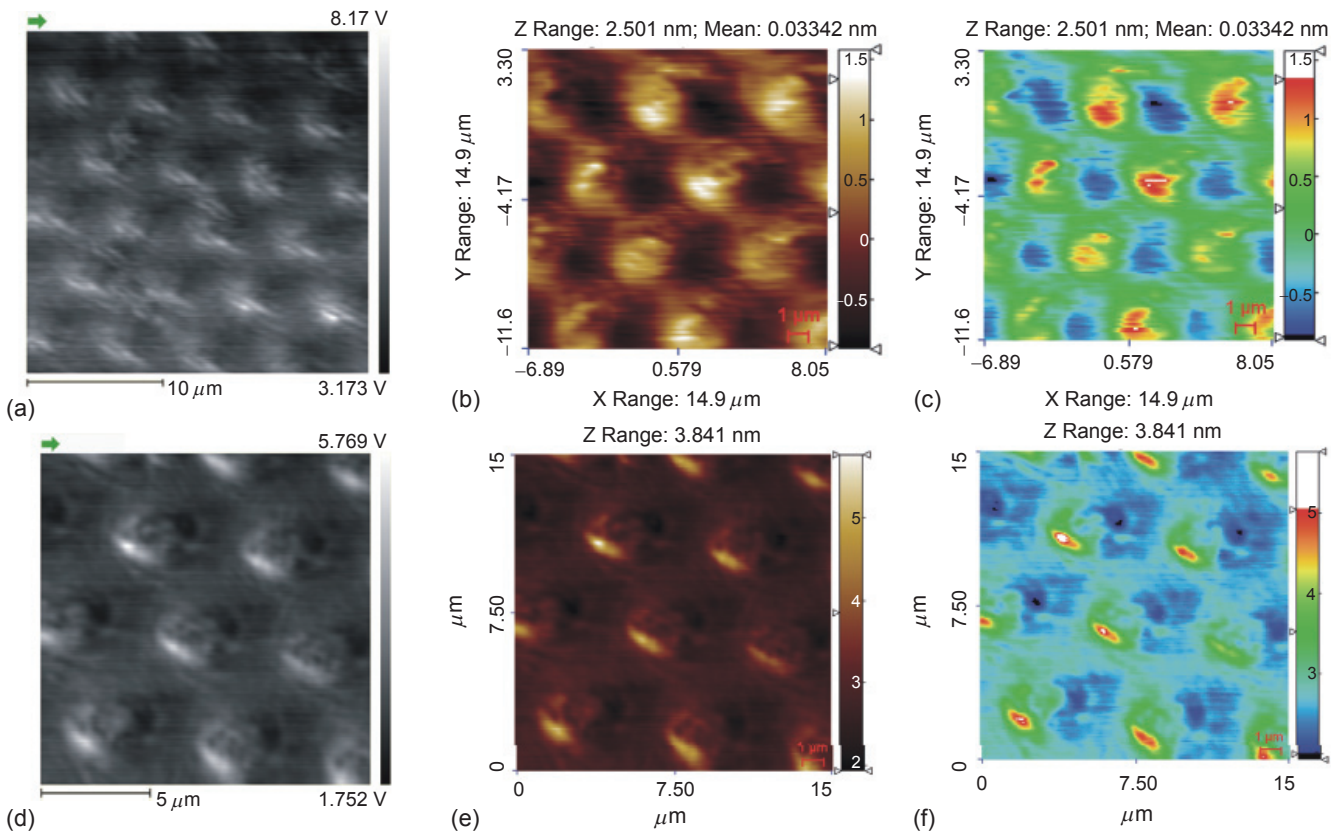


圖 5. 光源為 532 nm 之綠光雷射所掃描的近場光學影像⁽⁶⁾：(a) 薄膜成長在有凸起的截頂圓錐體圖形藍寶石基板的原始影像，(b) 與 (c) 為使用 SPIP 軟體處理 (a) 影像後之結果；(d) 薄膜成長在有圓錐凹洞圖形之藍寶石基板原始影像，(e) 與 (f) 為使用 SPIP 軟體處理 (d) 影像後之結果。

6 為 325 nm 雷射所掃描的近場光學影像⁽⁶⁾，其中 (a) 為薄膜成長在有凸起的截頂圓錐體圖形藍寶石基板的原始影像，(b) 與 (c) 則是使用 SPIP 軟體處理 (a) 圖中紅色虛線所圍成區域之結果；(d) 是薄膜成長在有圓錐凹洞圖形之藍寶石基板原始影像，(e) 與 (f) 為使用 SPIP 軟體處理 (d) 圖中紅色虛線所圍成區域之結果。

從圖 5(c) 的結果，已知缺陷是形成在凸起形狀的上方，再對照圖 6(c)，缺陷確實集中在圖形所在的位置；而從圖 6(f) 來看，使用圓錐凹洞圖形基板的樣品會有缺陷傾向圓錐體的一側，所以才會看到近似三角形的暗區。另外，影像中有一些不規則的圓點暗區，這些則是有 SiO₂ 遮罩的地方，因為 SiO₂ 遮罩也會影響錯位的方向，錯位會彎向長有 SiO₂ 遮罩的位置，使得晶格失配的缺陷被限制在 SiO₂ 下方⁽⁵⁾。

從穿透光的對比來看，越是有較多低能隙缺陷分布的位置其吸收的部分穿透度越差，也就是說缺陷越少的薄膜部位會是穿透度比較好的地方。就圖 6(c) 與圖 6(f) 比較，會發現圖 6(f) 的穿透度比較好，也就是說經過凹洞圖形處理並使用 SiO₂ 遮罩的薄膜品質較好，這個部分也和參考文獻 5 上蝕孔密度分析的結果一致。

四、結語

我們從利用不同波長的光源，使用近場光學掃描顯微鏡觀察成長於不同圖形結構藍寶石基板上 GaN 薄膜，發現缺陷的分布與穿透式電子顯微鏡影像及蝕孔密度分析⁽⁵⁾ 的結果一致。因此只要經過適當的光源設計，近場光學顯微鏡可以利用在偵測薄膜成長的缺陷分布的非破壞檢測。

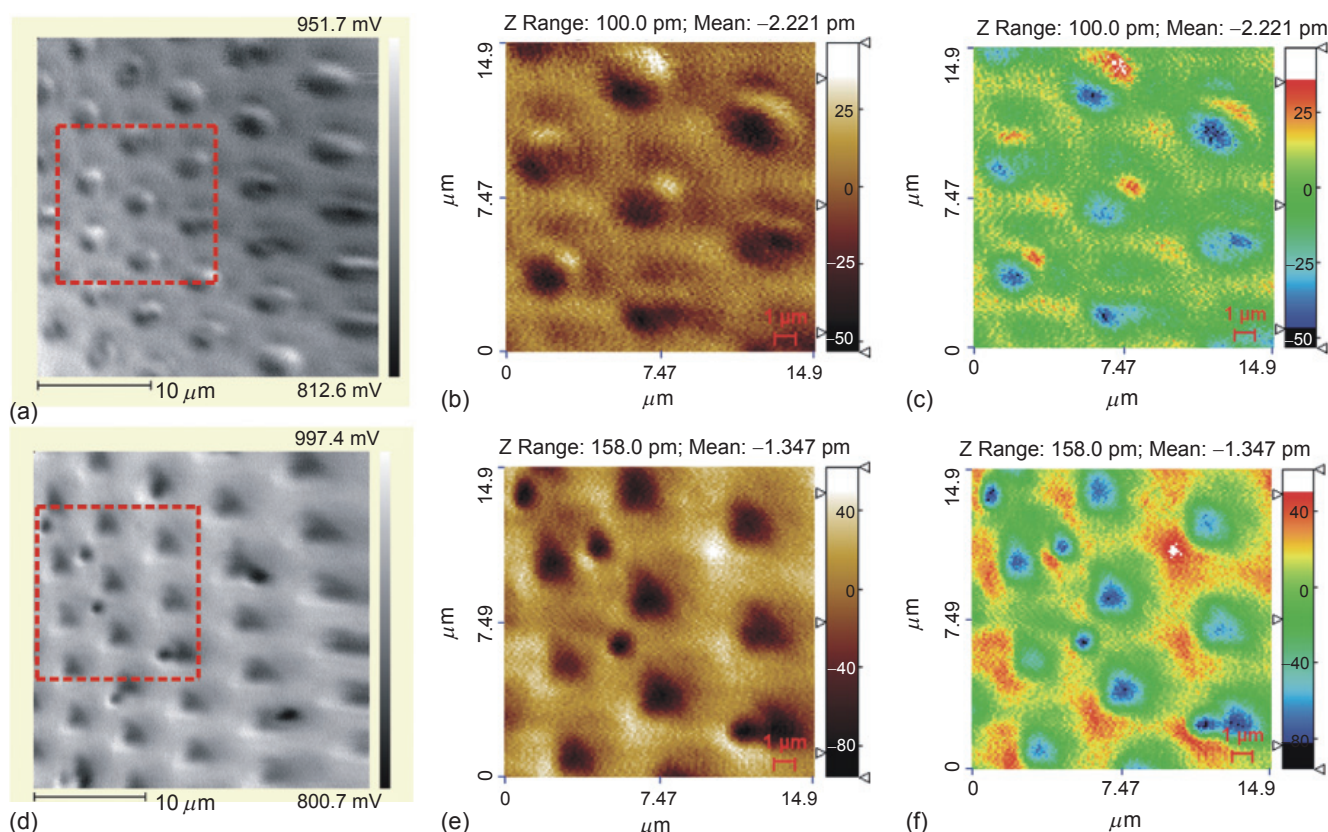


圖 6. 光源為 325 nm 雷射所掃描的近場光學影像⁽⁶⁾：(a) 薄膜成長在有凸起的截頂圓錐體圖形藍寶石基板的原始影像；(b) 與 (c) 為使用 SPIP 軟體處理 (a) 圖中紅色虛線所圍成區域之結果；(d) 薄膜成長在有圓錐凹洞圖形之藍寶石基板原始影像；(e) 與 (f) 為使用 SPIP 軟體處理 (d) 圖中紅色虛線所圍成區域之結果。

參考文獻

1. R. Toledo-Crow, P. Yang, Y. Chen, and M. Vaez-Iravani, *Appl. Phys. Lett.*, **60**, 2957 (1992).
2. E. Betzig, P. L. Finn, and J. S. Weiner, *Appl. Phys. Lett.*, **60**, 2484 (1992).
3. R. Toledo-Crow, P. Yang, Y. Chen, and M. Vaez-Iravani, *Appl. Phys. Lett.*, **60**, 2957 (1992).
4. User Manual of Scanning Near-Field Optical Microscope attoSNOM III, Attocub Systems, Munich, Germany.
5. D. S. Wu, H. W. Wu, S. T. Chen, T. Y. Tsai, X. Zheng, and R. H. Horng, *Journal of Crystal Growth*, **311**, 3063 (2009).
6. 莊佳聰, 利用掃描式近場光學顯微鏡研究 GaN 薄膜缺陷及 Ge 薄膜結構, 碩士學位論文, 國立中興大學物理學研究所 (2010).



李良箴小姐為國立中興大學物理所博士，現任國立交通大學奈米科技中心博士後研究員。

Liang-Chen Li received her Ph.D. in physics from National Chung Hsing University. She is currently a postdoctoral fellow in the Center for Nano Science and Technology at National Chiao Tung University.



莊佳聰先生為國立中興大學物理所碩士，現任漢民微測科技股份有限公司工程師。

Chia-Tsung Chuang received his M.S. in physics from National Chung Hsing University. He is currently an engineer at Hermes Microvision, Inc..



宋育泰先生為國立中興大學物理所碩士，現任中強光電股份有限公司工程師。

Yu-Tai Sung received his M.S. in physics from National Chung Hsing University. He is currently an engineer at Coretronic Corp..



孫允武博士為普林斯頓大學電機博士，現任國立中興大學物理系教授。

Yuen-Wuu Suen received her Ph.D. in electrical engineering from Princeton University, USA. He is currently a professor in the Department of Physics at National Chung Hsing University.