

Manal Ali Deeb

Photo-assisted Kelvin Probe
Force Microscopy
Investigation of Three-
dimensional GaN Structures

Photo-assisted Kelvin probe force microscopy investigation of three-dimensional GaN structures

Von der Fakultät für Elektrotechnik, Informationstechnik, Physik
der Technischen Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig
zur Erlangung des Grades einer Doktorin
der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)
genehmigte Dissertation

von: Manal Ali Deeb
aus: Damaskus, Syrien

eingereicht am: 22.06.2021

mündliche Prüfung am: 29.09.2021

1. Referent: Prof. Dr. Andreas Waag
2. Referent: Prof. Dr.-Ing. habil Wolfgang Kowalsky
3. Vorsitzender: apl. Prof. Dr.-Ing. Hergo-Heinrich Wehmann

Druckjahr: 2022

Berichte aus der Halbleitertechnik

Manal Ali Deeb

**Photo-assisted Kelvin Probe Force Microscopy
Investigation of Three-dimensional GaN Structures**

Shaker Verlag
Düren 2022

Bibliographic information published by the Deutsche Nationalbibliothek

The Deutsche Nationalbibliothek lists this publication in the Deutsche Nationalbibliografie; detailed bibliographic data are available in the Internet at <http://dnb.d-nb.de>.

Zugl.: Braunschweig, Techn. Univ., Diss., 2022

Dissertation an der Technischen Universität Braunschweig, Fakultät für Elektrotechnik, Informationstechnik, Physik.

Copyright Shaker Verlag 2022

All rights reserved. No part of this publication may be reproduced, stored in a retrieval system, or transmitted, in any form or by any means, electronic, mechanical, photocopying, recording or otherwise, without the prior permission of the publishers.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-8674-4

ISSN 0945-0785

Shaker Verlag GmbH • Am Langen Graben 15a • 52353 Düren

Phone: 0049/2421/99011-0 • Telefax: 0049/2421/99011-9

Internet: www.shaker.de • e-mail: info@shaker.de

Acknowledgment

First of all, I would like to extend my deepest gratitude to my adviser professor Dr. Andreas Waag for making it possible for me to complete my PhD thesis in his group at the institute for semiconductors at the Technical University Brunswick.

I am thankful to Professor M.Tornow and Dr. F. Hitzel (DME Nanotechnology GmbH in Braunschweig) for allowing me to utilize their KPFM system to finish my thesis investigations.

I would like to acknowledge Mohamed Aid Mansur Al-Suleiman for continuous support and guidance at the beginning of my work at IHT.

I am also thankful to Dr. Jiandong Wei for working together, cooperative discussions, comments, and observations about my experimental results.

I would especially like to thank apl. Prof. Dr.-Ing. Hergo-Heinrich Wehmann, who has always been available to support and advise me, I appreciate his patience, immense knowledge, and helpful physical point of view in the correction of the manuscripts.

Many appreciations to Doris Rümmler, Juliane Arens, Angelika Schmidt, Manfred Karsten, Karl-Heinz Lachmund and Wolfgang Weiss for their technical support.

I would also to thank our secretary team, Klaudia-Dagmer Stegert, Silke Feldhusen, and Angelika John, for all their patient help.

Many thanks go to the IHT growth team: Dr.-Ing. Jana Hartmann, Dr.-Ing. Dipl.-Phys. Xue Wang, Dr. Sönke Fündling and Hao Zhou for providing Gallium Nitride samples.

I especially acknowledge Dr.-Ing. Johannes Ledig for SEM images, and the inspiring discussions all the time.

I would also like to extend my gratitude to the Nitride Team: Dr.-Ing. Lorenzo Caccamo, Dr.-Ing. Fredrik Steib, Dr.-Ing. Matin Sadat Mohajerani, Dr.-Ing. Feng Yu and Dr.-Ing. Hutomo Suryo Wasisto.

A special thank to my colleague Dr. rer. nat. Alaa-Eldin Gad and Dr.-Ing. Mahmoud Abedfatah for the cheerful moments with them.

Last but not the least; a warm thank goes: To my parents in Syria for everything, to my dear husband, Hassan Bakleh: this thesis is dedicated to you in a very special way for your emotional and practical support. Without your support and guidance in my daily life, I doubt that my PhD studies have been completed, and to my children, Karam, Nima, and Masa: you have been great sources of inspiration and motivation.

Abstract (English)

Recent research activities on studying GaN and designing GaN structure-based devices have recognized that the surface plays a vital role in the optoelectronic, electronic, and sensing properties of such materials and must be well understood. This is particularly true for nanoscale structures, where the surface plays a dominant role in their properties. Three-dimensional GaN structures, which are interesting for several applications as e.g. light-emitting diodes (LEDs), field-effect transistors, and sensors, have different facets. Such facets as polar c-, non-polar m- and semi-polar r-facets, which have varying internal electric fields, need to be investigated. The semi-polar and non-polar facets have recently attracted much attention compared to c-facets due to their potential benefits for various aspects of optoelectronic devices. The different facets of these structures are expected to have different electronic surface states in their bandgap and thus different surface band bending. The surface band bending of these facets can be modified by illumination-induced charge transfer processes between the bulk and their electronic surface states. Currently, there is still only a weak understanding of illumination-induced charge transfer processes (fast and slow processes occurring on different time scales). However, they may lead to significant improvements in the performance of 3D GaN devices, especially in sensors applications, as their performance is affected by their response and recovery times. Until now, most of the studies have been performed on the c-oriented GaN surface. Therefore, this work investigates the surface charge transfer processes at different crystal orientations of 3D GaN structures. The investigations are based on surface photo-voltage measurements by photo-assisted kelvin probe force microscopy, a non-destructive and highly surface-sensitive experimental probe.

The method of surface photo-voltage (SPV) measurements and its application to GaN is discussed critically in detail before applying it to particular situations at the GaN surfaces. To distinguish charge transfer processes between different surfaces, e.g. on Si-doped n-type and Mg-doped p-type of c-plane GaN truncated pyramid micro-structure, various photon energies near and below the GaN bandgap were used for selective excitation in such processes. Fast and slow charge transfer processes for Ga-polar c-planes on both n-type and p-type GaN micro-structures were found, and their origin is discussed. This experiment revealed new information about the predominant processes of the studied phenomena separating contributions of the fast from slow surface states, which are essential to design and improve the responsibility of 3D GaN-based sensors. It also leads to more understanding of how different wavelengths control the surface photoresponse of different surfaces of 3D GaN structures. Furthermore, the SPV charge transfer processes behavior has been investigated on the semi-polar facets of the n-type GaN columns before and after treatment with

phosphoric acid. A distinct difference was shown for the first time in the SPV processes of this surface before and after treatment with phosphoric acid. This investigation showed the vital role of silane injection during the growth on the SPV processes behavior of GaN columns before treatment and revealed the importance of surface treatment in improving the charge transfer processes at the semi-polar surface GaN columns. Using the surface treatment, GaN nanostructure-based sensor devices could also be enhanced in their response. The SPV processes behavior of the non-polar m-facets of the Si-doped n-type part and the slightly Mg-doped part of a transferred GaN column is smaller in magnitude with respect to that measured on the c-plan GaN surface. This behavior was ascribed to the intrinsic surface states of non-polar m-facets that can affect their surface band bending. A different SPV behavior was also found on the slightly Mg-doped part of the non-polar m-facet of the GaN column. Compared to other facets of p-type surfaces of GaN truncated pyramid micro-structures, the m-plane is more chemically stable. Since the gas sensing processes are strongly related to surface reactions such as adsorption ability, we hope our result will be significant in developing 3D GaN nanostructures-based sensor devices.

Abstract (German)

Aktuelle Forschungsaktivitäten zur Untersuchung von GaN und zum Entwurf von Bauelementen auf der Basis von GaN-Strukturen haben gezeigt, dass die Oberfläche eine wichtige Rolle für die optoelektronischen, elektronischen und sensorischen Eigenschaften solcher Materialien spielt und gut verstanden und kontrolliert werden muss. Dies gilt insbesondere für nanoskalige Strukturen, für deren Eigenschaften die Oberfläche eine dominierende Rolle spielt. Dreidimensionale GaN-Strukturen, die für verschiedene Anwendungen interessant sind, wie z.B. Leuchtdioden (LEDs), Feldeffekttransistoren und Sensoren weisen unterschiedliche Kristall-Facetten auf. Facetten wie polare c-, unpolare m- und semipolare r-Facetten mit unterschiedlichen internen elektrischen Feldern müssen daher untersucht werden. Die semipolaren und unpolaren Facetten haben in letzter Zeit im Vergleich zu c-Facetten aufgrund ihrer potenziellen Vorteile für verschiedene Aspekte optoelektronischer Bauelemente viel Aufmerksamkeit auf sich gezogen.

Es wird erwartet, dass die verschiedenen Facetten dieser Strukturen unterschiedliche elektronische Oberflächenzustände in ihrer Bandlücke aufweisen. Beleuchtungsinduzierte Ladungstransferprozesse zwischen dem Volumen und diesen Zuständen wirken sich direkt auf die Oberflächenbandverbiegung an diesen Facetten aus. Derzeit gibt es nur ein geringes Verständnis zu Beleuchtungsinduzierte Ladungstransferprozesses (schnelle und langsame Prozesse, die auf verschiedenen Zeitskalen ablaufen), obwohl sie zu signifikanten Verbesserungen der Leistung von 3D-GaN-Bauelementen führen können, insbesondere bei Sensoranwendungen, da deren Leistung durch Reaktions- und Wiederherstellungszeiten der Oberflächenzustände beeinflusst wird. Bisher wurden die meisten Studien an der c-orientierten GaN-Oberfläche durchgeführt. Daher konzentriert sich diese Arbeit auf die Untersuchung der Oberflächenladungstransferprozesse bei unterschiedlicher Kristallorientierung von 3D-GaN-Strukturen. Die Untersuchungen basieren auf Oberflächen-Photospannungsmessungen mittels photounterstützter Kelvin-Sondenkraftmikroskopie, einer zerstörungsfreien und hochoberflächenempfindlichen experimentellen Sonde.

Die Methode der Oberflächenphotospannungsmessungen (SPV) und ihre Anwendung auf GaN wird kritisch im Detail diskutiert, bevor sie auf bestimmte Situationen an den GaN-Oberflächen angewendet wird. Um Ladungstransferprozesse zwischen verschiedenen Oberflächen zu unterscheiden, z. B auf Si-dotierten n-Typ- und Mg-dotierten p-Typ-GaN-Pyramiden-Mikrostruktur mit c-Ebene wurden verschiedene Photonenenergien nahe und unterhalb der GaN-Bandlücke zur selektiven Anregung solcher Prozesse verwendet. Es wurden schnelle und langsame Ladungstransferprozesse für Ga-polare c-Ebenen sowohl auf n-Typ- als auch auf p-Typ-GaN-

Mikrostrukturen gefunden und deren Ursprung diskutiert. Dieses Experiment enthüllte nicht nur neue Informationen über die vorherrschenden Prozesse der untersuchten Phänomene, die die Beiträge der schnellen von langsamen Oberflächenzuständen trennen, die für das Design und die Verbesserung der Empfindlichkeit von 3D-GaN-basierten Sensoren wesentlich sind, sondern führte auch zu einem besseren Verständnis, wie verschiedene Wellenlängen die Oberflächenphotoreaktion verschiedener Oberflächen von 3D-GaN-Strukturen steuern können. Darüber hinaus wurde das Verhalten von SPV-Ladungstransferprozessen an den semipolaren Facetten der GaN-Säulen vom n-Typ vor und nach der Behandlung mit Phosphorsäure untersucht, wobei erstmalig deutliche Unterschiede in den SPV-Prozessen für diese Oberfläche vor und nach der Behandlung gezeigt wurden. Diese Untersuchung zeigte nicht nur die wichtige Rolle der Silaninjektion während des Wachstums, für das SPV-Prozessverhalten von GaN-Säulen vor der Behandlung, sondern offenbarte auch die wichtige Rolle der Oberflächenbehandlung bei der Verbesserung der Ladungsübertragungsprozesse an der semipolaren Oberfläche von GaN-Säulen. Die Oberflächenbehandlung kann als ein wirksamer Weg zur Verbesserung der Empfindlichkeit und der Geschwindigkeit von auf GaN-Nanostrukturen basierenden Sensoren angesehen werden. Das SPV-Prozessverhalten der unpolaren m-Facetten des Si-dotierten n-Typ-Teils und des leicht Mg-dotierten Teils einer übertragenen GaN-Säule wurde als um eine Größenordnung kleiner in Bezug auf das auf der c-GaN-Oberfläche gemessene Verhalten festgestellt, was auf intrinsische Oberflächenzustände von m-Oberflächen und deren Einfluss auf die Bandverbiegung zurückzuführen ist. Das Verhalten der SPV-Prozesse der unpolaren m-Facetten des leicht Mg-dotierten Teils dieser GaN-Säule zeigt ein anderes Verhalten. Im Vergleich zu anderen Facetten derp-Oberflächen von GaN-Pyramidenstumpf-Mikrostrukturen ist die m-Ebene chemisch stabiler. Da die Gassensorprozesse stark mit Oberflächenreaktionen wie z.B. der Adsorptionsfähigkeit zusammenhängen, hoffen wir, dass unser Ergebnis für die Entwicklung von 3D-GaN-Nanostrukturen-basierten Sensoren von Bedeutung sein wird.

Contents

1	Introduction	1
1.1	Research problem and motivation	1
1.2	Research objective	3
1.3	The main research contribution	4
1.4	The organization of the thesis	4
2	Gallium Nitride	7
2.1	Crystal structure	7
2.2	Polarization and crystal planes.....	8
2.3	Doping.....	11
2.4	Surface states of GaN.....	17
3	Kelvin probe force microscopy (KPFM)	19
3.1	Atomic force microscopy (AFM)	19
3.2	AFM modes	21
3.3	Kelvin probe technique	26
3.4	KPFM technique	28
3.4.1	The basic principle of KPFM	28
3.4.2	Scanning modes in the Kelvin Probe Force microscopy.....	30
3.4.3	KPFM operational modes.....	31
3.4.3.1	AM-mode KPFM	31
3.4.3.2	FM-mode KPFM	32
3.4.4	Conventional KPFM technique on GaN surface: The power and limitation	33
3.5	Photo-assisted Kelvin probe force microscopy.....	41
4	Surface photovoltage (SPV).....	45
4.1	Band bending at a semiconductor surface	45
4.2	SPV effect	50
4.2.1	Super-bandgap SPV.....	55

4.2.2 Sub-bandgap SPV.....	56
4.3 SPV related Processes.....	57
5 Experimental details.....	61
5.1 Presentation of the KPFM systems used in this research	61
5.1.1 Dual pass KPFM equipment.....	61
5.1.2 Single-pass KPFM equipment.....	64
5.2 KPFM probes.....	66
5.3 Light sources.....	67
5.4 GaN structures/columns used in this work and their Fabrication.....	69
5.4.1 Experimental procedure for transfer of 3D GaN columns onto the host substrate.....	73
6 The current state of SPV of GaN material	75
6.1 SPV of conventional planar GaN.....	75
6.1.1 Model of band bending and SPV behavior in GaN	77
6.1.2 Thermionic model of SPV	77
6.1.3 SPV investigation of n-type and p-type GaN	79
6.1.4 SPV investigation of polar bulk undoped GaN	87
6.2 SPV of 3D GaN structures.....	89
7 SPV behavior of 3D GaN structures	93
7.1 SPV behavior on the c-facet of p- and n-type GaN structures using various wavelength.....	93
7.2 A semi-polar facet of doped GaN structures.....	99
7.2.1 SPV behavior of p-type GaN structures	100
7.2.2 SPV behavior of n-type GaN columns before and after surface treatment	102
7.3 Non-polar m-facet of GaN columns	106
7.3.1 SPV behavior on the differently doped parts of a GaN column.....	106
8 Potential profile of highly Si-doped GaN columns detected by photo-assisted Kelvin probe force microscopy	111
8.1 Topography measurements	111
8.2 Photo-assisted Kelvin probe force microscopy measurements.....	116
9 Summary and future work.....	123
Bibliography.....	127
Appendix A: Procedure for converting power spectrum to photon flux of light sources.....	143
Appendix B: 3D GaN columns on various host substrates.....	145

Appendix C: Determination of the work function of Arrow-EFM tip.....	147
List of Publications and conferences	149