

铝掺杂氧化锌薄膜的扫描电镜形貌观察条件研究

王 琴, 张 科, 胡子阳, 诸跃进*

(宁波大学 理学院, 浙江 宁波 315211)

摘要: 利用日立 SU70 场发射扫描电镜对铝掺杂氧化锌(AZO)透明导电薄膜进行形貌观察. 针对 AZO 薄膜特点, 使用多种测试条件探讨了不同测试条件对薄膜形貌的影响. 通过测试结果对比, 获得了测定薄膜形貌的最佳条件. 结果显示: 加速电压为 5 kV, 工作距离为 10 mm, 探测器为混合探测器(Mix), 电子强度为 high 模式时, 得到的扫描电镜图片最佳.

关键词: 扫描电镜; 形貌; 铝掺杂氧化锌薄膜

中图分类号: O625

文献标志码: A

文章编号: 1001-5132 (2015) 04-0080-04

新型材料的不断提出和使用, 使扫描电子显微镜(Scanning Electronic Microscopy, SEM)测试技术得到了广泛应用^[1]. 扫描电镜是一种大型的精密仪器, 具有制样简单、分辨率高、景深长、立体感强等优点^[2-4]. 根据材料及表征目标的不同, 在使用扫描电镜时, 应该选择不同的测试条件, 对材料进行多种形式的表面观察, 以得到材料表面的真实形貌^[5].

铝掺杂氧化锌(AZO)透明导电薄膜不仅可以在氢离子体环境中具有高的稳定性, 而且能够实现优良光电特性(低电阻率、绒面结构、高透过率)的低温生长, 因此正在逐步成为非晶硅太阳能电池理想透明电极^[6]. AZO 薄膜合适的表面粗糙度(即绒面结构)是保证其良好性能的最重要的因素之一^[7], 因此, 正确地把握 AZO 薄膜的表面粗糙度至关重要. 表征 AZO 薄膜粗糙度的手段较多, 而用扫描电镜观察其形貌粗糙度是一种最直观、简单、有效的表征方法, 由此得到的样品表面形貌能为其他测试手段所得结果提供有力的佐证, 并对样品性能的进一步改进有很强的指导意义.

笔者采用扫描电镜对表面粗糙的 AZO 薄膜的表面进行了观察. 由于 AZO 薄膜表面凹凸不平, 在获得扫描电镜图像时, 往往会出现图像失真, 表现为测出的 AZO 表面粗糙形貌与其他表征手段得

到的测试结果吻合程度不高, 或者与制样者预想的粗糙形貌不一致的情况, 所以需对影响 AZO 薄膜成像的主要因素进行系统分析.

1 实验

表面平整的 AZO 薄膜由珠海凯为电子元器件有限公司提供, 将其在质量浓度为 0.5% 的盐酸中浸泡 50 s, 得到表面粗糙的 AZO 透明导电薄膜.

采用日立(Hitachi) SU70 型场发射扫描电子显微镜观察 AZO 透明导电薄膜的表面形貌, 为明确 AZO 透明导电薄膜的最佳测试条件, 选用二次电子(SE)成像, 分别改变加速电压、工作距离、电子束强度、接收探测器等参数, 对获取图片进行分析.

2 结果与讨论

2.1 工作距离

固定工作电压为 5 kV, 发射电流为 23 μ A, 探测器为混合探测器(Mix), 电流强度为 nomal, 分别设置工作距离(WD)为 6, 8, 10, 12, 15 mm. 如图 1 所示, 随 WD 的增大, 景深逐渐增大, 立体感加强, 更能反映样品表面的粗糙程度, 同时, 分辨率也逐渐减小, 图像变得越来越模糊. 当 WD 在 12 mm 以上时, 图像分辨率明显下降, 信噪比明显降低, 样品表面孔与孔之间的分界线变得越来越模糊. 样

收稿日期: 2015-03-18.

宁波大学学报(理工版)网址: <http://journallg.nbu.edu.cn/>

基金项目: 国家自然科学基金(11374168); 浙江省重中之重学科开放基金(XKZW1512).

第一作者: 王琴(1978-), 女, 湖北天门人, 硕士/实验师, 主要研究方向: 无机非金属材料. E-mail: wangqin@nbu.edu.cn

*通信作者: 诸跃进(1958-), 男, 浙江临安人, 博士/教授, 主要研究方向: 凝聚态物理及纳米材料. E-mail: zhuyuejin@nbu.edu.cn

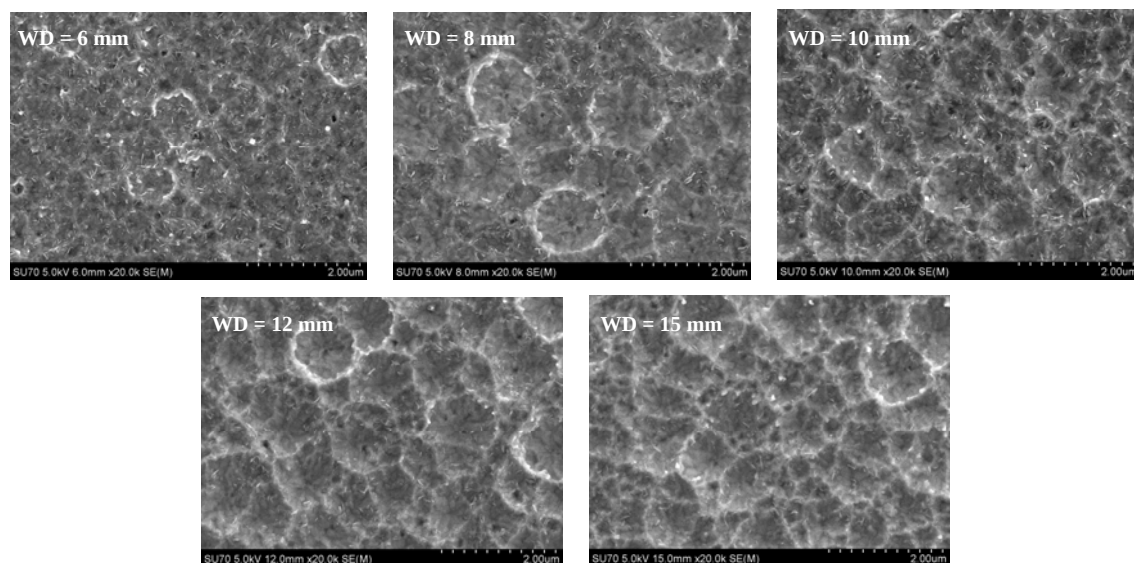


图1 不同WD情况下AZO薄膜的扫描电镜

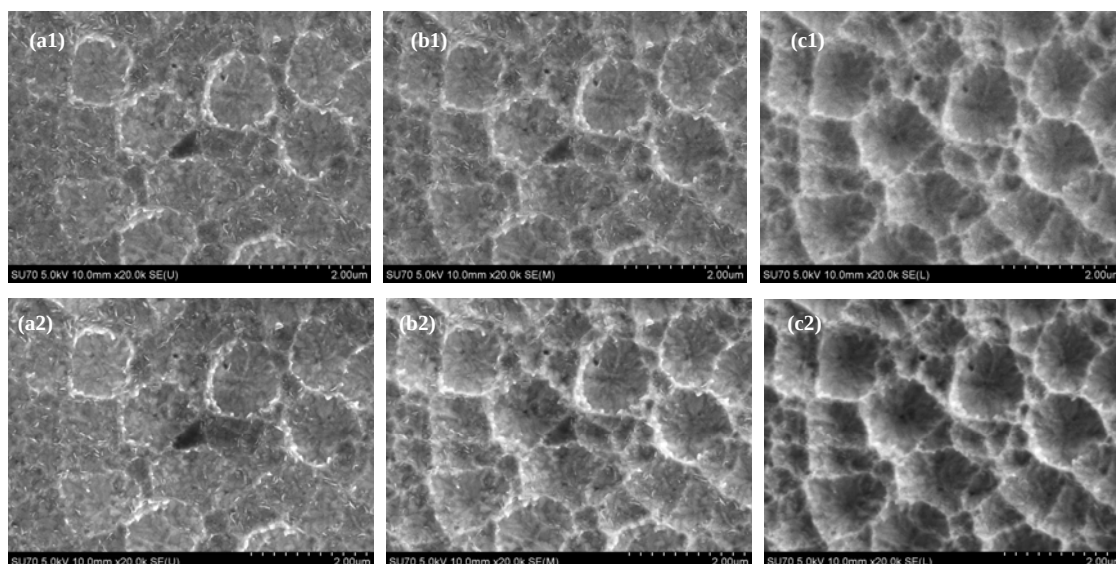


图2 不同接收探测器、发射电流的情况下AZO薄膜的扫描电镜图((a1,b1,c1)电流强度: normal, (a2,b2,c2)电流强度: high); 探测器模式: (a1,a2)上探测器(Upper), (b1,b2)混合探测器(Mix), (c1,c2)下探测器(Lower))

品表面的细节随着WD的增加而逐渐变弱; 当WD在12 mm以上时, 图片上由于腐蚀留下的残渣几乎无法分辨. 从电子束对样品的损伤程度来看, WD在8 mm以上时, 电子束对样品的损伤可以忽略不计. 从图片的分辨率和立体感综合考虑, 我们认为最佳工作距离为10 mm.

景深公式: $D = 2r_0 / \alpha$, 其中, D 为景深, α 为电子束孔径半角, r_0 为相元直径. 由于式中 α 是唯一可调参数, 因此可通过减小光阑孔径或增加物距来减小 α , 从而增大景深^[8]. 实验中, 光阑大

小没有改变, 因此随着物距的增加, 景深会逐渐增加, 图片的立体感也会因此增加. 同时, 随着物距的增加, 电子束与样品表面的相互作用减弱, 激发出的二次电子减少, 因此图像信噪比减弱, 分辨率降低, 电子束对样品的伤害程度也逐渐减弱.

2.2 接收探测器, 发射电流强度

SU70扫描电镜有2个二次电子探测器(以下简称为“探测器”). 上探测器(Upper)安装在物镜上方, 二次电子经过物镜中间的磁场时受洛伦兹力作用, 被上探测器捕获; 下探测器(Lower)安装在

物镜下方,直接捕获二次电子,由于下探测器的位置关系,其对二次电子的捕捉角度较小^[9],同时利用上下2个探测器(简称“混合探测器(Mix)”)捕获到的二次电子信号,可得到上下探测器接收信号的混合图像。

固定工作电压为 5 kV,发射电流为 23 μ A,WD 为 10 mm,改变二次电子接收探测器和电流强度.图 2 为 AZO 薄膜的同区域分别在不同的二次电子接收探测器和电流强度下的扫描电镜.从图 2(a1)可看出,采用上探测器得到的图片立体感较差,很难反映出样品的真实粗糙度.从图 2(b1)和(c1)可以看出,分别使用混合探测器和下探测器之后,立体感逐渐增强,但是随着立体感的增强,图片的清晰度逐渐下降.将电流强度从 normal 调到 high 之后,3 种探测器模式得到的图片边沿效应均增加,立体感增强,上探测器模式和混合探测器模式下,图片的清晰度变化不大;下探测器模式中,图像明显变的清晰.综合考虑图像的清晰度和立体感,我们认为采用混合探测器在电流强度为 high 模式得到的图片与样品表面的真实形貌更加吻合。

相对于上探测器,下探测器对二次电子的捕获角度较小,不同高度和方向的二次电子被下探测器捕获时,会表现出不同的形貌衬度,所以,对表面粗糙的 AZO 薄膜样品而言,下探测器模式能

得到立体感更强的图片^[9]。

二次电子探测器之前有个 200~300 V 的正电压以吸引二次电子,上探测器位置高于物镜,其正电压对一次电子的影响较小,且强激励物镜的像差系数较低,所以用上探测器模式得到的图像分辨率较高.相对于下探测器,上探测器对二次电子的捕获角度更大,捕获的二次电子数更多,因此上探测器的信噪比优于下探测器^[9].基于上述 2 个原因,上探测器模式得到的图片较清晰。

电流强度由 normal 模式变为 high 模式之后,一次电子的发射率增加,探测器收集到的二次电子信号随之增加,边沿效应增强,因此图像的立体感增强.同时,随着二次电子信号的增加,图像信噪比增强,在下探测器模式下,信噪比较差,而 high 模式对图片的信噪比的提高起了一定作用,因此,图 2(c2)跟图 2(c1)相比,在立体感增加的同时,图片的清晰度有了很大程度的提高。

2.3 加速电压

固定工作距离为 10 mm,发射电流为 23 μ A,接收探测器为混合探测器(Mix),电流强度设置为 high 模式,改变加速电压.从图 3 可以看出,随着电压的增加,样品的荷电效应并没有增加,这也说明该 AZO 薄膜具有良好的导电性能,在选择电压时不必考虑该样品的荷电效应.当加速电压为 3 kV

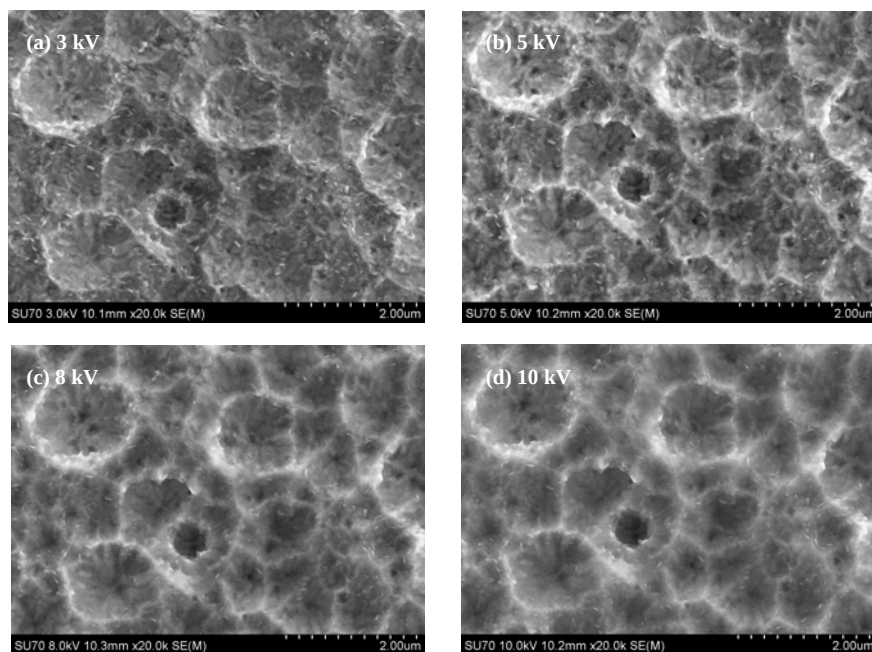


图3 不同加速电压下 AZO 薄膜的扫描电镜

时,样品表面的细节能较清楚地发现立体感好,但图像整体的分辨率较差。随着加速电压的增加,图像分辨率增加,图像更加清晰,但是样品表面细节越来越模糊,立体感减弱。当加速电压在8 kV以上时,立体感下降明显,孔与孔之间的界限变得模糊。综合起来看,当加速电压为5 kV时,图片的整体效果最好。

由于加速电压增加,聚集于样品表面的电子束斑直径减少,从而提高了图像的分辨率。同时,随着加速电压的增加,入射电子能量也随之增加,孔的凹陷部位激发的二次电子同孔边沿相比有所增加,使图像的边沿效应有所减弱,因此,图像的立体感随之减弱^[1]。

3 结论

利用日立(Hitachi) SU70 型场发射扫描电子显微镜对铝掺杂氧化锌(AZO)透明导电薄膜进行了形貌观察,阐述了由于工作距离、接收探测器、电流强度和加速电压的改变导致图像质量改变的原因及在每种情况下的最佳测试条件。结果显示,其他条件不变时,随着物距的增加,图像立体感增加,而分辨率逐渐减小,选择工作距离为10 mm最为适宜。将探测器选为混合探测器(Mix),电流强度选为high模式时,图像兼顾了下探测器模式的强立体感及上探测器模式下的高分辨率。因此,选择混合探测器,电子强度为high模式;随着加速电压

的增加,图像分辨率逐渐增加,立体感减弱,选择加速电压为5 kV时可以同时兼顾到立体感和分辨率。因此,选择加速电压为5 kV,工作距离为10 mm,探测器为混合探测器,电流强度为high模式时,得到的扫描电镜图片最佳。

参考文献:

- [1] 朴玲玉,常怀秋,刘军涛,等. 二氧化硅微球的扫描电镜测长及形貌观察条件[J]. 电子显微学报, 2008, 27(5): 384-389.
- [2] 吴立新,陈方玉. 现代扫描电镜的发展及其在材料科学中的应用[J]. 武钢技术, 2005, 43(6):36-40.
- [3] 王玉平,朱宝龙,陈强. 软粘土扫描电镜和能谱分析试验[J]. 西华大学学报: 自然科学版, 2010, 29(5):63-65.
- [4] 徐柏森,杨静. 实用电镜技术[M]. 南京: 东南大学出版社, 2008:10-11.
- [5] 牟善彬. 扫描电镜在陶瓷材料中的应用[J]. 佛山陶瓷, 2001(9):27-29.
- [6] 高珊,谷景华,张跃. 溶剂热法制备铝掺杂的氧化锌透明导电薄膜[J]. 无机化学学报, 2010, 26(1):55-60.
- [7] 洪瑞江,徐淑华. 掺铝氧化锌薄膜的结构与刻蚀性能[J]. 华南理工大学学报: 自然科学版, 2010, 38(6):151-156.
- [8] 杨健茂,刘晓云,路平,等. 不均匀易损伤静电纺丝样品扫描电镜表征[J]. 实验室研究与探索, 2013, 32(10): 253-255.
- [9] 周莹,王虎,吴伟,等. 二次电子探测器选择对FESEM图像的影响[J]. 实验室研究与探索, 2012, 31(7):246-248.

Study: Conditions for Morphology of Aluminum-doped Zinc Oxide Thin Film by Scanning Electron Microscope

WANG Qin, ZHANG Ke, HU Zi-yang, ZHU Yue-jin*

(Faculty of Science, Ningbo University, Ningbo 315211, China)

Abstract: In this paper, the morphology of transparent conductive aluminum-doped zinc oxide (AZO) thin film is observed using Hitach SU70 Scanning Electron Microscope(SEM). Based upon the characteristics of AZO thin film, the various testing conditions are investigated and the influence of a variety of testing conditions on the morphology of the film is discussed. The results indicate that the accelerating voltage is 5 kV, the work distance is 10mm, the detector is Mix-detector and the electronic strength is set at high mode. Satisfying all the conditions stated afore, the best SEM images will be obtained.

Key words: scanning electron microscope; morphology; aluminum-doped zinc oxide thin film

(责任编辑 章践立)