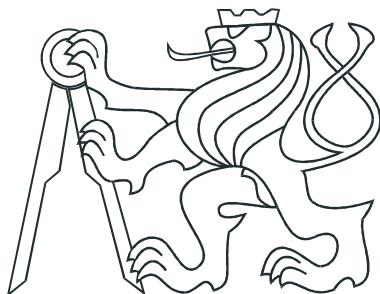


ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE
FAKULTA ELEKTROTECHNICKÁ



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Modelování a řízení lokální krystalizace tenkých
vrstev křemíku pomocí hrotové sondy AFM

Praha, 2007

Autor: Pavel Krejza

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem svou bakalářskou práci vypracoval samostatně a použil jsem pouze podklady (literaturu, projekty, SW atd.) uvedené v přiloženém seznamu.

V Praze dne _____

_____ podpis

Abstrakt

Předmětem této práce je řízená lokální nanokrystalizace amorfního křemíku. Je zde stručně popsána funkce mikroskopu atomárních sil, fyzikální problematika krystalizace na tenkých vrstvách, též je zde uvedeno několik příkladů budoucího využití křemíkových nanokrystalů. Následuje popis zapojení AFM se vzorkem při experimentu, využití možnosti přikládat napětí na hrot a měřit velmi malé proudy pomocí speciálního modulu. Experiment je identifikován jako dynamický systém, jenž je potřeba řídit. K tomuto účelu je vyvíjen počítačový program. Pro účely softwarového řízení je použita diskrétní PID regulace. Hlubší zkoumání problematiky nakonec ukazuje na nutnost jiné formy řízení, jež je také popsána v práci. Na závěr je práce doplněna snímky z AFM.

Abstract

The subject of this thesis is the controlled spatially localized nanocrystallization of amorphous silicon films. The function of a microscope of atomic forces is briefly described as well as physical mechanisms of crystallization of thin films. Also several visions of possible future use of silicon nanocrystals are introduced. Followed by the description of AFM and sample linkage during the experiment, an application of voltage on the probe and measuring its extremely low currents by special module attached to AFM. The experiment is identified as a dynamical system to control. For purposes of the control a computer program is developed. A discrete PID regulation is designed. When the control problematic is better understood it eventually appears to be necessary to design an other form of the control which is also mentioned in the thesis. At last there are several results from AFM displayed.

Poděkování

Chtěl bych poděkovat především mému vedoucímu na Fyzikálním ústavu Akademie věd ČR.

RNDr. Bohuslavu Rezkovi, PhD.

a jeho kolegům:

Ing. Emili Šípkovi
RNDr. Antonínu Fejfarovi, CSc.

a v neposlední řadě také vedoucímu bakalářské práce na Katedře řídicí techniky

Ing. Zdeňku Hurákovi, PhD.

Obsah

| | |
|---|-----------|
| Abstrakt | i |
| Poděkování | ii |
| 1 Úvod | 1 |
| 1.1 Předmluva | 1 |
| 1.2 Fyzikální problematika | 1 |
| 1.2.1 Fyzikální popis studovaného experimentu | 1 |
| 1.2.2 Single Electron Transistor (SET) | 1 |
| 1.2.3 Optické vlastnosti - luminiscence | 2 |
| 1.3 Popis experimentu | 2 |
| 1.3.1 Princip funkce AFM | 3 |
| 1.3.2 Konkrétní zapojení AFM při experimentu | 3 |
| 1.4 Zadání práce | 4 |
| 2 Identifikace systému | 6 |
| 2.1 Popis mechanismů chování reálného systému | 6 |
| 2.2 Zjednodušení modelu | 6 |
| 2.3 Matematický model | 7 |
| 2.4 Simulinkové schéma | 8 |
| 2.4.1 Linearizovaný model | 8 |
| 2.4.2 Nelineární model | 9 |
| 3 Návrh regulátoru | 11 |
| 3.1 Požadavky regulace | 11 |
| 3.2 Spojitá regulace | 11 |
| 3.3 Diskrétní regulátor | 12 |
| 3.4 Srovnání simulace s fyzikálním modelem | 13 |
| 3.5 Přepínaná regulace | 14 |
| 4 Problematika reálného systému vzorku a hrotu | 17 |
| 4.1 Chování reálného systému | 17 |
| 4.2 Zanedbané parametry | 17 |
| 4.3 Současný stav řešení | 18 |
| 5 Řízení počítačem a vývoj programu | 19 |
| 5.1 Požadavky na funkčnost | 19 |
| 5.2 Vývoj programu | 20 |
| 5.3 Algoritmus v pseudokódu | 20 |
| 5.4 Ukázka programu | 22 |
| 6 Závěr | 23 |
| 6.1 Co se podařilo | 23 |
| 6.2 Budoucnost projektu | 23 |
| Seznam použitých přístrojů | 27 |
| Reference | 28 |

1 Úvod

1.1 Předmluva

Jak již napovídá název této práce, téma jsem nezpracovával na půdě fakulty, ale na Fyzikálním ústavu Akademie věd ČR, na oddělení tenkých vrstev. K této příležitosti jsem se dostal takřka náhodou, kdy mi Prof. Vladimír Král z VŠCHT vyprávěl o možnostech stáží na AV ČR nebo jiných pracovištích, kde se dělají zajímavé projekty, mnohdy i finančně ohodnocené a kde bych si svoji bakalářkou práci mohl bez potíží napsat. Později mi doporučil právě Fyzikální ústav a dal mi kontakty na vedoucího oddělení tenkých vrstev, kde právě hledali někoho na pomoc s experimentem.

Osobně mám k fyzice vztah spíše na populární úrovni než na teoretické, takže bylo třeba najít pro mě takový úkol, který by byl svázán s řízením a optimalizací experimentu s tím, že zkoumání fyzikálních jevů bych přenechal povolanějšímu. Úkol, který mi byl svěřen a ze kterého jsem udělal téma této bakalářské práce, velmi dobře moje požadavky reflekтуje, a proto jsem s účastí na projektu souhlasil.

1.2 Fyzikální problematika

1.2.1 Fyzikální popis studovaného experimentu

Krystallizace tenkých vrstev amorfního křemíku je již tradičně studována jako alternativní metoda výroby mnoha elektronických součástí. Například plochých LCD displejů a solárních článků. Nyní se produkce křemíkových nanokrystalů stává stále důležitější v oblastech naoelektroniky, optoelektroniky a také v biologických aplikacích.

Krystallizace křemíku v makroskopických měřítkách je již velmi dobře pochopena. Má se za to, že hlavním inicátorem je přijatá energie ve formě tepla, dále určitou roli hraje přítomnost elektrického pole a silicidová krystalizační jádra.^[7]

V této aplikaci se zabýváme polem urychlenou, kovem indukovanou krystallizací v pevné fázi (FE-MISPC – Field- Enhanced Metal-Induced Solid Phase Crystallization), a to při pokojové teplotě. [7] Ostatní metody využívají obvykle teploty vyšší než 100°C. Cílem je vytvořit mikroskopické krystalické oblasti v předem definovaných pozicích na matrici tenké vrstvy amorfního křemíku (a-Si:H).

Předkládám dvě vize praktického využití křemíkových nanokrystalů.

1.2.2 Single Electron Transistor (SET)

Praktické využití zvládnutí technologie výroby nanokrystalického křemíku (nc-Si) popisuje článek z časopisu "Journal of Applied Physics" [9]. Vývoj materiálů jako nanokrystalický křemík (nc-Si), sestávají z krystalických křemíkových zrníček menších než 10 nm, zvyšuje možnosti dramatického zvýšení funkčnosti křemíkových čipů. V tak malých rozměrech se totiž uplatňují kvantové jevy, jako je např. tunelování přes energetické bariéry. Zrna kvant křemíků se přirozeně formují a pokrývají celou plochu nc-Si tenké vrstvy. Pokročilé kvantové a jedno-elektronové zařízení mohou být vyrobeny na těchto vrstvách bez použití nanolithografie, což je dnešní způsob výroby integrovaných čipů.

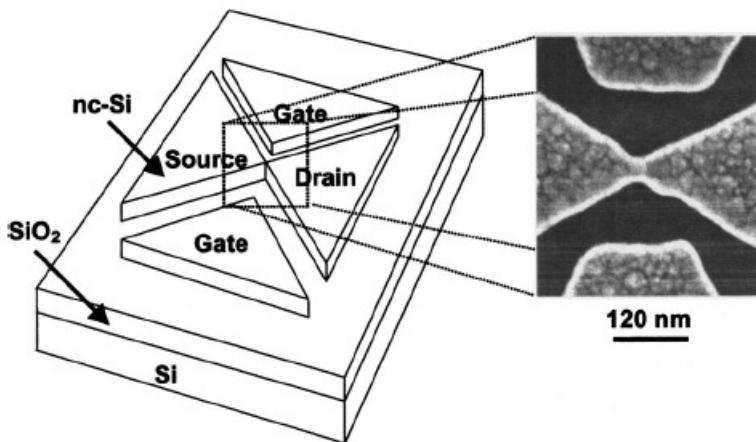
Velmi zajímavým se později ukázal vývoj SET (single-electron transistor) tranzistorů. (obr. 1) V tomto zařízení je použit efekt nabíjení jedním elektronem pro přesné řízení nabíjení jednotlivých elektronů na vodivém ostrůvku. Elektrony se pohybují source-drain

kanálem tunelováním skrz potenciálovou bariéru. Nabíjení ostrůvku jedním elektronem může být řízeno gate elektrodou.

Výhody SET jsou velmi nízká spotřeba energie, větší odolnost proti tepelné fluktuaci, s čímž je spojená velmi vysoká škálovatelnost ve srovnání s konvenčními CMOS transistory v integrovaných obvodech s vysokou hustotou transistorů (LSI). Praktická aplikace SETů do LSI systémů je podmíněna funkčností při pokojové teplotě a kompatibilitou s křemíkovým procesem výroby.

1.2.3 Optické vlastnosti - luminiscence

Dalším zajímavým využitím nanokrystalického křemíku se zabývají vědci při mezinárodní spolupráci, viz článek "Journal of Luminiscence" [6]. Konkrétně jde o vytvoření účinného elektricky řízeného laseru na bázi křemíku. Dva důležité kroky ke zvládnutí technologie jsou zesílení světla v materiálu založeném na křemíku současně s pozitivní optickou zpětnou vazbou. Tento efekt lze pozorovat pouze pokud budou nanokrystalky Si dostatečně malé, aby v nich převážily kvantové jevy způsobující luminescenci. Stejně jako v případě SET, tyto "nanosvítily" najdou uplatnění v integrovaných čipech.



Obrázek 1: Schématický diagram a obrázek ze scanovacího elektronového mikroskopu. Kanál je 20 nm široký a 20 nm dlouhý. Mezera mezi gate a kanálem je 120 nm. Převzato z [9]

1.3 Popis experimentu

Vrstva a-Si:H je nanesena metodou plasma-enhanced CVD s tloušťkou 40-400 nm na skelném substrátu Corning 7059, který je pokryt 100 nm tenkou vrstvou niklu. Nízká teplota substrátu (50°C) a vysoké ředění SiH_4 heliem při depozici, dává vzniknout vysokému obsahu vodíku ve vrstvách.

V našich experimentech se pokoušíme o miniaturizaci FE-MISPC procesu, a to tak že elektrické pole přikládáme hrotom mikroskopu atomárních sil (AFM) [8]. Proces je řízen konstantním proudem hodnot 50-500 pA. Množství energie (1-100 nJ) dodané tenké a-Si:H vrstvě konstantním proudem je řízeno jako funkce času. V prováděných experimentech charakterizujeme dynamiku procesu lokální krystalizace, jeho počáteční prahové hodnoty, výsledné změny lokální mikrostruktury, elektrické a materiálové vlastnosti. V závislosti na množství energie a okamžitém výkonu, lze rozlišit dvě fáze FE-MISCP:

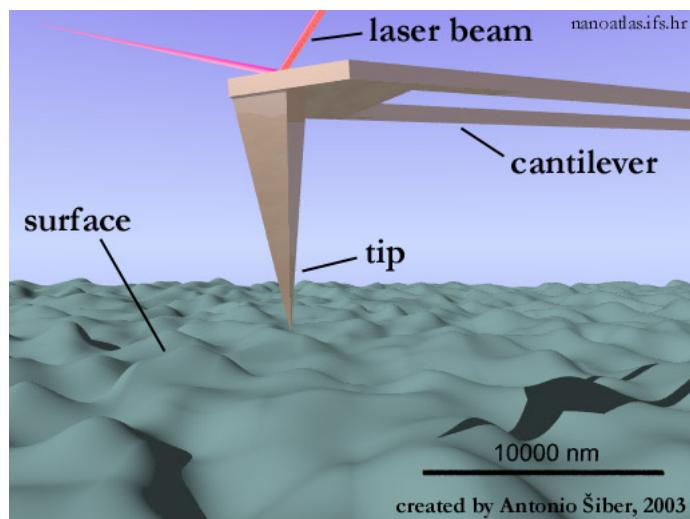
- pomalý (> 1 s) ohřev vytvoří mělké prohlubně, nedochází však ke krystalizaci
- rychlý (> 100 ms) ohřev způsobí růst krystalu díky elektrickému probití skrz vrstvu

Krystalické oblasti ve 2. fázi mají různý tvar a velikost v závislosti na podmínkách experimentu. Typicky jsou menší než $1\mu\text{m}$. Mikroskopická Ramanova spektroskopie ukazuje ostrou krystalickou křemíkovou špičku, což indikuje vysoce uspořádanou krystalickou strukturu. Model popisující mikroskopický mechanismus FE-MISPC je zatím předmětem výzkumu. [3]

1.3.1 Princip funkce AFM

Mikroskop atomárních sil – AFM (Atomic Force Microscope). Zařízení skenuje povrch materiálu pomocí hrotu zavěšeného na pružném výkyvném raménku (obr. 2). Hrot je přitahován elektrostatickými a van der Waalsovými silami. Výkyvy raménka nad povrchem jsou sledovány laserem. AFM mikroskop není omezen na vodivé materiály jako STM (Scanning tunelling microscope). AFM mikroskop byl vynalezen v roce 1986 G. Binnigem, C. Quatem a C. Gerberem. [2]

Elektrostatické síly jsou způsobeny silným odpuzováním vlivem překryvu elektronových hustot hrotu a vzorku a jsou krátkodosahové. Van der Waalsovy síly jsou přitažlivé s delším dosahem. Výkyvy laseru jsou sledovány fotodiódou, rozdely těchto výkyv při pohybu hrotu nad vzorkem jsou zaznamenán a je z nich poté rekonstruován topologický obraz vzorku. AFM nevyžaduje prostředí velmi vysokého vakua a může být použito na zobrazení biologických vzorků. Další využitím je přenos atomů na vzorku, tzv. nanomanipulace.[5]

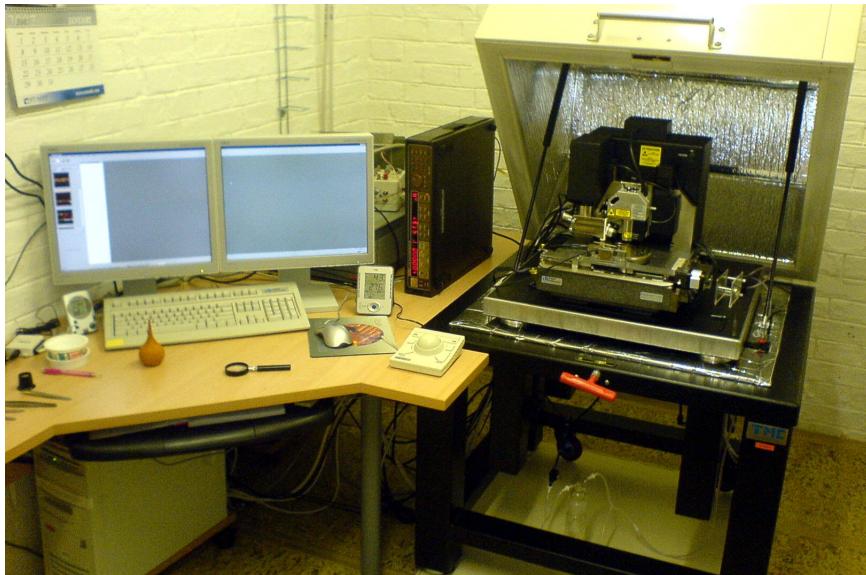


Obrázek 2: Idealizovaný obraz raménka AFM s ostrým hrotom nad povrchem vzorku s laserovým paprskem pro detekci odrazů. Autor: Antonio Šiber, 2003, viz [5]

1.3.2 Konkrétní zapojení AFM při experimentu

Proud, který zapříčinuje lokální nanokrystalizaci křemíku (řádově $I_{konst} = 50 - 500\text{pA}$), je zdrojován source-measure jednotkou K237 (viz 6.2). Jako elektrody slouží niklový podklad (záporná polarita) a druhá elektroda je uzemněna, přes zem se uzavírá okruh také v pikoampérmetru TUNA jak je naznačeno na obr. 4. Zachování této polarity je pro funkci nezbytné pro vytváření iontů a silicidů (SiNi), v opačném případě by jev neproběhl.

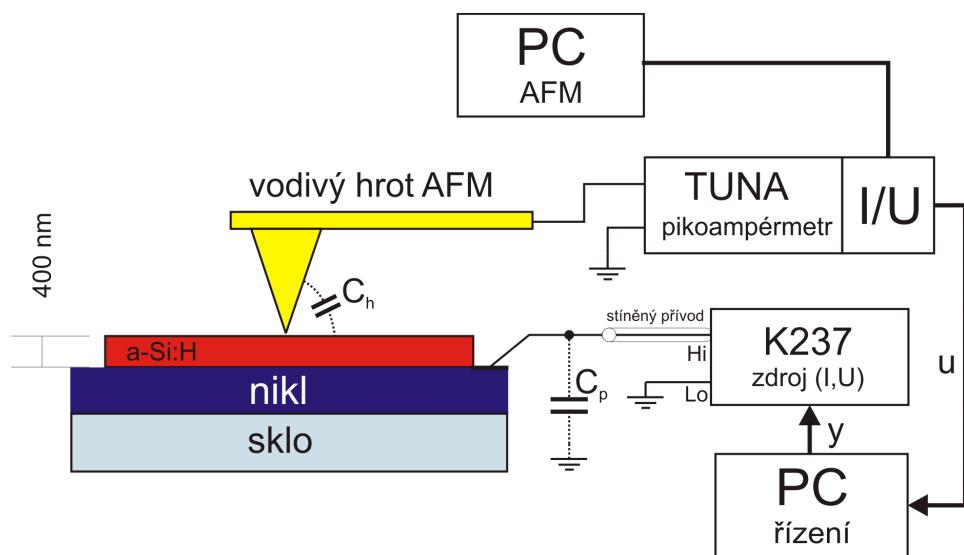
K AFM mikroskopu je připojen modul TUNA, což je velmi citlivý ampérmetr (citlivost až jednotky fA). Ten měří proud protékající hrotom, v našem případě také proud vzorkem a-Si:H. Jednotka K237 zároveň měří napětí, jež přikládá při režimu konst. proudu. Komunikace s řídícím počítačem probíhá přes rozhraní GPIB. Blokové schéma viz obr. 4 a fotografie zařízení pro ilustraci viz obr. 3.



Obrázek 3: AFM mikroskop s obslužným PC, uprostřed source-measure jednotka Keithley 237.

1.4 Zadání práce

Mým úkolem bylo pomoci při řízení lokální nanokrystalizace v tenké vrstvě amorfního křemíku generované průchodem elektrického proudu. Náplní práce bylo vyvinout speciální program pro kontrolované spouštění řízení a zaznamenávání experimentů a vytvořit model popisující reálný systém. Dále pak navrhnout regulátor, který by proces stabilizoval a optimalizoval.



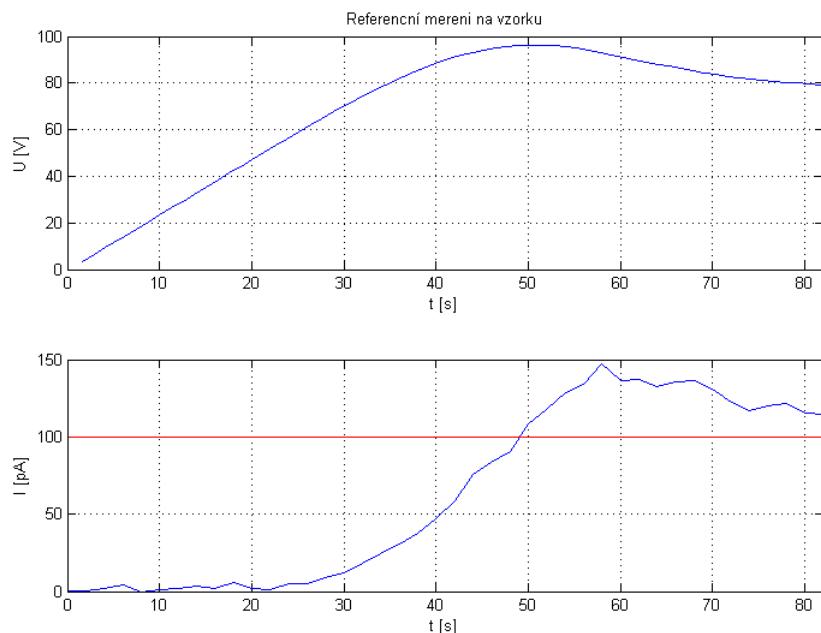
Obrázek 4: Blokové schéma zapojení experimentu (pohled na vzorek s hrotom a měřící přístroje) s vyznačeným triaxovým stíněním a parazitními kapacitami

2 Identifikace systému

2.1 Popis mechanismů chování reálného systému

Pro vytvoření základního modelu, který by alespoň částečně approximoval dynamiku systému, jsem byl nucen zanedbat následující okolnosti.

Samotný proces nanokrystalizace je ve fázi experimentování velmi nestabilní jev, jenž je obtížné reprodukovat se stejnými výsledky. To vyplývá z příliš mnoha působících vlivů na chování systému. Nejvíce záleží na kvalitě kontaktu hrotu s povrchem materiálu. Dále je také nutné počítat s určitou nestabilitou hrotu, jehož vlastnosti se mění při každém použití, neboť se skenováním obrousuje.



Obrázek 5: Referenční měření na systému

Při vytváření modelu jsem použil referenční měření (obr. 5). Základní představa o pozorovaných fyzikálních dějích je následující:

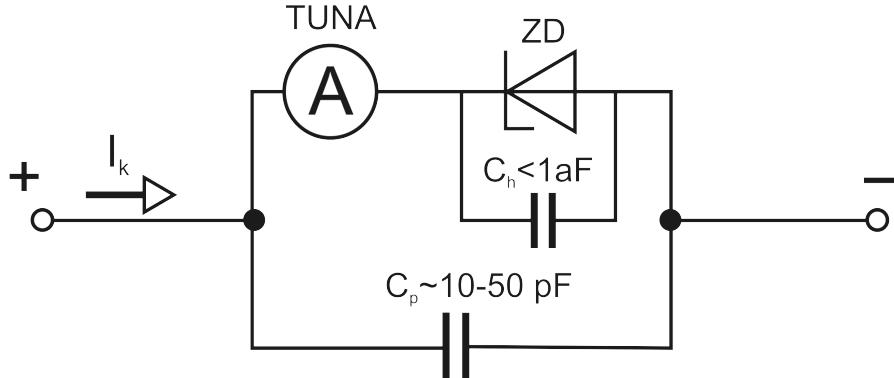
Nejprve se nabíjejí parazitní kapacity - lineární průběh napětí. Při dosažení kritického napětí dochází ke zvodivění vzorku. Napětí poklesne a proud se ustálí na požadované hodnotě. Krystalizace křemíku je způsobena ohřevem materiálu v místě průchodu elektrického proudu. Cílem je tedy dosáhnout konstantního výkonu po definovanou dobu. Příkládá se konstantní proud (na obr. 5 byl přiložen $i_{konst} = 100pA$). Více o vlivech, které jsem zanedbal viz kap. 4.

2.2 Zjednodušení modelu

Systém lze v prvním přiblížení popsat následujícím modelem (obr. 6). Hlavní kapacita C_p , jež se uplatňuje navenek, je parazitní kapacitou přívodních vodičů, tedy té části, jež není kompenzovaná triaxovým kabelem.

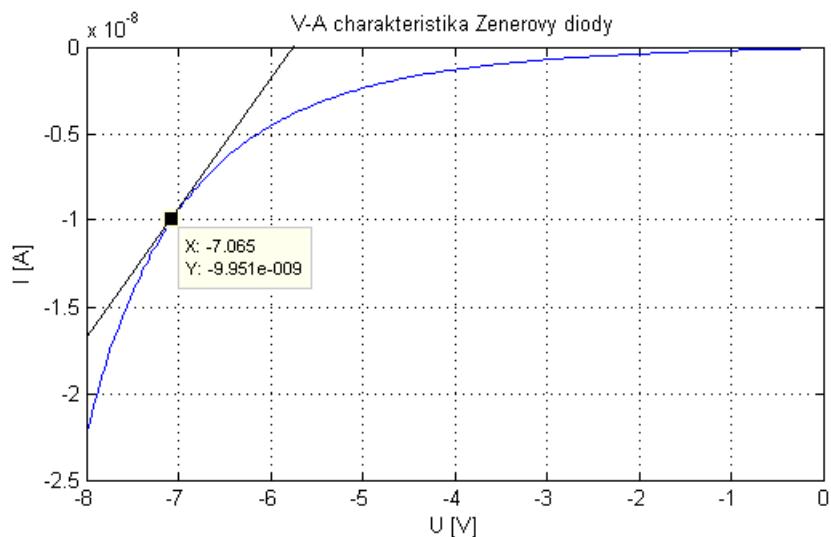
Systém vzorku a kapacit se nechová zcela přesně jako Zenerova dioda, ta ale dobře

aproxi muje nelinearitu vodivosti vzorku, p řestože skutečné chování je mnohem složitější a závisí na mnoha dalších a často neovlivnitelných parametrech (viz kap. 4)



Obrázek 6: Náhradní schéma systému (obr. 4), který zobrazuje pouze elektrický obvod. Hrotový kontakt sondy spolu se vzorkem je nahrazen Zenerovou diodou.

Pro snaží vyjádření matematických rovnic jsem model se Zenerovou diodou zjednodušil linearizací v pracovním bodě (obr. 7).



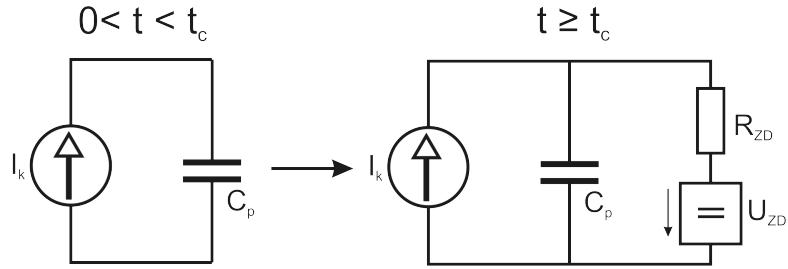
Obrázek 7: V-A charakteristika Zenerovy diody. Porovnává reálnou diodu s naší lineární approximací konstantou a lineární funkcí..

Hodnoty náhradních součástek vyplývají z obr. 7. Pracovní bod volím $I_0 = -10\text{nA} \rightarrow U_0 = -5.7\text{V}$, odpor R_{ZD} se spočte následujícím způsobem:

$$R_{ZD} = \frac{U_0 - U_{ZD}}{I_0} = \frac{7,08 - 5,7}{10 \cdot 10^{-9}} = 138\text{M}\Omega$$

2.3 Matematický model

Když Zenerovu diodu linearizujeme, musíme systém rozdělit na dvě části, každá s jiným matematickým vyjádřením:



Obrázek 8: Linearizovaný model systému bez Zenerovy diody. Dělí se na dvě části, levá odpovídá začátku experimentu ještě před otevřením ZD, tzn. dosažením U_{ZD} , pravá část už nahrazuje vodivostní fázi vzorku (otevřenou ZD)

- Pokud $U_C < U_{ZD}$ pak platí model (obr. 8 levá část) s mat. vyjádřením (1)
- Pokud $U_C \geq U_{ZD}$ pak platí model (obr. 8 pravá část) s mat. vyjádřením (2)

Při $t \geq 0 \wedge t < t_1$, kde t_1 je čas otevření zenerovy diody platí:

$$\begin{aligned} u_C(t) &= \frac{1}{C} \int_0^\tau I dt \\ \dot{u}_C(t) &= \frac{1}{C} i(t) \\ i_{vz} &= 0 \end{aligned} \tag{1}$$

Při $t > t_1$, se z. dioda otevírá a platí vztahy:

$$\begin{aligned} u_C(t) &= \frac{1}{C} \int_{\tau_1}^{\tau_2} i_C(t) dt \\ i_{vz}(t) &= \frac{u_R(t)}{R} = \frac{u_C(t) - U_{ZD}}{R} \end{aligned} \tag{2}$$

Zvolíme si jednu stavovou proměnnou, a to u_C a dosadíme do stavového popisu. Výstupní proměnná, která nás zajímá je i_{vz} , ta není stavovou, ale je možné ji vyjádřit pomocí u_C .

$$\begin{aligned} \dot{\mathbf{u}}_C &= \left[-\frac{1}{RC} \right] \mathbf{u}_C + \left[\frac{1}{C} \right] \mathbf{I} + \left\{ \frac{U_{ZD}}{RC} \right\} \leftarrow konst \\ \mathbf{i}_{vz} &= \left[\frac{1}{R} \right] \mathbf{u}_C - \left\{ \frac{U_{ZD}}{R} \right\} \leftarrow konst \end{aligned} \tag{3}$$

2.4 Simulinkové schéma

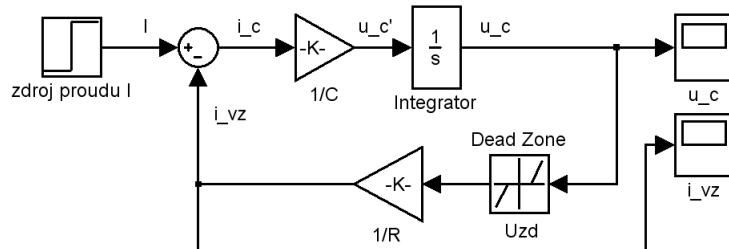
2.4.1 Linearizovaný model

Matematický model můžeme vyjádřit jako signálové schéma v Simulinku (obr. 9). Nelineárnu tvořenou rozdělením modelu na dvě části vyjádříme blokem "dead zone", který

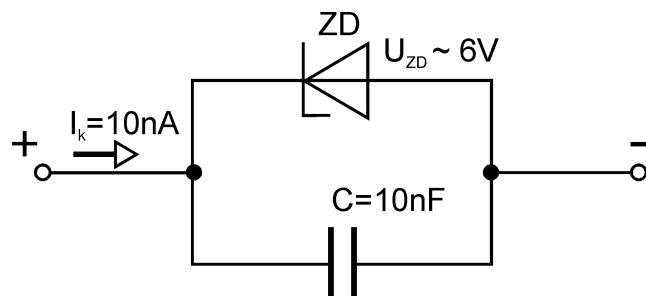
nastavíme na $U_{ZD} = 5.8V$. Dokud tedy bude napětí u_C nižší, než je tato prahová hodnota, na výstupu bloku bude nula a tedy větev jako by byla rozpojena (viz 1. část). Ve chvíli, kdy přeroste u_C danou mez, na výstupu mrtvé zóny se objeví $U_C - U_{ZD}$, z něhož se pak přes blok $\frac{1}{R}$ počítá přímo výstupní signál i_{vz} , který vstupuje do součtu podle rovnice (2). Jako pracovní bod budeme uvažovat $I = 10nA$ a nebudeme se uchylovat k rozdílům o více než 10% od této hodnoty z důvodu velké nonlinearity. Hodnota $C_p = 10nA$. Obě tyto hodnoty byly naškálovány, aby se dal model sestavit z reálných součástek, u reálného vzorku s AFM, jsou řádově 100x nižší a napětí 10x větší. Při výběru těchto hodnot bylo upřednostněno zachování stejných časových konstant.

2.4.2 Nelineární model

Předchozí zjednodušení na linearizovaný model je vhodné pro matematický stavový popis, nicméně v Simulinku existuje možnost pracovat s nelineární součástkou tak, že její vstupně-výstupní charakteristiku (tedy V-A char.), importují do bloku "look-up table". Elektrotechnické schéma modelu (obr. 10) a simulinkové schéma je na obr. 11.

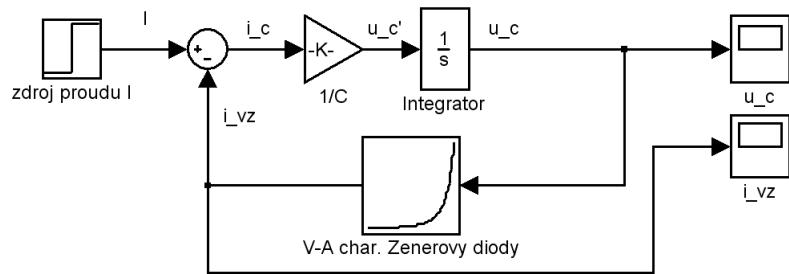


Obrázek 9: Signálové schéma zapojení náhradního modelu v prostředí Simulink

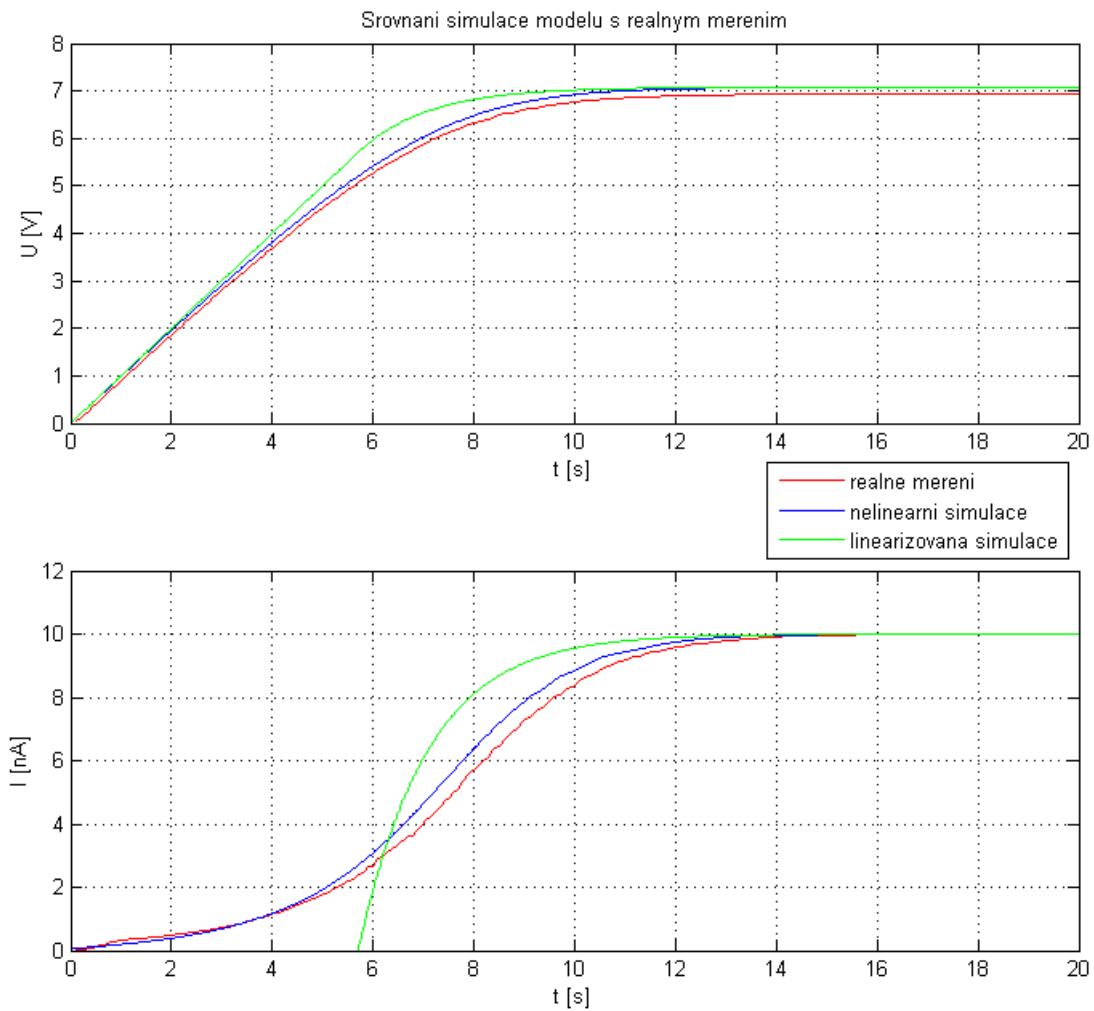


Obrázek 10: Schéma nelineárního fyzického modelu, na kterém se prováděly experimenty.

Na závěr této kapitoly uvádí graf, jenž přináší srovnání odsimulovaných průběhů jednak linearizovaného a nelineárního modelu a jednak skutečně změřených průběhů proudu a napětí na reálném modelu (obr. 12).



Obrázek 11: Signálové schéma nelineárního modelu v prostředí Simulink



Obrázek 12: Srovnání průběhů napětí a proudů na simulovaných modelech s reálným měřením. Proud zdroje $I = 10\text{nA}$.

3 Návrh regulátoru

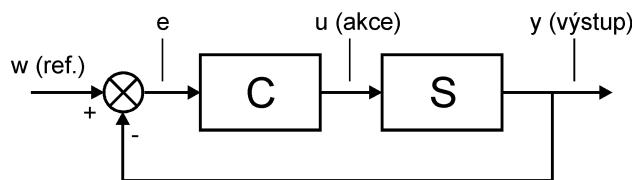
3.1 Požadavky regulace

Když nyní máme matematicky definovaný model systému, je potřeba navrhnout regulátor, který bude dosahovat nejlepších výsledků podle následujících požadavků:

- Co nejkratší doba náběhu, aby se dobře definoval okamžik spuštění proudové expozice ve vzorku a následně výpočet energetické dávky.
- Krátká doba ustálení.
- Překmit menší než 20%
- Ustálená odchylka $e(\infty) < 5\%$

Z regulace plynou i některé limity. Jedná se o omezení akčního zásahu na $I \leq \pm 100mA$ a pak vzorkovací perioda $t_{vz} = 0.12s$ (více v kap. 5). Časové konstanty systému jsou řádově jednotky sekund, to znamená, že dosažená t_{vz} je na hranici nutnosti navrhovat diskrétní regulátor. Proto jsem navrhl obě varianty, tedy spojitý i diskrétní regulátor.

Obecné schéma zpětnovazební regulace (obr. 13) spolu s formálním značením všech signálů je popsáno v knize Feedback Control of Dynamic Systems [4].



Obrázek 13: Obecné schéma zpětnovazební regulace.

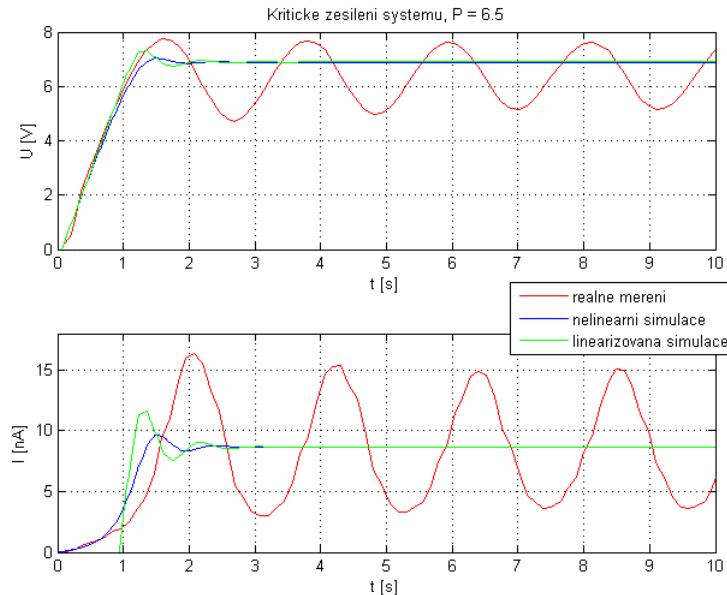
3.2 Spojitá regulace

V tomto bodě předesílám, že spojitá regulace se týká pouze simulací. Pokud o mluvím o spojité regulaci v souvislosti s reálným počítačovým řízením, pak se jedná o algoritmizovanou formu regulátoru (viz (6)).

Při návrhu spojitého regulátoru jsem vycházel z požadavku nulové ustálené odchylky. Systém nemá astatismus, což znamená, že při použití pouhého P regulátoru by reference dosaženo nebylo při jakémkoliv zesílení. Pro P regulátor platí vztah $e(\infty) = \frac{1}{1+K}$. Navíc je nutné respektovat kritické zesílení K_c , kdy je regulovaný systém na hranici stability (obr. 14). Z grafu lze vyčíst také kritickou periodu kmitů $t_c = 2.13s$. Z grafu je patrná ještě jedna vlastnost. Přestože systém a model poměrně dobře korelují viz obr. 12, už při jednoduché P regulaci se zásadně liší. Reálný systém je méně stabilní, kritické zesílení u nel. modelu je až $K_c = 18$. Také lze pozorovat, že i časové konstanty u reálného modelu jsou vyšší.

Tyto odlišnosti mě vedly k zavedení dopravního zpoždění (blok "Transport Delay") do regulačního modelu v Simulinku, aby model lépe reflektoval skutečný systém - dopravní zpoždění je způsobeno přenosem přes GPIB a dobou potřebnou k změření jednoho vzorku proudu (obr. 15).

Metodou Ziegler-Nicholse jsem provedl počáteční odhad konstanty a dále jsem je empiricky ručně odladil.



Obrázek 14: Kritické zesílení systému při $P = 6.5$ porovnání s modely simulované se stejným P regulátorem.

Nejlepší PI regulátor, navržený pro simulinkový model, má konstanty $P = 3$ a $I = 0.5$. Jeho přenos je (4):

$$C_{PI}(s) = \frac{Ps + I}{s} = \frac{3s + 0.5}{s} \quad (4)$$

Nejlepší simulovaný PID: $P = 5$, $I = 0.8$, $D = 0.2$ a $N = 5$, s přenosem (5)

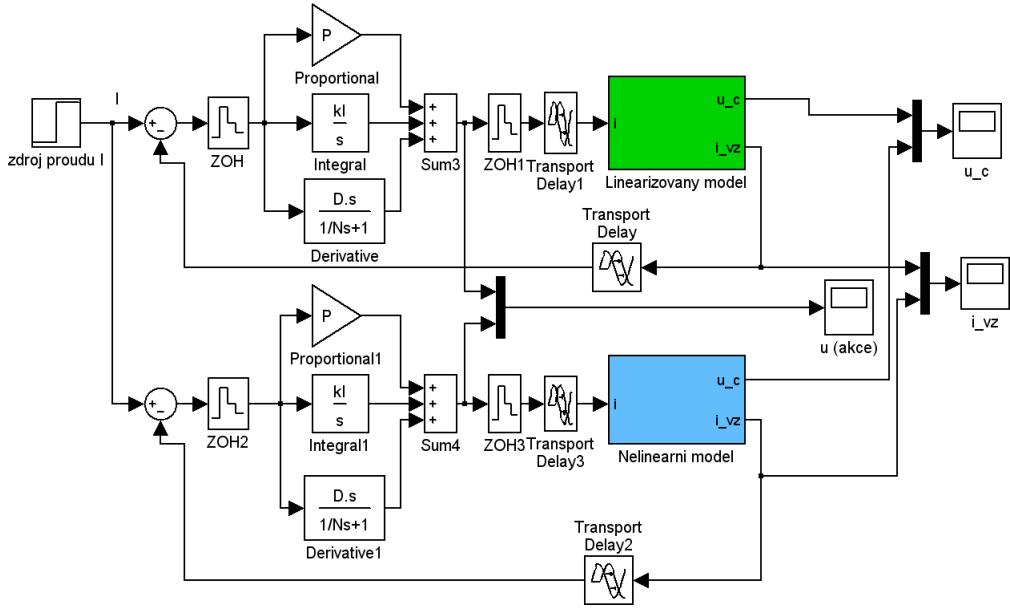
$$C_{PIDn}(s) = \frac{(P + DN)s^2 + (PN + I)s + IN}{s(s + N)} = \frac{(6)s^2 + (25.8)s + 4}{s(s + 5)} \quad (5)$$

Algoritmický předpis pro PID regulaci (6) je uveden [1]:

$$\begin{aligned} y(t) &= P \cdot e(t) + I \cdot \int_0^t e(\tau) d\tau + D \cdot \frac{de}{dt} \\ y_k &= P \cdot e_k + I \cdot \sum_{i=0}^{i=k} e_i \tau_i + D \frac{e_k}{\tau_k} \end{aligned} \quad (6)$$

3.3 Diskrétní regulátor

Převedením spojitého regulátoru na diskrétní najdeme takové konstanty, které budou přizpůsobené vzorkovací frekvenci. Rozhodl jsem se pro diskretizaci PI regulátoru (4). V Matlabu jsem převedl přenos spojitého regulátoru na diskrétní pomocí funkce $c2d(PI, T, zoh')$. Funkce



Obrázek 15: Simulinkové schéma spojité regulace.

vrátí diskrétní podobu (7) původně spojitého PI regulátoru, kde $P = 3, I = 0.5, T_{vz} = 0.13s$:

$$C_{PI}(z) = \frac{3z - 2.935}{z - 1} \quad (7)$$

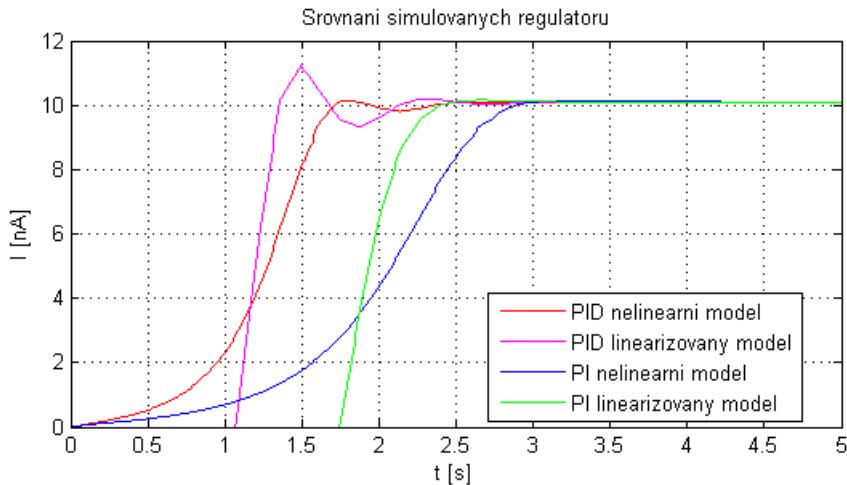
Vyjádřením rovnicí (8) se vstupem $U(z)$ a výstupem $Y(z)$ a následnou zpětnou z-transformací dostaneme rovnici v příruškovém tvaru, která přímo definuje algoritmus pro regulátor, kde vstupem je regulační odchylka a výstup je zároveň vstupem do řízeného systému.

$$\begin{aligned} C_{PI}(z) &= \frac{3z - 2.935}{z - 1} = \frac{Y(z)}{U(z)} \\ 3z \cdot U(z) - 2.935 \cdot U(z) &= (z - 1)Y(z) \\ y(k + 1) &= y(k) + 3 \cdot u(k + 1) - 2.935 \cdot u(k) \end{aligned} \quad (8)$$

3.4 Srovnání simulace s fyzikálním modelem

Na obr. 16 vidíme simulaci dvou nejlepších spojitých regulátorů testovanou na jak ne-lineárním tak i linearizovaném modelu. Pro aplikaci na fyzikálním modelu se ale příliš nehodí vzhledem k velkému zesílení způsobujícím nestabilitu. Na obr. 17 vidíme chování regulátorů v realitě. Zde je patrné, že v Simulinku navržený diskrétní PI regulátor dosahuje horsích výsledků než regulátory naladěné ručně, podle metody Ziegler-Nichols, přímo na reálném modelu. Parametry regulace ukazuje následující tabulka:

| typ regulátoru | konstanty | | | výsledky | | | |
|-------------------|-----------|------|-----|----------|----------|-----------------|------------|
| | P | I | D | $t_r[s]$ | $t_s[s]$ | $e(\infty)[\%]$ | prekmit[%] |
| P | 4 | 0 | 0 | 1.52 | 8.5 | 20 | 5 |
| PI(diskrétní) | 3 | 0.5 | 0 | 1.56 | 9.5 | 1 | 36 |
| PI(ručně laděný) | 2 | 0.38 | 0 | 2.06 | 7.9 | 2 | 21 |
| PID(ručně laděný) | 2 | 0.38 | 0.3 | 2.17 | 5.6 | 2 | 10 |



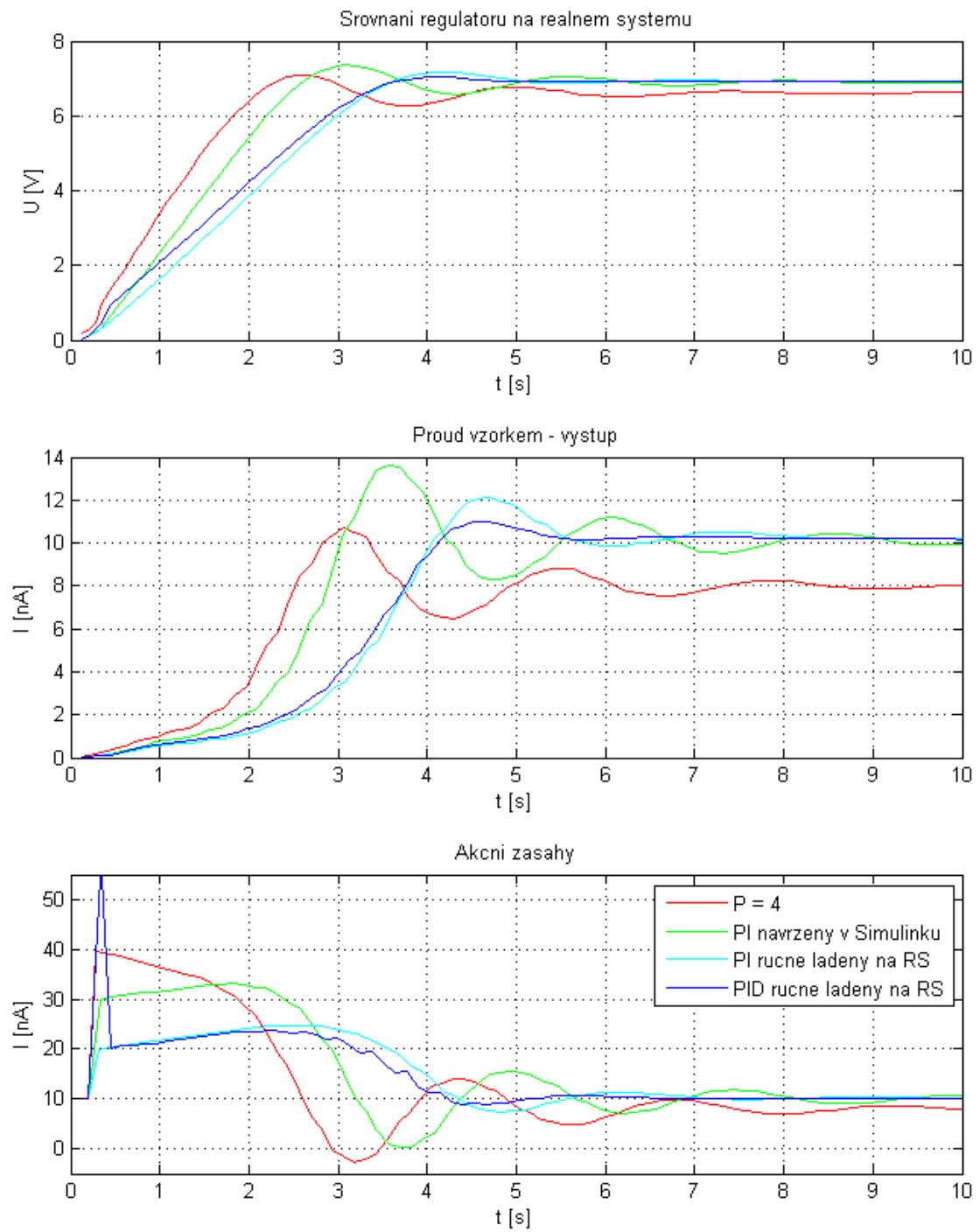
Obrázek 16: Srovnání jednotlivých regulátorů v Simulinku na nelinárním a linearizovaném modelu.

3.5 Přepínaná regulace

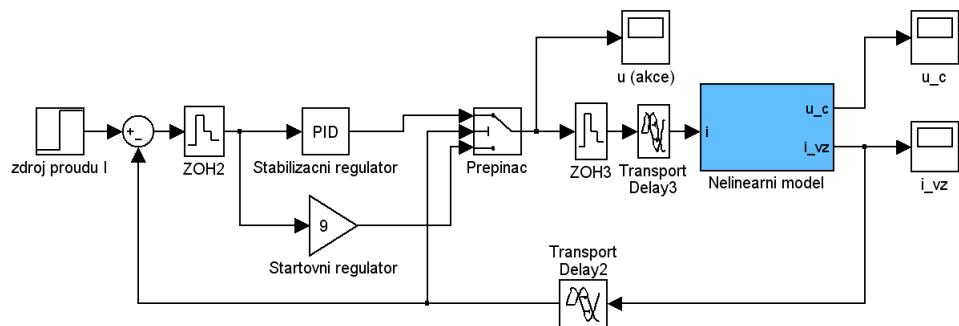
K této metodě mě vedla úvaha, že v době nabíjení kapacit modelu resp. systému není potřeba reagovat na odchylku, neboť ta je konstantní (maximální - proud vzorkem je nulový), do té doby než se Zenerova dioda začne otevírat. To znamená, že je možno teoreticky použít dva regulátory. Startovní - s vysokým zesílením pro rychlé nabití kapacit a v kritickém bodě, kdy začne protékat proud vzorkem, přepnout na jiný regulátor, který proud stabilizuje. Simulinkové schéma viz obr. 18.

Určit vhodný bod přepnutí je možné vysledovat ze simulací. Pokud se totiž přepíná příliš pozdě, objeví se vysoký proudový překmit. V simulaci jsem volil bod přepnutí $i_{vz} > I_{ref}/3$ (obr. 19). Tato regulace vykazuje na nelineárním modelu nejlepší výsledky. Doba ustálení $t_s = 1.2s$ je nejrychlejší simulovaná regulace, pro srovnání viz obr. 16.

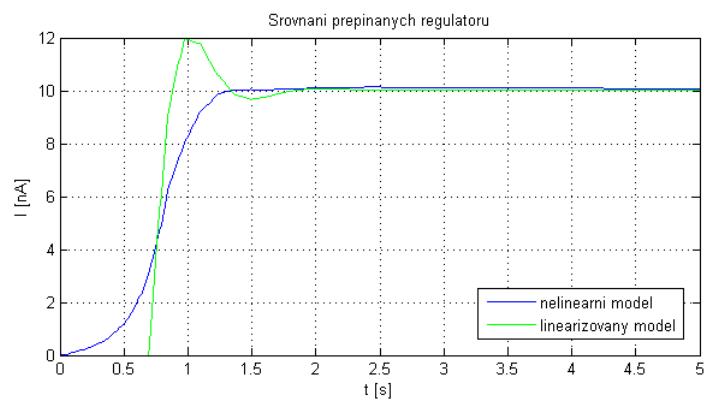
Pokusil jsem se odzkoušet tento typ regulátoru také na reálném modelu, neměl jsem ale už dost času na nalezení vhodného kritického bodu (pokud takový existuje) a regulace nebyla tedy úspěšná.



Obrázek 17: Srovnání účinnosti jednotlivých regulátorů na reálném systému.



Obrázek 18: Simulinkové schéma zapojení přepínaného regulátoru.

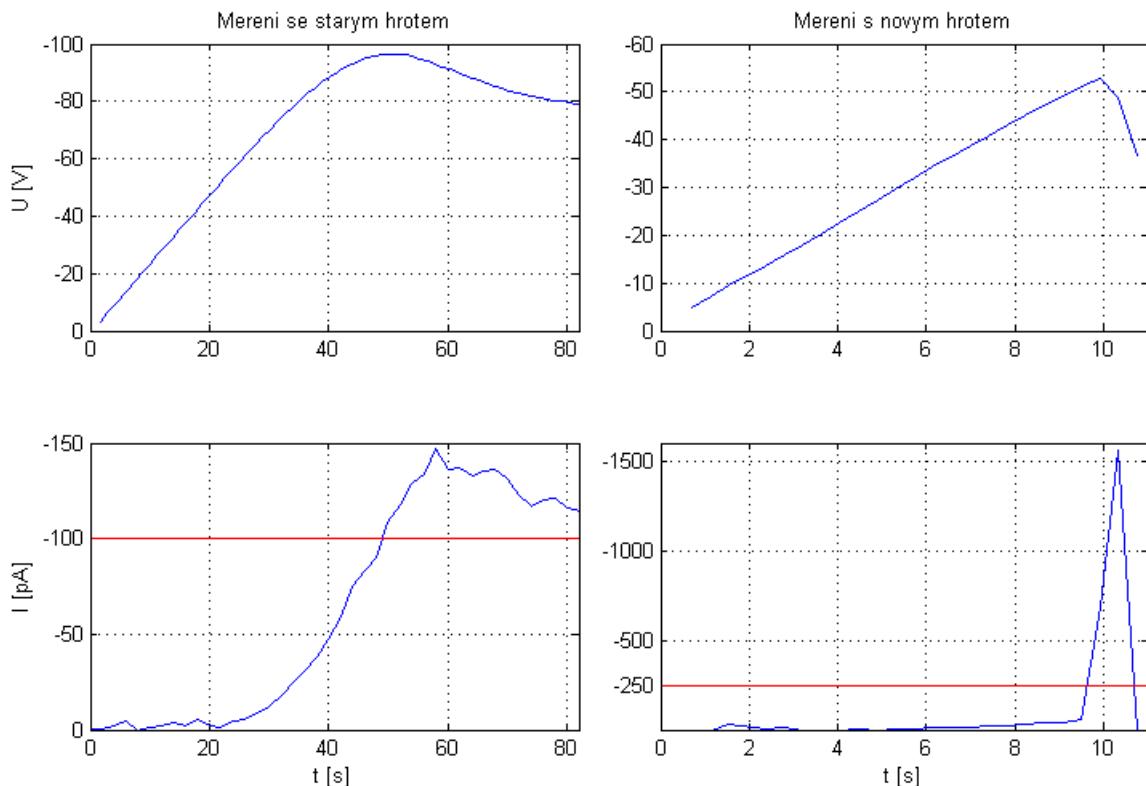


Obrázek 19: Srovnání přepínaných regulátorů v simulaci.

4 Problematika reálného systému vzorku a hrotu

4.1 Chování reálného systému

Jak již bylo naznačeno v bodě 2.1, systém je obtížně reprodukovatelný. Vyplývá to z vlastností nanosvěta. V tak malých měřítkách se více či méně uplatňují i zákony kvantové mechaniky. Pro zjednodušení je neuvažujeme, větší problém představuje nejistota v samotných parametrech systému. Na obr. 20 je graf pro ukázku ($I_{konst} = -250\text{pA}$), změna oproti původnímu referenčnímu měření (obr. 5) je ve výměně starého hrotu AFM sondy za nový. Nový hrot má nižší průrazné napětí a proud protékající vzorkem je na krátký okamžik až o řád výšší než požadovaný.



Obrázek 20: Meření na systému s hroty rozdílných kvalit. Červenou čarou je vyznačen I_{ref} .

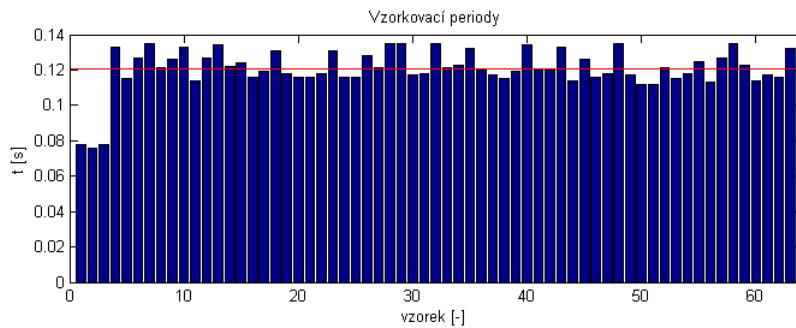
4.2 Zanedbané parametry

Systém se tedy s novým měřením očividně nechová jako Zenerova dioda, nemá stejně průrazné napětí ani proud při opakování experimentu. Dalším možným vysvětlením je lokální elektrostatický výboj, který po rychlém vybití energie kapacity zaniká. Na proudovou špičku nelze reagovat proudovým zdrojem, protože je způsobena rychlým vybitím kondenzátoru při poklesu svorkového napětí. Dochází k ní tedy v části obvodu, na který nemáme vliv. Navíc se při tomto průrazu dějí nevratné změny na vzorku. Většinou dochází k deformaci povrchu, což je vidět na topologii z AFM scanu (26). Ne vždy dochází v místě

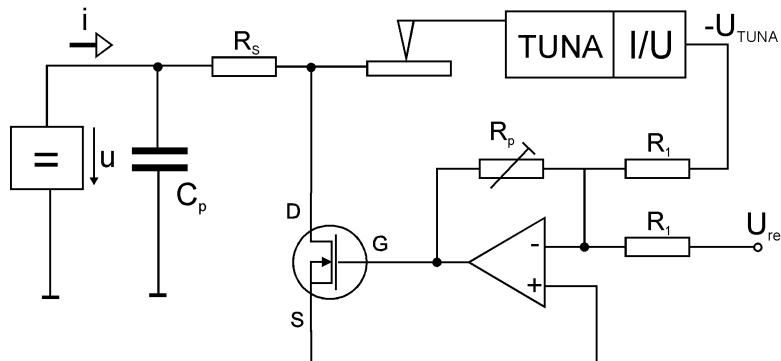
průrazu také ke krystalizaci - to je dáno energetickou dávkou a patřičným výkonem na vzorku.

4.3 Současný stav řešení

Cílem řízení bylo odstranit proudové nárazy, dosáhnout pokud možno konstantního proudu vzorkem. Protože časové konstanty průrazu jsou řádově milisekundy, není způsob jakým by bylo možné zareagovat dostatečně rychle PC řízením. Viz vzorkovací perioda (obr. 21). Doba periody t_{vz} je součtem doby odměru napětí, změny nastaveného proudu a prodlevy při přenosu dat přes GPIB. Fakt, že není konstantní, je způsoben multitaskovým rozvrhováním procesorového času pod systémem Windows XP a tuto variabilitu nelze odstranit při zachování stejného OS. To je hlavní důvod, který vedl k vytvoření hardwarové regulace (obr. 22).



Obrázek 21: Graf vzorkovacích period, první tři vzorky jsou rychlejší, protože době jejich odměru ještě regulátor neměnil hodnotu nastaveného proudu na zdroji K237.



Obrázek 22: Hardwarová regulace s P-kanálovým MOSFETem

Idea této regulace spočívá ve vřazení transistoru typu MOSFET a to paralelně k prourovému obvodu vzorku. Proud snímaný modulem TUNA se převádí na proporcionalní invertované napětí. Na operačním zesilovači je odečten od referenčního napětí (představuje I_{ref}) a následná regulační odchylka je zesílena zpětnou vazbou pomocí potenciometru R_p . Výsledné napětí na výstupu OZ je přivedeno na gate transistoru a řídí vodivost jeho kanálu.

Transistor umožňuje tedy odčerpat proud, který přesahuje nastavenou prourovou referenci a tím stabilizuje i prourové špičky z kapacit. Nezáleží na použitém zdroji, může být napěťový nebo prourový. V současnosti lépe funguje prourový zdroj.

5 Řízení počítačem a vývoj programu

5.1 Požadavky na funkčnost

Tvorba programu ve vývojovém prostředí Delphi 5.0. Volba tohoto staršího prostředí se syntaxí Pascalu nastala z důvodu všeobecného rozšíření této platformy na pracovišti. Dále existence komponent pro komunikaci s laboratorními přístroji, které si píší sami kolegové.

Prvním krokem ve vývoji programu byl přechod na dostatečně rychlý počítač. Původní PC (486/100MHz) se systémem Windows 95 měl vzorkování v rozsahu 300-1000 ms a to naprostě nevyhovělo. Přechodem na laptop Dell 520, byl tento problém odstraněn a zpoždění vzorkování vlivem počítačového zpracování se stalo prakticky zanedbatelným. Doba 120 ms je daná dobou změření jednoho vzorku a komunikací přes GPIB.

Prvním krokem byla komunikace se source-measure jednotkou K237. K ní jsem měl k dispozici komponenty se základními funkcemi. V této fázi jsem vše testoval na modelu (obr. 10). Úkolem byla volba přikládaného I_k , dále energetické dávky E_{celk} . Proud procházející vzorkem i_{vz} bylo nutno dopočítat ze známých parametrů:

- u - napětí na svorkách K237
- I_k - nastavený konst. proud K237
- C_p - kapacity systému $C_p = I_k \frac{\Delta t_0}{\Delta u_0}$

Podle vzorce (9), kde C_p je spočítaná z prvních několika naměřených hodnot, kdy se nabíjejí kapacity a vzorek je nevodivý.

$$i_{vz} = I_k - C_p \frac{dU}{dt} \quad (9)$$

Druhým důležitým požadavkem bylo určení kritéria začátku expozice. To znamená, kdy i_{vz} vzroste natolik, aby jeho působení začalo mít vliv na krystalizující reakci. Protože neexistuje bod, který by se dal s jistotou označit jako začátek proudové expozice vzorku, bylo nutné vyzkoušet více způsobů jak toto kritérium vypočítat:

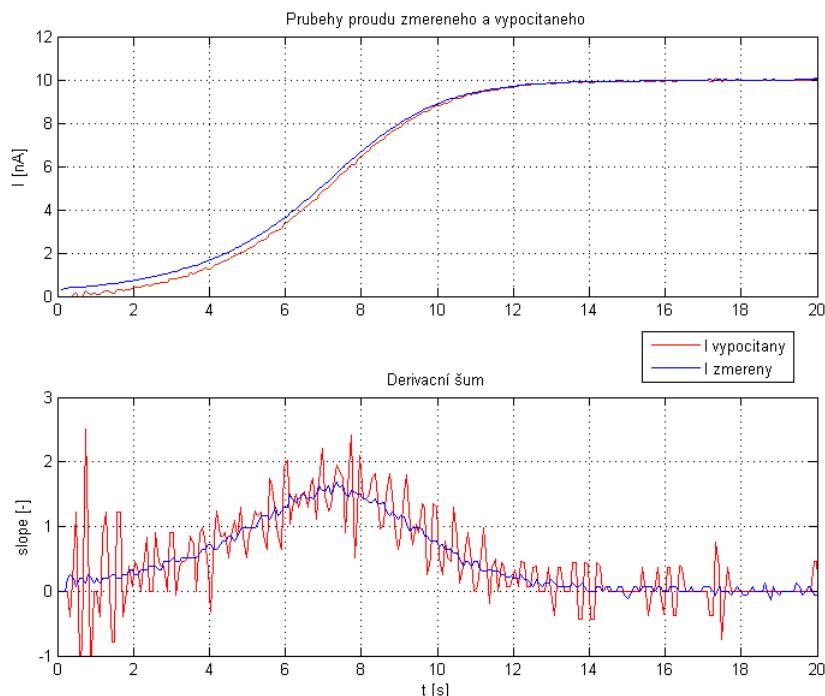
- Derivační kritérium - předpokládá, že poté co se nabijí kapacity, i_{vz} naběhne velmi rychle na definovanou hodnotu I_k , a označí první maximum jako začátek expozice. Metodou nejmenších čtverců se spočítá derivace průběhu i_{vz} (je možno zvolit si počet vzorků použitých pro approximaci). Volitelným parametrem kritéria je pak velikost této derivace (sklonu průběhu i_{vz}).
- Prahový proud vzorkem - kritérium je absolutní hodnota i_{vz} , pro kterou se uvažuje vliv na reakci
- Relativní prahový proud - kritérium je proud vzorkem vyjádřený v procentech žádaného proudu I_{ref}

Energetická dávka se pak jednoduše spočetla s využitím vzorce $E_{celk} = U \cdot I \cdot t_{exp}$. Převedení vzorce do řeči programu dává toto (10) a platí, že indexy *zac* a *kon* jsou začátek a konec expozice. Začátek je definován dosažením kritéria, tedy kdy proud vzorkem vzroste dostatečně. Konec pak značí, že zadána energie byla dosažena.

$$E_{celk} = \sum_{j=zac}^{kon} u_j i_j (t_j - t_{j-1}) \quad (10)$$

5.2 Vývoj programu

Při práci na programu jsem průběžně narážel na různá omezení. Hlavním omezením byla rychlosť vzorkování (obr. 21). Ukázalo se, že proud počítaný z napětí, tímto způsobem je pro regulaci nevhodný, protože při výpočtu se uvažovala derivace napětí, což zesílilo veškerý šum. Hodnoty na první pohled vypadají správně, ale pro regulaci se takovýto šum, který vstupuje jako chybová veličina, ukázal jako kritický a posouval systém do nestability i při malých zesíleních regulátoru. Viz obr. 23.



Obrázek 23: Rozdíl mezi vypočteným a změřeným proudem

Je patrné, že ačkoliv oba průběhy se zdají být podobné, ten vypočítaný má obrovské rozdíly mezi sousedními hodnotami, jak ukazuje jejich derivace. Proto bylo nutné přejít na přímé měření proudu. Mikroskop toto měření umožňuje díky přidanému modulu TUNA. Výstupem TUNA je proporcionalní napětí škálované do běžných hodnot 0-12V odpovídajícím danému proudu přepočtenému určitým koeficientem. TUNA má v základu 4 rozsahy, jež si uživatel zvolí podle potřeby, navíc ještě invertuje svůj výstup, což je nutné také přidat jako parametr do programu.

Pro měření proporcionalního napětí by postačil běžný voltmetr s PC komunikací. Já jsem použil měřící jednotku Keithley 6517, z důvodu snadného nasazení do provozu (GPIB komunikace, existující ovládací komponenta).

5.3 Algoritmus v pseudokódu

Procedura, která se vyvolá po zmáčknutí tlačítka measure, inicializuje všechny přístroje, započne experiment a po odměření nastavené energetické dávky ukončí měření a vypne zdroj. Zobrazený algoritmus je zjednodušený pro účely přehlednosti (alg. 1).

Algorithm 1 Zjednodušený algoritmus procedury experimentu

```
1: procedure MEASURE                                ▷ Procedura startuje po stisku tlačítka
2:   SMU.mode ← 'Zdroj Proudů'                  ▷ SMU - source measure unit
3:   SMU.output ← Reference                      ▷ Nastaví proud
4:   Cas0 ← aktualniCas()                        ▷ Cas0 - čas startu
5:   kriteriumDosazeno ← false
6:   i ← 0                                         ▷ Cyklus odměru jednoho vzorku
7:   repeat
8:     Napeti ← SMU.measure()
9:     CasPom ← aktualniCas()
10:    Cas[i] ← CasPom – Cas0
11:    MUNapeti ← MU.measure                   ▷ měření proporcionální napětí TUNA
12:    ProudVzorkem ← –MUNapeti * K          ▷ přepočet napětí na proud
13:    if not kriteriumDosazeno AND (kritickyProud < |ProudVzorkem| OR
14:      kritickySklon < Derivace) then
15:        kriteriumDosazeno ← true
16:        StartExpozice ← Cas[i]
17:    end if
18:    if kriteriumDosazeno then
19:      EnergieExpozicni ← EnergieExpozicni + Napeti * ProudVzorkem *
20:        (Cas[i] – Cas[i-1])
21:      StartExpozice ← Cas[i]
22:    end if
23:    Derivace ← vypocetSklonuNapeti()           ▷ metodou nejmenších čtverců
24:    if i = 3 then                            ▷ z prvních hodnot nárůstu napětí se počítá kapacita
25:      Kapacita ← Reference/Derivace
26:    end if
27:    if Regulace AND (i > 3) then
28:      Perioda ← Cas[i] – Cas[0]
29:      ePre ← e                                ▷ regulační odchylka předchozí
30:      e ← Reference – ProudVzorkem          ▷ regulační odchylka
31:      Akce ← I * sumaE * Perioda + P * e + D * (e – ePre)/Perioda ▷ výpočet
32:      akčního zásahu
33:      sumaE ← sumaE + e * (Cas[i] – Cas[i-1])
34:      if Akce > Limit then
35:        Akce ← Limit                           ▷ omezení akčního zásahu
36:      end if
37:      SMU.source ← Akce
38:    end if
39:    i ← i + 1
40:  until EnergieZadana ≤ EnergieExpozicni
41:  SMU.output ← false
42: end procedure
```

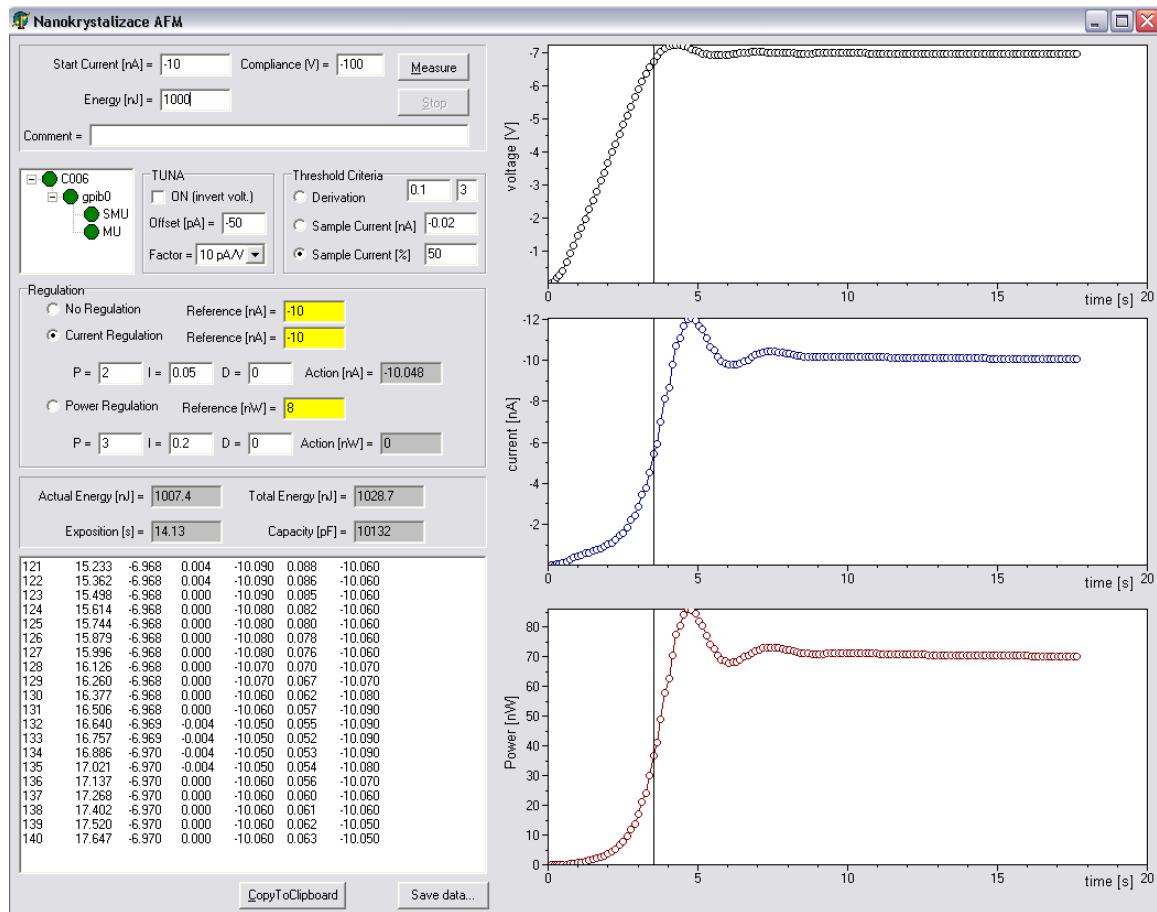
5.4 Ukázka programu

Následuje ukázka ze samotného programu (obr. 24). Vlevo nahoře je prostor pro zadávání důležitých parametrů jako je přikládaný proud a energie expozice. Nechybí ani volba Compliance, což je omezení max. napětí, které zdvoj může přiložit. Níže je pak okno zobrazující status připojených GPIB zařízení. Vedle statusu je blok TUNA, kde se volí konverzní rozsah a také proudový offset, je-li významný. Dále vpravo je volba expozičního kritéria.

Níže následuje volba regulačního režimu. Dále v šedivých polí se objeví dodatečné hodnoty spočtené během experimentu.

Dole v poli je textové pole, jež ukazuje průběžná data a jež je možno tlačítkem "CopyToClipboard" zkopírovat do schránky. Druhou volbou "SaveData..." je uložení všech dat a parametrů aktuálního experimentu do txt souboru pro další zpracování.

V pravé části jsem umístil 3 grafy, zhora je zobrazen průběh napětí, proudu a výkonu ve vzorku.



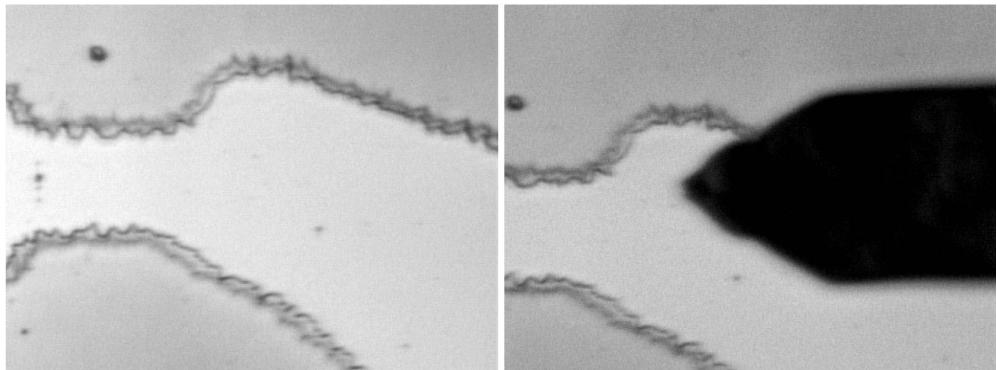
Obrázek 24: Ukázka běžícího programu

6 Závěr

6.1 Co se podařilo

Počítáčovou regulací se nepodařilo reprodukovatelně dosáhnout lepších výsledků než při použití neregulovaného konstantního proudu I_{ref} . Expozice je těžko kontrolovatelná, zvlášť když dochází k nepředvídaným jevům na hrotu jako je např. náhlý pokles napětí a s tím spojené prudké vybití kapacit do vzorku. Výsledkem pak může být krystalizace, jak ukazuje obr. 26, resp. 3D projekce stejného místa (obr. 27). Na obrázku s grafy jsou dobře patrné vodivostní špičky, FWHM udává průměr špičky v polovině její výšky. Zvýšená lokální vodivost indikuje vznik nanokrystalu, což bylo potvrzeno Ramanovou spektroskopii. Na obr. 25 vidíme pohled optickým mikroskopem na hrot před přiblížením ke vzorku. Tmavé části jsou tvořeny nevodivou oblastí - tzv. resistem, světlé pak vrstvou a-Si:H. Vzor je vytvořen fotolitografií, pro lepší optickou lokalizaci míst na vzorku.

Díky hardwarové (analogové) regulaci, jež byla zmíněna v kap. 4.3, se podařilo dosáhnout kontrolované proudové expozice. Pokusy byly úspěšné i při výměně hrotu, čímž byla prokázána její účinnost. Na obr. 28 vidíme řízenou expozici při $I_{ref} = -50\text{pA}$ spolu s topologickým obrazem. Vzniklá prohlubeň ještě prokazatelně krystal netvoří. Naproti tomu je ukázka $I_{ref} = -1000\text{pA}$ (obr. 29), důkazem že regulace funguje i při vyšších proudech, kde krystalizace proběhne, byť tomto konkrétním případě příliš rychle. Experimentování s optimálními proudy a energetickými dávkami bude dalším předmětem výzkumu.

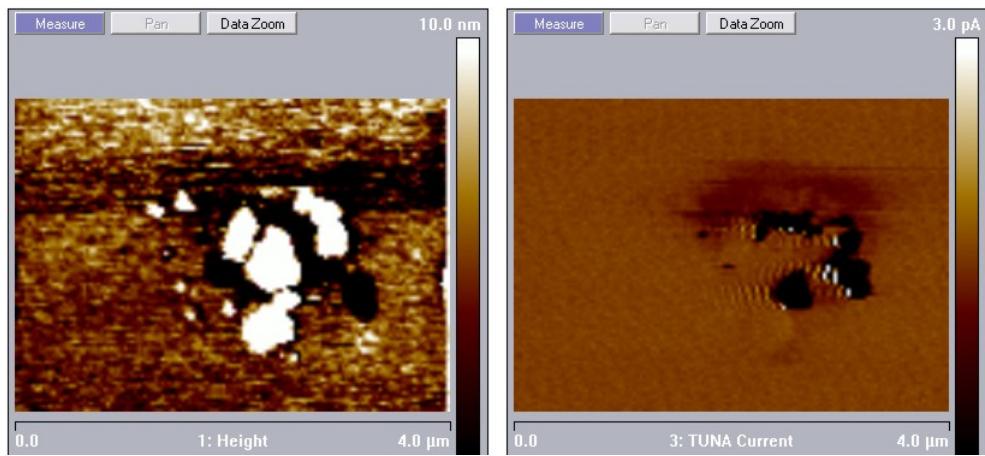


Obrázek 25: Pohled na vzorek optickým mikroskopem předcházející přiblížení AFM sondy. Vpravo s hrotom, zaostřeno na povrch.

6.2 Budoucnost projektu

Přestože HW regulace drží proud vzorkem konstantní, pokud bude třeba regulovat výkon, bude nutné také stabilizovat napětí na vzorku. To se zatím ukazuje, vzhledem k nestabilitě hrotu, velmi obtížné. Možné řešení je použití jiného typu hrotu.

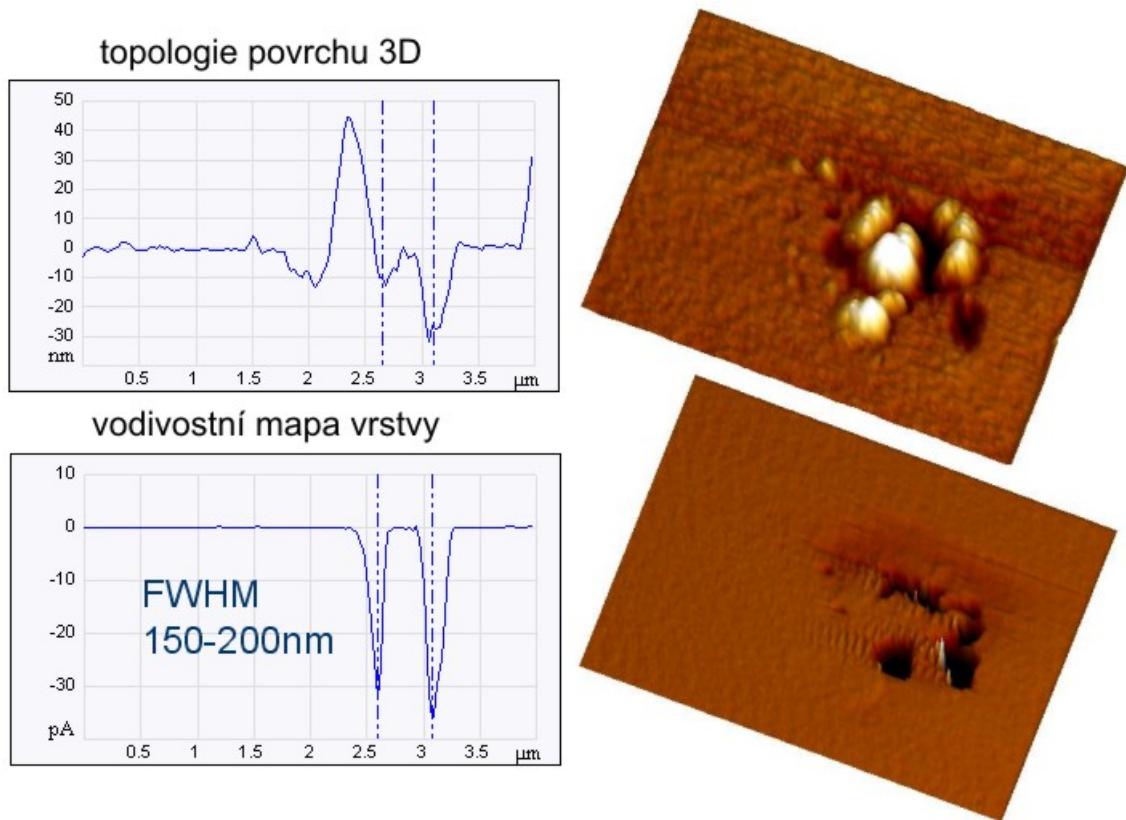
V současnosti souběžně s kolegou, který testuje zmíněný analogový regulátor, se snažím o další zrychlení PC řízení. Používám k tomuto účelu nově zakoupenou DAQ (data acquisition) kartu od firmy National Instruments, konkrétně model NI 6008, jež využívá ke komunikaci USB sběrnici. Výhodou je její cena (tím se uvolní podstatně dražší multifunkční přístroje), dále rychlosť vzorkování. Uváděná vzorkovací frekvence je $f_{vz} = 10\text{kHz}$, ovšem takto rychle neběží v režimu jednotlivých měření, pak je její reálná $t_{vz} = 40\text{ms}$, což znamená stálé trojnásobné zrychlení. Další výhodou je možnost využití analogového napěťového



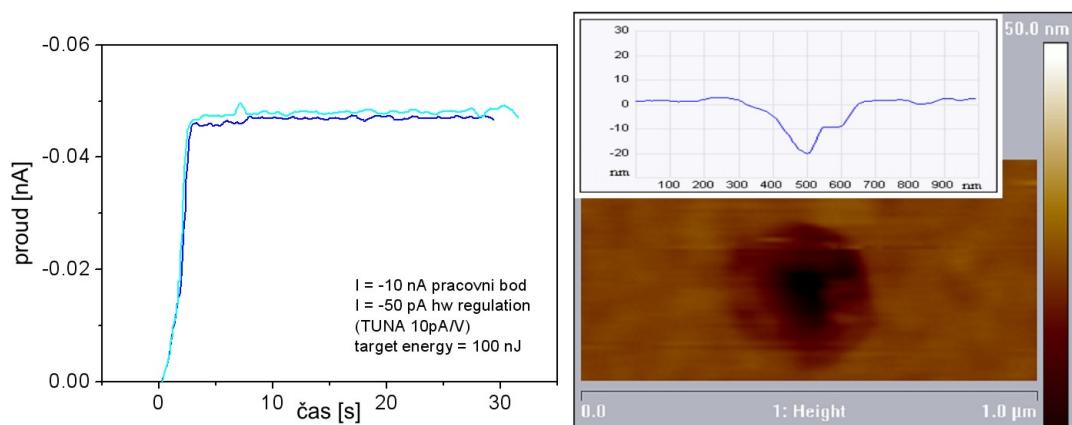
Obrázek 26: 2D zobrazení topologie povrchu a vodivostní mapy, místa s největší vodivostí či nejnižší jsou tmavé viz barevná škála vpravo.

výstupu k ovládání reference na HW regulátoru a digitální výstupy na přepínání relé.

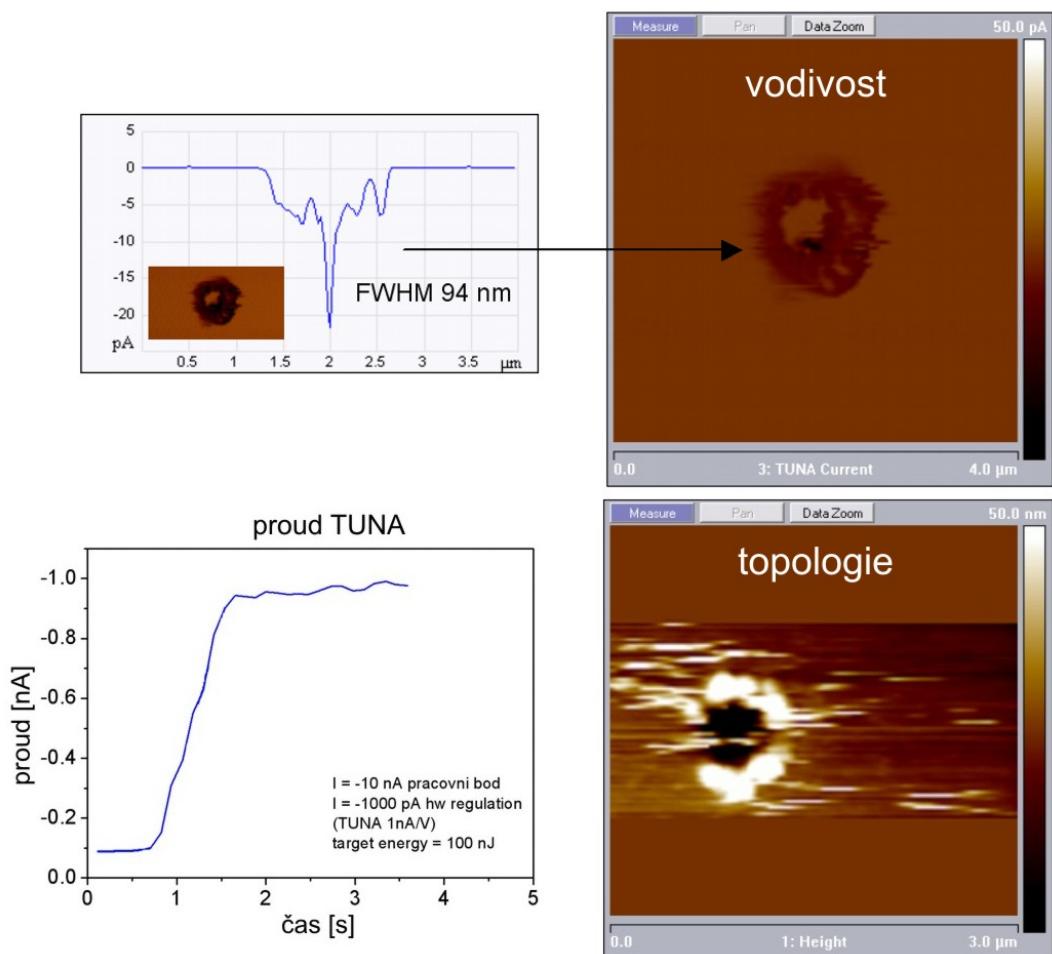
Projekt bude hotov, pakliže se podaří reprodukovat experiment do takové míry, že bude možno vyrobit např. matrici 3×3 , kde budou rovnoměrně umístěny tečky z nanokrystalu křemíku ne větších než 100 nm.



Obrázek 27: 3D zobrazení topologie povrchu a vodivostní mapy, místa s největší vodivostí jsou nejníže. Vlevo charakteristické profily v místech, kde proběhla krystalizace.



Obrázek 28: Proud stabilizován HW regulací při $I_{ref} = -50 \text{ pA}$. Na levé části je graf průběhu proudu, na pravé topologie povrchu s charakteristickým profilem.



Obrázek 29: Experiment stabilizovaný HW regulací při $I_{ref} = -1000 \text{ pA}$. V horní části je vodivostní mapa s charakteristickým profilem, v dolní je topologie povrchu s průběhem proudu při expozici.

Seznam použitých přístrojů

- AFM microscope Veeco DI 3100 s modulem TUNA
- source-measure jednotka Keithley 237
- measure jednotka Keithley 6517
- laptop Dell Latitude D520
- DAQ USB card National Instruments NI 6008

Reference

- [1] anonymous. Pid controller. http://en.wikipedia.org/wiki/PID_controller.
- [2] D. Břeň and P. Kulhánek. Pikoškály aneb jak uvidět atom. *Aldebaran bulletin*, http://www.aldebaran.cz/bulletin/2004_27_pic.html.
- [3] B. Rezek et al. Spatially localized current-induced crystallization of amorphous silicon films. *ICANS*, 2007.
- [4] Franklin, Powell, and Emami-Naeini. Feedback control of dynamic systems. 24(2):30–46, April 2006.
- [5] A. Šiber. Dictionary and atlas of nanoscience and nanotechnology. http://nanoatlas.ifs.hr/index_2.html.
- [6] I. Pelant J. Valenta P. Gilliot M. Gallart O. Crégut J.L. Rehspringer K. Dohnalová, K. Kusová and B. Hönerlage. Emission properties of a distributed feedback laser cavity containing silicon nanocrystals. *Journal of Luminiscence*, September 2006.
- [7] T. Mates J. Stuchlík I. Gregora J. Chval A. Fejfar J. Kočka P. Fojtík, K. Dohnalová and I. Pelant. Rapid crystallization of amorphous silicon at room temperature. *Philosophical Magazines*, 82(17):1785–1793, 2002.
- [8] B. Rezek. Zviditelňujeme atomy. <http://www.fzu.cz/texty/brana/atomy/spm1.php>.
- [9] Y. T. Tan, T. Kamiya, Z. A. K. Durrani, and H. Ahmed. Room temperature nanocrystalline silicon single-electron transistors. *Journal of Applied Physics*, 94(1), July 2003.

Příloha

Obsah přiloženého CD:

- LaTeX - zdrojové soubory bakalářské práce
- Program - zdrojové kódy psané v Delphi 5.0 spolu s zkompilovaným programem
- Matlab - naměřená data, matlab scripty a modely v Simulinku