

## Методика определения удельного сопротивления полупроводниковых материалов методом атомно-силовой микроскопии

© В.А. Смирнов,<sup>1</sup> Р.В. Томинов,<sup>1</sup> Н.И. Алябьева,<sup>2</sup> М.В. Ильина,<sup>1</sup> В.В. Полякова,<sup>1</sup> Ал.В. Быков,<sup>1</sup> О.А. Агеев<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Южный федеральный университет, Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения, 347922 Таганрог, Россия

<sup>2</sup> University of Paris-Sud, Orsay cedex, France  
e-mail: vasmirnov@sfedu.ru

(Поступило в Редакцию 24 мая 2017 г.)

Показаны результаты теоретических и экспериментальных исследований поверхности подложек кремния методом атомно-силовой микроскопии в режиме отображения сопротивления растекания, а также представлены разработки методики определения удельного сопротивления полупроводниковых материалов на основе этих исследований. Показано наличие порогового значения силы прижима зонда к поверхности подложки, при превышении которого удельное сопротивление кремния определяется достоверно. Исследовано влияние окружающей среды на значения токов в системе зонд–подложка. Показано, что для получения достоверных результатов исследования электрических параметров полупроводниковых материалов методом атомно-силовой микроскопии в режиме отображения сопротивления растекания необходимо проводить в условиях сверхвысокого вакуума.

DOI: 10.21883/JTF.2018.08.46320.2351

### Введение

Одним из основных условий получения качественно результата при изготовлении современных приборов нанoeлектроники является наличие высокоточных инструментов диагностики формируемых наноструктур. Зачастую при переходе к технологическому процессу с более высокими проектно-топологическими нормами ранее использовавшиеся инструменты диагностики оказываются неприменимыми из-за достижения предела их разрешающей способности. Поэтому возникает необходимость в разработке более точных методов исследования электрофизических свойств материалов формируемых наноструктур, которые обладали бы достаточно высоким пространственным разрешением, высокой степенью достоверности и воспроизводимости [1–11].

Атомно-силовая микроскопия в режиме отображения сопротивления растекания (АСМ ОСП) является многофункциональным методом зондовой нанодиагностики, который позволяет проводить исследование распределения тока по поверхности образца с одновременной визуализацией ее топологии [12]. Данный метод применяется для исследования электрофизических параметров различных наноразмерных структур: графенов [1,6], углеродных нанотрубок [2], нитевидных нанокристаллов ZnO [3], эпитаксиальных наногетероструктур [4,5]. Однако при проведении исследований материалов методом АСМ ОСП возникает ряд проблем, связанных, во-первых, с отсутствием методик, позволяющих определять электрические параметры исследуемых материалов из полученных результатов, во-вторых, с выбором оптимальных режимов взаимодействия острия зонда с поверхностью образца, в-третьих, с недостаточной изученностью влияния параметров окружающей среды [12].

Целью работы является исследование влияния окружающей среды и силы прижима зонда к поверхности образца на удельное сопротивление подложек кремния при исследовании методом АСМ ОСП, а также разработка на основе этого исследования методики определения удельного сопротивления полупроводниковых материалов.

### Методика эксперимента

Для проведения экспериментальных исследований удельного сопротивления полупроводниковых материалов методом АСМ ОСП были использованы зонды-кантилеверы марки NSG11 с проводящим покрытием  $W_2C$  и подложки кремния с различными значениями удельного сопротивления согласно спецификации (см. таблицу).

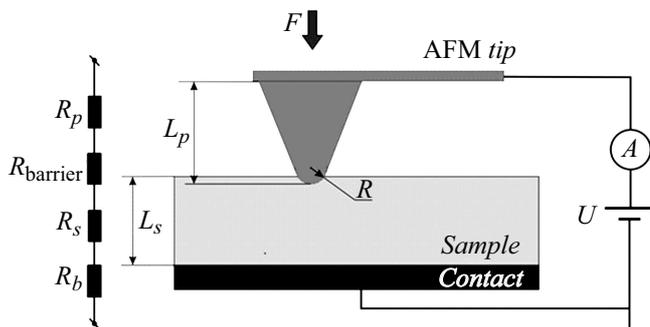
Перед измерениями образцы кремния были очищены в ацетоне и изопропиловом спирте при температурах 56 и 83°C соответственно, в течение 10 min, а также обработаны в водном растворе HF (10%) в течение 30 s.

Исследование влияния окружающей среды проводилось на кремниевой подложке КДБ-10 методом АСМ ОСП при атмосферном давлении (зондовая нанолaborатория (ЗНЛ) Ntegra, НТ-МДТ, Россия) и в сверхвысоком вакууме ( $10^{-8}$  Pa) (модуль сверхвысоковакуумной сканирующей зондовой микроскопии нанотехнологического комплекса НАНОФАБ НТК-9, НТ-МДТ, Россия).

Схематическое изображение определения электрических параметров полупроводниковых материалов методом АСМ ОСП представлено на рис. 1. Зонд подведен к поверхности образца в контактном режиме и воздействует на поверхность подложки кремния с силой  $F_{th}$ . Между зондом и подложкой подается внешнее напряжение смещения. Для определения значений токов

## Электрофизические параметры кремниевых образцов

Маркировка образца	Удельное сопротивление (спецификация), $\Omega \cdot \text{cm}$	Тип проводимости	Толщина образца, $\mu\text{m}$	Сила прижима зонда, $\mu\text{N}$	Экспериментальное значение тока растекания, $\text{nA}$	Удельное сопротивление (эксперимент), $\Omega \cdot \text{cm}$
КЭС-0.01	0.01	<i>n</i>	460	2	$49.80 \pm 1.08$	$0.04 \pm 0.01$
КДБ-1	1	<i>p</i>			$24.89 \pm 0.43$	$0.70 \pm 0.10$
КДБ-5	5	<i>p</i>			$8.11 \pm 0.24$	$3.73 \pm 0.40$
КДБ-10	10	<i>p</i>			$2.00 \pm 0.38$	$11.24 \pm 1.20$



**Рис. 1.** Схематическое изображение определения электрических параметров полупроводниковых материалов методом АСМ ОСР.

в системе зонд–образец был использован встроенный в ЗНЛ осциллограф.

На первом этапе было проведено сканирование области  $5 \times 5 \mu\text{m}$  при атмосферном давлении в контактном режиме при подаче постоянного напряжения  $3 \text{ V}$  и силе прижима зонда к поверхности образца  $2.5 \mu\text{N}$ , затем в режиме АСМ ОСР была получена карта отображения тока растекания области размером  $7 \times 7 \mu\text{m}$  (рис. 2, а). На втором этапе данный эксперимент был повторно проведен в условиях сверхвысокого вакуума при тех же режимах (рис. 2, б).

Исследование влияния силы прижима зонда к поверхности образца на значения тока растекания осуществлялось на кремниевой подложке КЭС-0.01 в условиях сверхвысокого вакуума ( $10^{-8} \text{ Pa}$ ). Сканирование проводилось при подаче постоянного напряжения  $3 \text{ V}$ , сила прижима зонда к поверхности подложки изменялась от  $0.3$  до  $6 \mu\text{N}$ . На рис. 3 представлены АСМ изображения поверхности кремния, карта отображения тока растекания и профилограмма тока по поверхности образца КЭС-0.01 при силе прижима зонда  $0.3$ ,  $1$  и  $2 \mu\text{N}$ . На рис. 4 представлены семейства ВАХ, полученные на подложках кремния КЭС-0.01 и КДБ-1 методом токовой спектроскопии, при значениях силы прижима зонда  $0.3$ ,  $1$  и  $2 \mu\text{N}$ . Полученные экспериментальные значения токов в системе зонд–образец использовались при раз-

работке математической модели определения удельного сопротивления полупроводниковых материалов.

### Описание математической модели

Для разработки методики определения удельного сопротивления полупроводниковых материалов методом АСМ ОСР была разработана математическая модель, учитывающая вклад компонентов сопротивления ( $R_{\text{tot}}$ ) в условиях сверхвысокого вакуума (рис. 1) [5]:

$$R_{\text{tot}} = R_{\text{barrier}} + R_s + R_p + R_b, \quad (1)$$

где  $R_{\text{barrier}}$  — сопротивление контакта острия зонда с поверхностью образца,  $R_s$  — сопротивление исследуемого образца,  $R_p$  — сопротивление проводящего покрытия зонда,  $R_b$  — сопротивление нижнего металлического контакта [4,5,12].

Сопротивления зонда  $R_p$  и образца  $R_s$  определяются выражениями [5]

$$R_p = \frac{\rho_p}{\pi} \int_0^{L_p} \frac{dl}{\left(r_1 + l(r_2 - r_1)/L_p\right)^2 - \left(r_3 + l(r_4 - r_3)/L_p\right)^2},$$

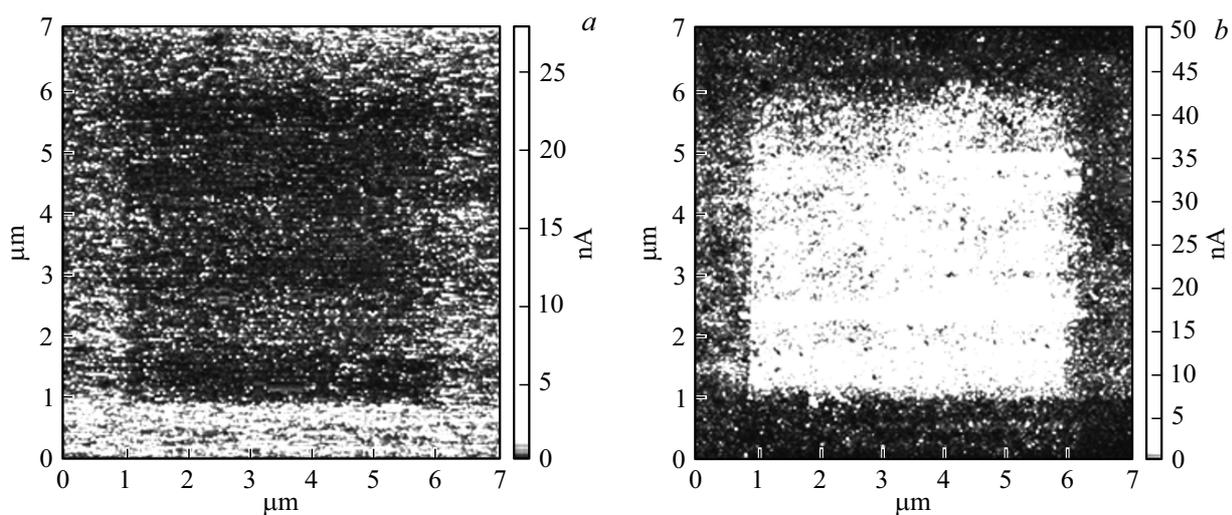
$$R_s = \rho_s \frac{L_s}{A_s}, \quad (2)$$

где  $\rho_p$  и  $\rho_s$  — удельные сопротивления проводящего покрытия зонда и образца соответственно,  $L_p$  — высота зонда,  $r_1$  — радиус острия зонда с учетом проводящего слоя,  $r_2$  — радиус основания зонда с учетом проводящего слоя,  $r_3$  — радиус острия зонда без учета проводящего слоя,  $r_4$  — радиус основания зонда без учета проводящего слоя,  $L_s$  — толщина исследуемого образца,  $A_s$  — площадь контакта зонд–образец.

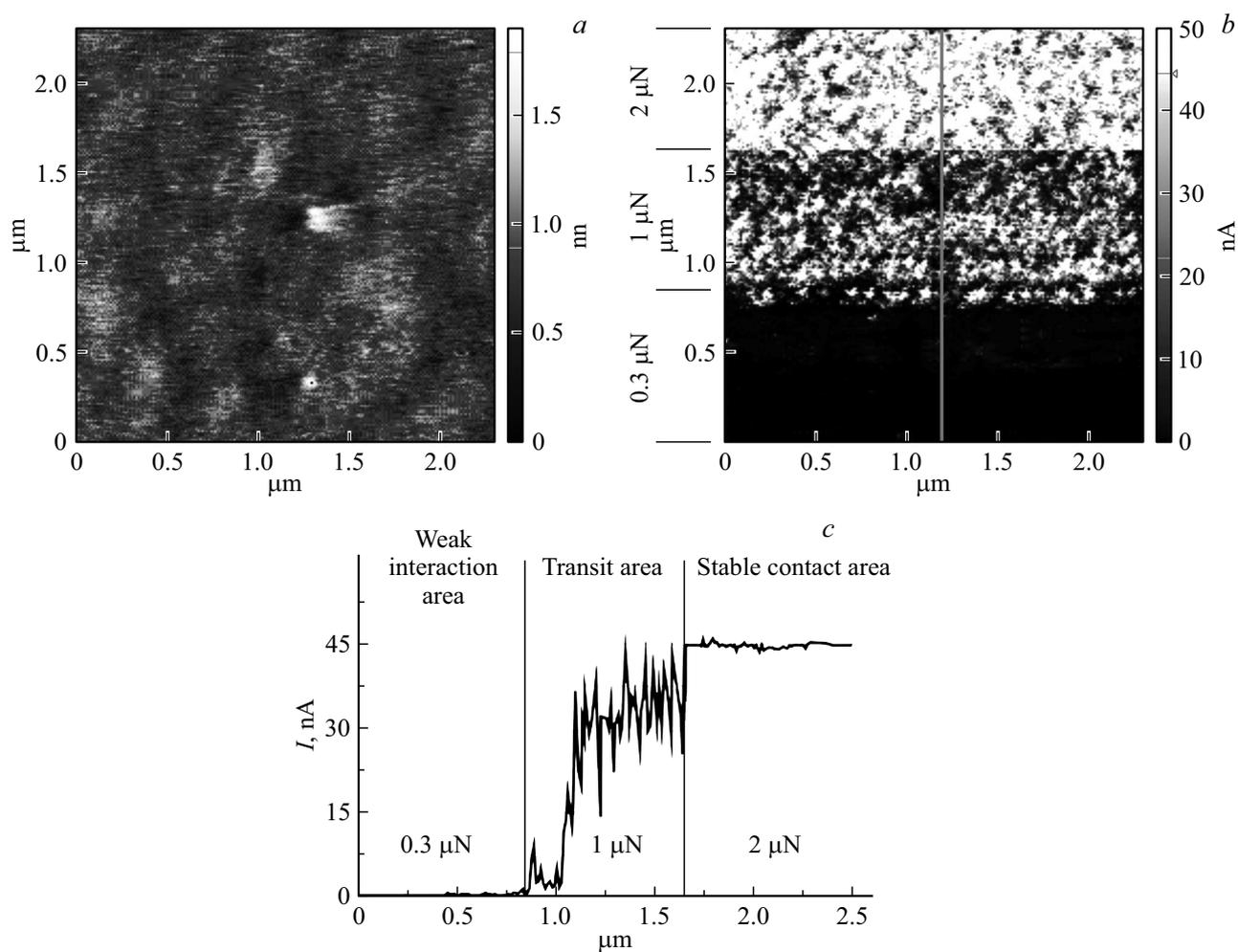
Значение сопротивления контакта острия зонда с поверхностью подложки определяется уравнением Шварвина [5,12]

$$R_{\text{barrier}} = \frac{\rho}{\pi a^2}, \quad \rho = \frac{\rho_p \lambda_p + \rho_s \lambda_s}{2}, \quad (3)$$

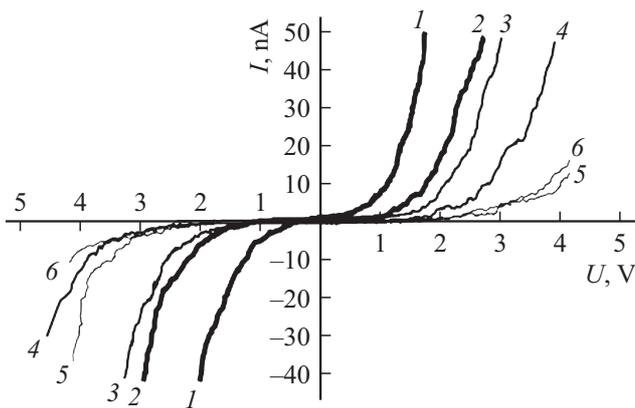
где  $\lambda_p$ ,  $\lambda_s$  — длина свободного пробега носителей заряда в проводящем покрытии зонда и подложке соответственно,  $\rho$  — переходное контактное сопротивление зонда и



**Рис. 2.** АСМ изображения распределения тока растекания по поверхности кремниевой подложки марки КДБ-10, полученные: *a* — при атмосферном давлении, *b* — в сверхвысоком вакууме ( $10^{-8}$  Па).



**Рис. 3.** АСМ изображения поверхности кремниевой подложки КЭС-0.01, полученные при различных силах прижима зонда к поверхности образца: *a* — морфология поверхности, *b* — отображение сопротивления растекания, *c* — профилограмма тока вдоль линии на *b*.



**Рис. 4.** Вольт-амперные характеристики для кремниевых подложек КЭС-0.01 (1, 3, 5) и КДБ-1 (2, 4, 6) при различных силах прижима зонда к поверхности образца: 1, 2 — 2, 3, 4 — 1, 5, 6 — 0.3 μN.

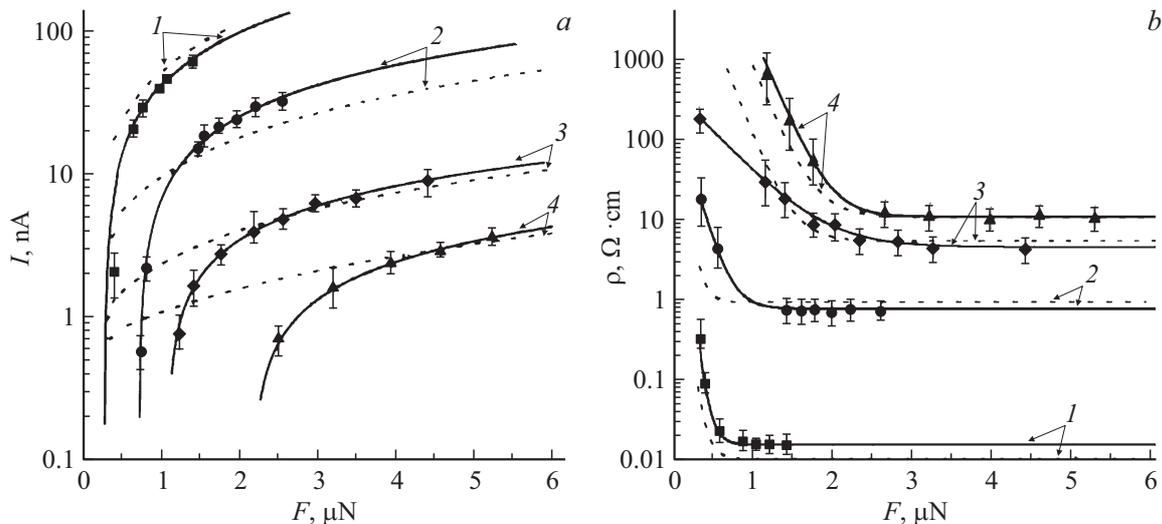
подложки,  $a$  — радиус контакта зонда с поверхностью образца, зависящий от силы прижима зонда к поверхности подложки, определяется согласно модели Герца [13]

$$a = \sqrt[3]{\frac{F_{th} r_1}{E^*}}, \tag{4}$$

где  $F_{th}$  — сила прижима зонда к поверхности образца,  $E^*$  — приведенный модуль Юнга материалов системы зонд–образец [11].

$$\frac{1}{E^*} = \frac{3}{4} \left( \frac{1 - \nu_p^2}{E_p} + \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} \right), \tag{5}$$

где  $\nu_p, \nu_s$  — коэффициенты Пуассона материалов острия зонда и образца,  $E_p, E_s$  — модули Юнга материалов острия зонда и образца.



**Рис. 5.** Зависимости электрических параметров образцов кремния разных марок (1 — КЭС-0.01, 2 — КДБ-1, 3 — КДБ-5, 4 — КДБ-10) от силы прижима зонда к поверхности образца: *a* — тока в системе зонд–образец, *b* — удельного сопротивления. Штриховая линия — теоретическая зависимость (модель 1–6), сплошная линия — экспериментальная зависимость.

С использованием (1)–(5) было получено выражение, позволяющее определить удельное сопротивление материала исследуемого образца в условиях сверхвысокого вакуума

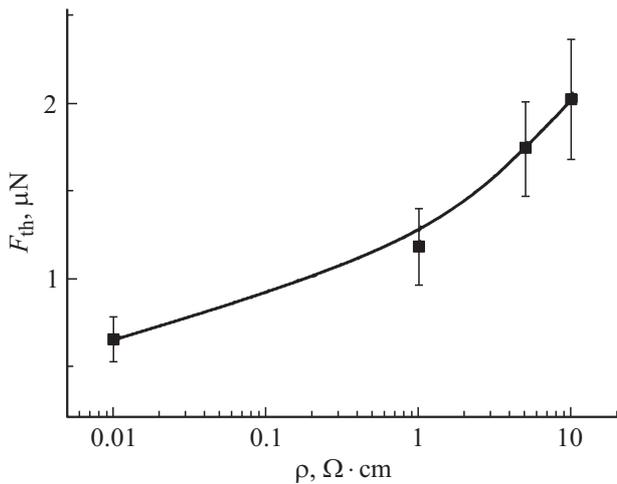
$$\rho_s = \left[ \frac{U}{I} CF - R_b - \rho_p \left( \frac{2\lambda_p}{3\pi a^2} + \frac{L_p}{A_p} \right) \right] / \left( \frac{2\lambda_s}{3\pi a^2} + \frac{L_s}{A_s} \right), \tag{6}$$

где CF — корректирующий фактор. Введение CF обосновано проявлением различных эффектов в приконтактной области, которые оказывают влияние на токопрохождение и не учитываются в рамках предложенной модели: генерационно-рекомбинационные токи на поверхностных состояниях; наличие приповерхностной области с высоким уровнем механических напряжений, приводящих к смещению энергетических уровней разрешенных зон; наличие вблизи поверхности полупроводника пластически деформированной области с металлической проводимостью и т.д. [5,14].

По описанной методике были получены зависимости тока растекания в системе зонд–образец от силы прижима зонда к поверхности кремния разных марок (рис. 5, *a*), из которых на основании разработанной модели (1)–(6) получены зависимости удельного сопротивления образцов кремния разных марок от силы прижима зонда к поверхности образца (рис. 5, *b*) и зависимость пороговой силы прижима зонда от удельного сопротивления кремния (рис. 6).

### Результаты и их обсуждение

Анализ экспериментальных результатов исследования влияния окружающей среды на определение удельного сопротивления образца КДБ-10 показал, что при



**Рис. 6.** Зависимость порогового значения силы прижима зонда к поверхности образца от удельного сопротивления кремния.

приложении напряжения к системе зонд–образец при атмосферном давлении происходит локальное анодное окисление поверхности подложки с участием адсорбированной пленки воды [15–18]. Анализ рис. 2, *a* показал, что ток растекания по поверхности образца КДБ-10 в центральной области АСМ изображения составляет в среднем 0.1 нА, а по периферийной области — в среднем 0.6 нА. Полученный контраст распределения тока растекания соответствует процессу локального анодного окисления центральной области размером  $5 \times 5 \mu\text{m}$  при первичном сканировании в условиях атмосферного давления. Исследование поверхности образца КДБ-10 при тех же режимах, но в условиях сверхвысокого вакуума ( $10^{-8}$  Па) показало, что в центральной области АСМ изображения ток растекания составляет в среднем 2 нА, а по периферийной области — в среднем 0.3 нА. Полученный контраст распределения тока растекания можно объяснить процессом удаления природного слоя окисла при сканировании центральной области размером  $5 \times 5 \mu\text{m}$  в контактном режиме АСМ в условиях сверхвысокого вакуума.

На основе полученных экспериментальных значений токов растекания в системе зонд–образец и разработанной математической модели (1)–(6) были определены значения удельного сопротивления образца КДБ-10, которые для исследований при атмосферном давлении составили  $166 \Omega \cdot \text{cm}$ , а в условиях сверхвысокого вакуума —  $10 \Omega \cdot \text{cm}$ , что соответствует спецификации (см. таблицу).

Таким образом, показано, что для получения достоверных данных об электрофизических параметрах полупроводниковых материалов и структур методом АСМ ОСП необходимо проводить исследования в условиях сверхвысокого вакуума для предотвращения процесса локально-анодного окисления поверхности исследуемого образца.

Анализ экспериментальных результатов по исследованию влияния силы прижима зонда к поверхности образца КЭС-0.01 на ток в системе зонд–подложка методом АСМ ОСП (рис. 3) показал, что при силе прижима  $2 \mu\text{N}$  наблюдается формирование стабильного контакта зонд–образец (рис. 3, *c*), что подтверждается при исследовании остальных образцов кремния (см. таблицу). Таким образом, следует выделить три области режимов исследований полупроводниковых образцов методом АСМ ОСП в зависимости от силы прижима зонда к поверхности образца.

1. При малых нагрузках (для КЭС-0.01 менее  $1 \mu\text{N}$ ) зонд слабо взаимодействует с поверхностью. Проведение исследований полупроводников методом АСМ ОСП в этом режиме нецелесообразно.

2. При средних нагрузках (для КЭС-0.01 более  $1 \mu\text{N}$  и менее  $2 \mu\text{N}$ ) зонд взаимодействует с поверхностью, в этом режиме методом АСМ ОСП можно проводить исследования по выявлению артефактов с сопротивлением, отличным от сопротивления образца.

3. При больших нагрузках (для КЭС-0.01 более  $2 \mu\text{N}$ ) наблюдается стабильный контакт зонда с поверхностью образца. При этом удаляются поверхностные артефакты и слой природного окисла.

Результаты исследований влияния силы прижима зонда на ВАХ образцов КЭС-0.01 и КДБ-1 показаны на рис. 4. Анализ представленных зависимостей и соотношений (1)–(6) показывает, что возрастание тока в системе зонд–образец при увеличении силы прижима зонда к поверхности образца связано прежде всего с уменьшением сопротивления контакта острия зонда с поверхностью образца и увеличением площади контакта зонд–образец.

Показана хорошая корреляция экспериментальных и теоретических результатов исследований влияния силы прижима зонда к поверхности кремния различных марок на значения токов в системе зонд–образец (рис. 5, *a*), особенно при больших силах прижима, что подтверждает адекватность разработанной математической модели определения удельного сопротивления полупроводниковых материалов. Анализ зависимостей удельного сопротивления кремниевых подложек различных марок от силы прижима зонда к поверхности образца (рис. 5, *b*) показал наличие порогового значения силы прижима, при превышении которого удельное сопротивление исследуемого методом АСМ ОСП полупроводникового материала определяется наиболее достоверно. Анализ зависимости порогового значения силы прижима зонда к поверхности образца от удельного сопротивления кремния (рис. 6) показал, что при увеличении удельного сопротивления кремния пороговое значение силы прижима зонд–образец увеличивается, что может быть связано с эффектами, входящими в корректирующий фактор CF, а также с необходимостью удаления или обеспечения пробоя природного окисла кремния.

## Заключение

В работе представлены результаты экспериментальных и теоретических исследований определения электрических параметров подложек кремния различных марок методом АСМ в режиме отображения сопротивления растекания. Исследовано влияние окружающей среды на значения токов растекания в системе зонд–подложка.

Показано, что исследование поверхности образцов кремния методом АСМ ОСР при атмосферном давлении приводит к снижению тока в системе зонд–образец, что связано с образованием пленки оксида кремния в ходе электрохимической реакции в адсорбированной на поверхности подложек пленке воды при приложении к системе зонд–подложка напряжения смещения. При проведении измерений в условиях сверхвысокого вакуума пленка оксида кремния не образуется, и результаты определения удельного сопротивления подложек кремния соответствуют спецификации образцов. Таким образом, для получения достоверных результатов исследования электрических параметров полупроводниковых материалов методом АСМ ОСР необходимо проводить измерения в условиях сверхвысокого вакуума.

Также в работе представлены результаты экспериментальных исследований влияния силы прижима зонда к поверхности подложки кремния марки КЭС-0.01 на ток в системе зонд–образец. Показано, что для определения удельного сопротивления необходимо формирование стабильного контакта зонд–образец.

Разработана математическая модель определения удельного сопротивления полупроводниковых материалов по значению тока растекания, определенного методом АСМ ОСР.

Показано, что возрастание тока в системе зонд–образец при увеличении силы прижима зонда к поверхности образца связано с уменьшением сопротивления контакта острия зонда к поверхности образца и увеличением площади контакта зонд–образец.

Показана хорошая корреляция между экспериментальными и теоретическими результатами определения зависимостей влияния силы прижима зонда к поверхности образца на значения токов в системе зонд–образец для разных марок кремния.

Анализ зависимостей удельного сопротивления кремниевых подложек разных марок от силы прижима зонда к поверхности образца показал наличие порогового значения силы прижима, при превышении которого удельное сопротивление исследуемого полупроводникового материала определяется наиболее достоверно.

Полученные результаты могут быть использованы для разработки методик зондовой нанодиагностики и для исследования структур нано- и микроэлектроники, нано- и микросистемной техники методом АСМ.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проекты № 16-29-14023 офи\_м, 16-32-0069 мол\_а) и

Южного федерального университета (проекты № ВнГр-07/2017-02, № ВнГр-07/2017-26).

Результаты получены с использованием оборудования Научно-образовательного центра „Нанотехнологии“ Южного федерального университета (Таганрог).

## Список литературы

- [1] *Hauquier F., Alamarguy D., Viel P.* // Appl. Surf. Sci. 2012. Vol. 258. P. 2920–2926.
- [2] *Ghanem T.K., Williams E.D., Fuhrer M.S.* // J. Appl. Phys. 2011. Vol. 110. P. 054305.
- [3] *Beinik I., Kratzer M., Wachauer A.* // J. Appl. Phys. 2011. Vol. 110. P. 052005.
- [4] *Eyben P., Vandervorst W., Alvarez M.* // Springer Handbook of Nanotechnology. 2007. P. 31–49.
- [5] *Clarysse T., Vanhaeren D., Hoflijk I., Vandervorst W.* // Mater. Sci. Engineer. 2004. P. 123–206.
- [6] *Alekseev A., Chen D., Ghislandi M.G., De With G., Tkalya E.E., Syurik Y., Ageev O., Loos J.* // Advanced Functional Materials. 2012. Vol. 22. N 6. P. 1311–1318.
- [7] *Syurik J., Alyabyeva N., Ageev O.A., Alekseev A.* // Composites Sci. and Technol. 2014. Vol. 95. P. 38–43.
- [8] *Syurik J., Ageev O.A., Cherednichenko D.I., Konoplev B.G., Alexeev A.* // Carbon. 2013. Vol. 63. P. 317–323.
- [9] *Ageev O.A., Konoplev B.G., Rubashkina M.V.* // Nanotechnologies in Russia. 2013. Vol. 8. P. 23–28.
- [10] *Ageev O.A., Smirnov V.A., Fedotov A.A.* // Nanotechnologies in Russia. 2012. Vol. 7. P. 47–53.
- [11] *Ageev O.A., Smirnov V.A., Solodovnik M.S.* // Semiconductors. 2012. Vol. 46. N 13. P. 1616–1621.
- [12] *Kalinin S., Gruverman A.* Electrical and Electromechanical Phenomena at the Nanoscale // Springer Handbook of Nanotechnology. 2007. P. 31–49.
- [13] *Frammelsberger W., Benstetter G., Kiely J., Stamp R.* // Appl. Surf. Sci. 2007. Vol. 253. P. 3615–3626.
- [14] *Tanuma S., Powell C.J., Penn D.R.* // Surf. Interface Analysis. 1988. Vol. 11. P. 577–589.
- [15] *Ageev O.A., Alyab'eva N.I., Konoplev B.G.* // Semiconductors. 2010. Vol. 44. N 13. P. 1703–1708.
- [16] *Avilov V.I., Ageev O.A., Smirnov V.A., Tsukanova O.G.* // Semiconductors. 2014. Vol. 48. N 13. P. 1757–1762.
- [17] *Avilov V.I., Ageev O.A., Smirnov V.A., Solodovnik M.S., Tsukanova O.G.* // Nanotechnologies in Russia. 2015. Vol. 10. N 3. P. 214–219.
- [18] *Avilov V.I., Ageev O.A., Blinov Y.F., Konoplev B.G., Polyakov V.V., Smirnov V.A., Tsukanova O.G.* // Technical Phys. 2015. Vol. 60. N 5. P. 717–723.