

ケルビンフォース顕微鏡を用いた材料評価 ～新機能デバイス創出を目指して～

有田誠¹ 山内貴志² 本岡輝昭² 齊藤勝彦³ 郭其新³

¹九州大学大学院 工学研究院 材料工学部門

²九州大学クリーン実験ステーション

³佐賀大学シンクロトロン光応用研究センター

ケルビンフォース顕微鏡 (KFM) は、実空間における高分解能形状解析を可能にした原子間力顕微鏡と、材料表面の仕事関数差を静電気力により求めるケルビン法を融合した手法である。仕事関数は物質の電子状態等を表す最も重要なパラメーターの一つであり、試料表面の仕事関数をマッピング可能な KFM は、半導体デバイスをはじめとする様々な対象の解析に応用が期待される。これまでに我々は、半導体およびいくつかの酸化物材料について KFM を用いた調査を行ってきた。本稿ではそれらの結果について紹介する。

1) Si のドーピング濃度評価

不純物半導体のバルクフェルミレベルはキャリア濃度に左右され、Si の場合、 $E_f = E_i + kT \ln(n/n_i)$, $n_i = 1.45 \times 10^{10} \text{ cm}^{-3}$ と表さる。これより、Si の仕事関数を正しく測定することができれば、一義的に n/p 型とキャリア濃度が評価できることになる。しかし、これまで行われた多くの実験報告によれば、KFM によるキャリア濃度定量、さらには p/n 判定さえもが不可能と言われてきた。これは、材料の表面準位に起因するフェルミレベルピンニングが原因とされているが、実際のキャリア濃度と KFM により測定される仕事関数の関係は明らかでなかった。そこで本研究では、比較的広範囲にわたる (p-type $\sim 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ - n-type $\sim 10^{20} \text{ cm}^{-3}$) ドーピング Si について系統的に KFM による仕事関数測定を行った。FIG.1 に得られた結果を示す。高濃度ドーピング Si は p/n 両型において 10^{15} cm^{-3} 付近を境に理論的な直線関係から逸れはじめ、最終的には見かけ上フェルミレベルがミッドギャップに位置するように変化した。また、この挙動はバンドギャップ間の donor-like および acceptor-like な表面準位から構成される簡単なモデルで説明されることが示された(図中の青線)。一方、 10^{14} cm^{-3} 以下の領域においては、測定された仕事関数はドーピング濃度と線形関係になることが確認された。この結果は、従来の手法では困難であった低濃度ドーピング領域における定量および p/n 判定に対する KFM 法の適用可能性を示すものであり、この技術は SiC やダイヤモンドも含めた、これからのパワーデバイスの研究開発に有効であると考えられる。

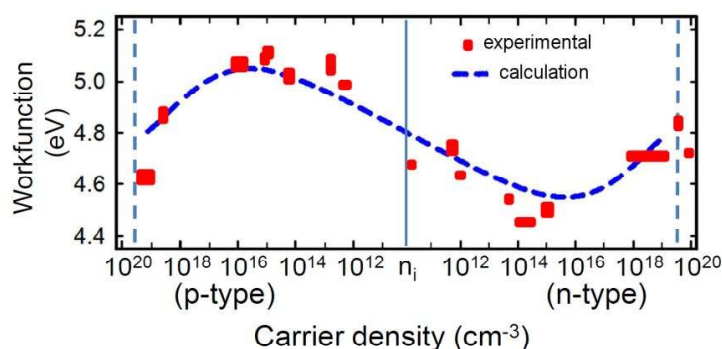


FIG. 1. Workfunction of doped-Si measured by KFM.

Arita et al. Appl. Phys. Lett. **104**, 132103 (2014)

2) 酸化物薄膜材料への適用例

当日は、変調ドーピング型酸化亜鉛系多層膜の断面観察例、および酸化チタン光触媒薄膜の光照射下での KFM 測定例についても紹介する予定。

ケルビンフォース顕微鏡を用いた材料評価 ～新機能デバイス創出を目指して～

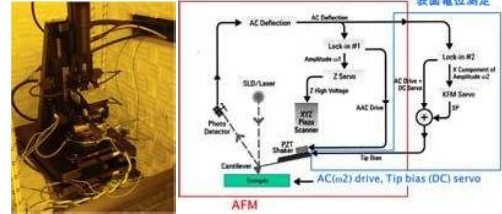
有田誠¹ 山内貴志² 本岡輝昭² 齊藤勝彦³ 郭其新³
¹九州大学大学院 工学研究院 材料工学部門
²九州大学クリーン実験ステーション
³佐賀大学シンクロtron光応用研究センター

九州シンクロtron光研究センター合同シンポジウム 8/5/2014

1

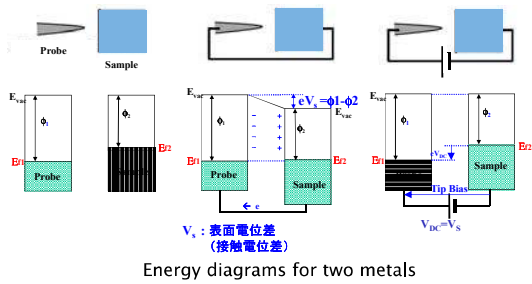
ケルビンフォース顕微鏡 KFM (Kelvin Force Microscopy) 表面電位差(仕事関数差)の二次元分布を観察

KFM = AFM + ケルビン法



2

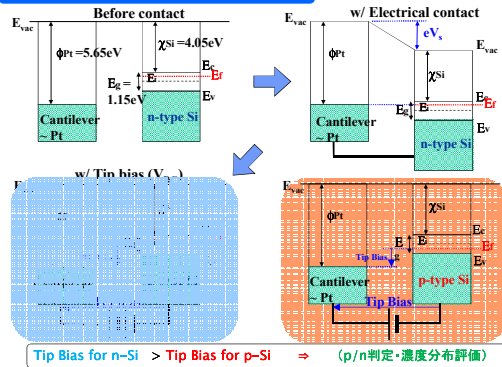
【表面電位差】



Energy diagrams for two metals

3

【Energy diagrams for Si and tip material】



Tip Bias for n-Si > Tip Bias for p-Si ⇒ (p/n判定・濃度分布評価)

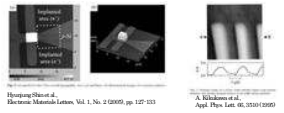
4

【半導体デバイスのKFM観察】

"Surface band-bending and Fermi-level pinning in doped Si observed by Kelvin force microscopy". Appl. Phys. Lett. 104, 32103 (2014)

<これまでの研究>

• 表面電位コントラストは得られるが、定量性がない。(表面電位によるフェルミレベルピンニングの影響)
 • ドーピング濃度と表面電位差の関係を系統的に調べた研究は無い。(特に低濃度Si)



<本研究>

極低濃度領域を含む広範囲キャリア濃度のSiについて、KFMによりキャリア濃度と仕事関数差の関係を調査

5

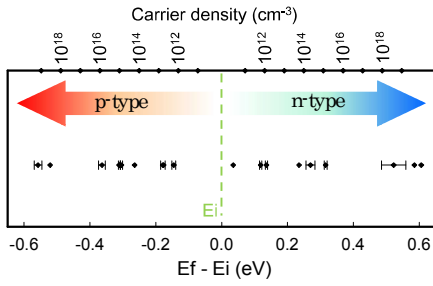
【様々なSPMによるキャリア濃度分布評価】

	SCM scanning capacitance microscopy	SSRM scanning spread resistance microscopy	KFM Kelvin force microscopy
Signal detected	dC/dV	Electric Resistance	Surface potential
Distinguishable n-type from p-type?	Yes	No	Yes
Resolution in measured surface	20 nm	3 nm	20 nm
Structure requirement and/or damage by test	MOS structure	destructive to surface (~10nm)	None
Available range of carrier density	10 ¹⁶ ~ 10 ¹⁸	10 ¹⁵ ~ 10 ¹⁹	(Theoretically 10 ¹⁶ ~ 10 ¹⁹)

KFM has the potential ability to be the simplest and the most convenient methods

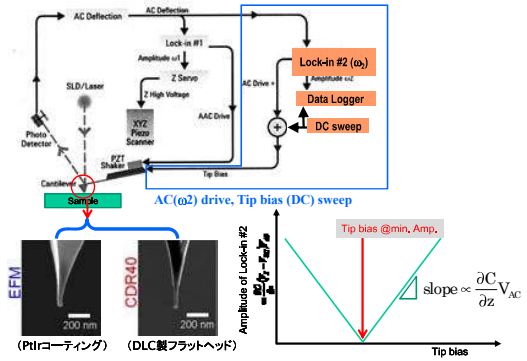
6

【実験に用いた試料のキャリア濃度範囲】



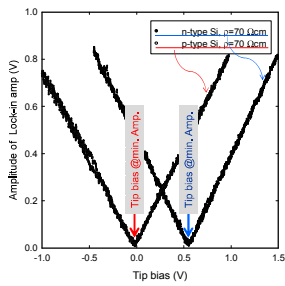
7

【DCバイアスを掃引して振動の0点を求める】



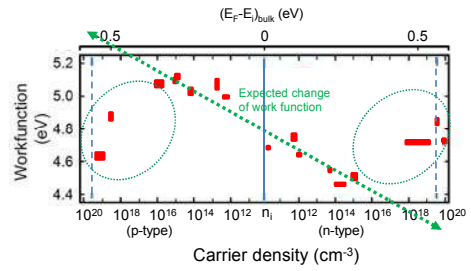
8

【測定結果の一例： p-type Si, n-type Si】

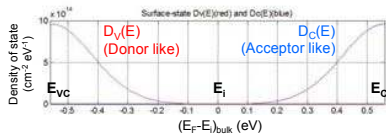


9

【測定された仕事関数】



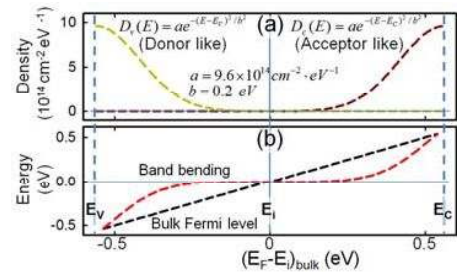
10



1. Acceptor-like character
 $E > E_i$ neutral (vacant)
 $E < E_i$ negative (filled)
 $D_c(E) = ae^{-(E-E_c)^2/b^2}$
2. Donor-like character
 $E > E_i$ positive (vacant)
 $E < E_i$ neutral (filled)
 $D_v(E) = ae^{-(E-E_i)^2/b^2}$

Assuming two types of surface state with a simple distribution of Gaussian shape.

11

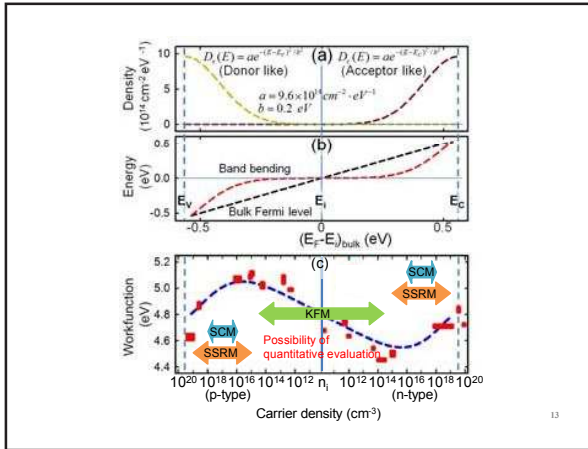


Bulk Fermi level: $E_F = E_i + kT \ln(n/n_i)$, $n_i = 1.45 \times 10^{10} \text{cm}^{-3}$

Total charge: $Q_{SS} = e \int_{E_v}^{E_c} [1 - F(E)] D_V(E) dE - e \int_{E_v}^{E_c} F(E) D_C(E) dE$

Band bending = $Q_{SS} t / 2\epsilon$, $t = 5 \text{Å}$, $\epsilon_r = 11.9$

12

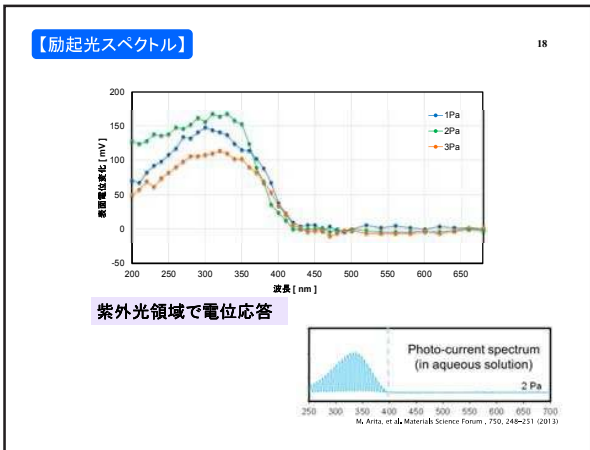
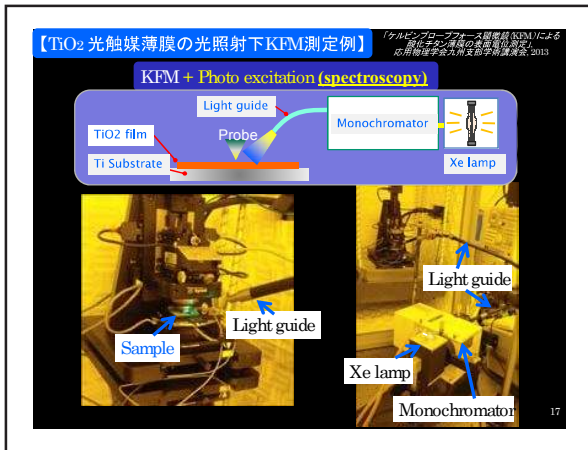
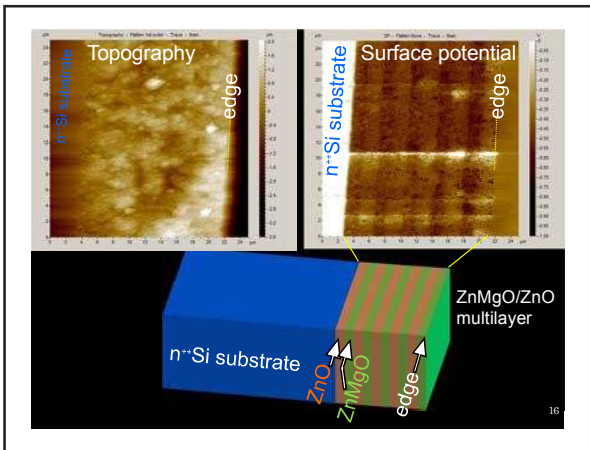
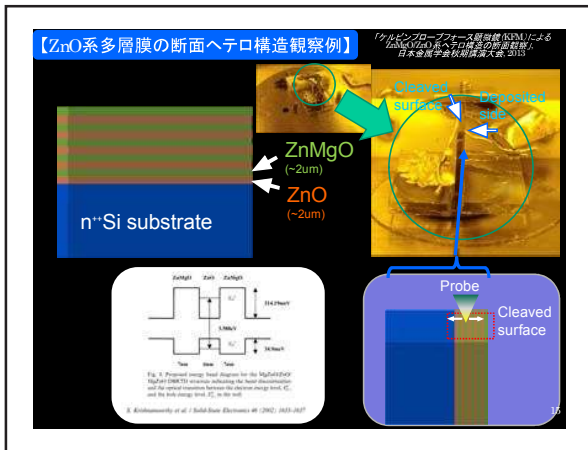


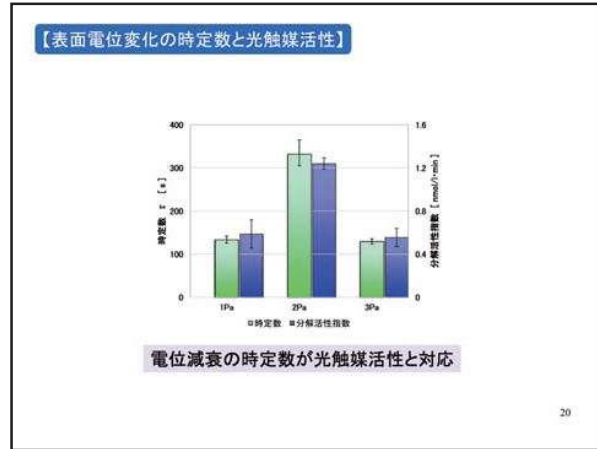
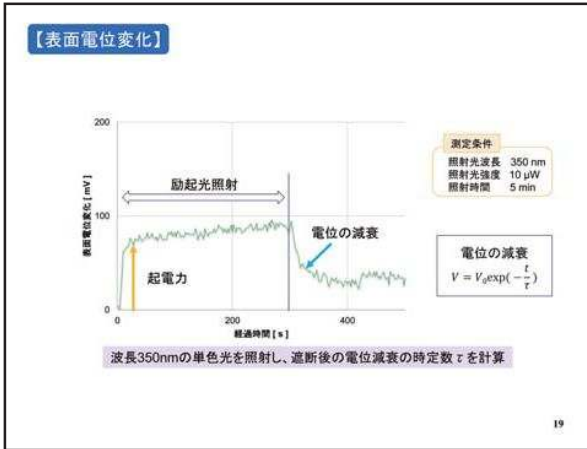
KFMによる半導体キャリア濃度定量

Si: 低濃度領域でのキャリア濃度定量性

~ 今後 ~

SiC, ダイヤモンド等ワイドギャップ半導体デバイスへの適用





【まとめ】

【Siのドーピング濃度評価】
 広範囲にわたるドーピング濃度のSiについてKFMにより仕事関数を測定
 (p-type $\sim 10^{19}$ to n-type $\sim 10^{20}$ cm⁻³)
 測定された仕事関数は適当な表面単位を仮定することで説明可能
 $\sim 10^{14}$ cm⁻³以下の低濃度領域で定量評価の可能性

【酸化物薄膜材料へのKFM使用例】
 ・スパッタリング法で作製したZnMgO/ZnO多層膜の劈開面をKFMで観察
 ⇒多層構造に対応した表面電位像

・酸化チタン薄膜に単色光を照射しながらKFM観察
 酸化チタンのバンドギャップに対応した電位応答スペクトル
 試料の光触媒活性と電位減衰の時定数が対応

ケルビンフォース顕微鏡を用いた材料評価
様々な新機能デバイスの評価・研究への適用可能性

21

Agilent 5400 Scanning Probe Microscope

九州大学クリーン実験ステーション
 Kyusyu University Cleanroom Laboratory Facility

KFM装置利用に関するお問い合わせ先
 九州大学クリーン実験ステーション(文部科学省先端研究基盤共用・プラットフォーム形成事業)
 サポートオフィス
 e-mail: info@kuclf.kyushu-u.ac.jp, home page: http://kuclf.kyushu-u.ac.jp/

22

【謝辞】

Mr. Nagaoka
 Mr. Nagano
 Mr. Kaneko
 (graduate students, Kyushu University)

Dr. Torigoe
 (SUMCO Corporation,)

Dr. Aiso
 Dr. Yamashita
 (Toyo Corporation)

Dr. Harada
 (Advanced Power Electronics Research Center, AIST)

KYUSHU UNIVERSITY

SUMCO

TOYO Corporation

AIST
 ADVANCED INDUSTRIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY (AIST)

KAKENHI Grant No. 23656386
 KAKENHI Grant No. 26630297

23