

ケルビンフォース顕微鏡による半導体および酸化物材料の 表面電位観察

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。

本研究では、ドーピング濃度の異なる Si の仕事関数測定、変調ドーピング型酸化亜鉛系多層膜の断面観察、酸化チタン光触媒薄膜の光照射に対する表面電位応答など、KFM を用いて調査を行ったいくつかの事例について紹介する。

ケルビンフォース顕微鏡による 半導体および酸化物材料の表面電位観察

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)

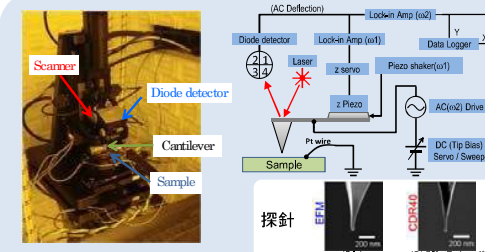
KFM(Kelvin Force Microscopy)
KPFM(Kelvin Probe Force Microscopy)
SKFM(Scanning Kelvin Force Microscopy)

AFM + Kelvin法

表面電位差 V_s

Energy diagrams for two metals

V_s : surface potential difference (contact potential difference)
 $V_{DC} = V_s$



KFM装置: Agilent technology SPM5400
(九州大学クリーン実験ステーション所有)

表面電位差検出の仕組み: 静電容量 C

$$F = \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} V^2$$

$$F = \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} (V_s - V_{DC} - V_{AC} \sin \omega t)^2$$

$$F = \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} (V_s - V_{DC})^2 - 2V_s - V_{DC} V_{AC} \sin \omega t + V_{AC}^2 \sin^2 \omega t$$

$$F = \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} \left((V_s - V_{DC})^2 + \frac{1}{2} V_{AC}^2 - 2V_s - V_{DC} V_{AC} \sin \omega t + \frac{1}{2} V_{AC}^2 \cos 2\omega t \right)$$

C : Capacitance between sample surface and probe
 V_s : Tip bias voltage
 V_{AC} : Amplitude of AC modulation
 ω : Frequency of AC modulation

検針 試料面にAC電圧を印加し発生する静電容量による振動の高周波成分を検知 (DCバイアスにより偏極の0点を保つ)

Siのドーピング濃度評価

KFM: 仕事関数の2次元マッピング

半導体デバイスのキャリア濃度分布評価への適用可能性

<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。(表面単位によるフェルミレベルマッピングが影響)
- 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ない。(特に低濃度Si)

<本研究>

極低濃度領域を含む広範囲のSiについて、キャリア濃度と仕事関数の関係を調べた

実験試料 Si p-type $10^{13} \sim n$ -type 10^{20} cm^{-3}

Sample no.	Type and surface condition	Resistivity (Ωcm)	Carrier density (cm^{-3})
1	epitaxial	1000	1.6e17
2	epitaxial	1.6e3	4.4e17
3	epitaxial	4.0e3	1.6e17
4	epitaxial	2.5-2.5	1.3e17-1.6e17
5	epitaxial	30-30	2.0e17
6	epitaxial	20	2.0e17
7	epitaxial	2.0e3-2.0e3	1.3e17-1.6e17
8	Si(100)-cleaned and etched	2000	2.0e17
9	Si(100)-cleaned and etched	2.0e3	2.0e17
10	epitaxial	5.0e3-2.0e3	1.3e17-1.6e17
11	epitaxial	2.0e3-2.0e3	1.6e17
12	epitaxial	1.5e3-2.0e3	1.6e17-1.6e17
13	epitaxial	20	1.5e17
14	epitaxial	10-10	1.0e17-1.0e17
15	epitaxial	20	1.0e17
16	epitaxial	20	1.0e17
17	epitaxial	1.0-1.0	2.0e17-1.0e17
18	epitaxial	5e3-1.0e3	2.0e17-2.0e17

試料外観

2種類の表面単位を仮定しバンドベンディングを再現 (図a, b)

1: Acceptor-like character
 $E_F E_C$: neutral
 $E_F E_C$: negative

2: Donor-like character
 $E_F E_C$: positive
 $E_F E_C$: neutral

・バンドベンディングの影響を考慮した試料表面における仕事関数 (図c ---) → 実験結果 (図c ■) と対応

・低濃度領域: 線形性 ⇒ 定量評価の可能性

P-型、n-型の試料 ($\sim 10^{13} \text{ cm}^{-3}$) で理論値に近い仕事関数差を観察

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

酸化亜鉛系多層構造断面のKFM観察例

ZnMgO/ZnO multilayered sample

ZnMgO ($\sim 2\mu\text{m}$)
ZnO ($\sim 2\mu\text{m}$)
n-Si substrate

Probe
Cleaved surface

Topography
Surface potential

n-Si substrate
ZnO
ZnMgO/ZnO multilayer

長野, 長岡, 有田, 山内, 本岡, 日本化学会秋期講演大会, 2013年

酸化チタン薄膜の光照射下KFM測定例

光照射下KFM測定

KFM + Photo excitation (spectroscopy)

Light guide
Monochromator
Xe lamp
TiO₂ film
Probe
Ti Substrate

Sample
Light guide
Xe lamp
Monochromator

測定試料に単色光を照射しながらKFM観察 (試料: 異なる圧力でスパッタリング法により作製した酸化チタン薄膜)

測定条件
照射光波長 350 nm
照射光強度 $50 \mu\text{W}/\text{cm}^2$
照射時間 5 min
電位の減衰
 $\tau = \tau_{\text{photo}} - \tau_{\text{dark}}$

照射時と遮光後の電位変化を測定

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が得られた (光励起電子-正孔対によるバンドベンディング緩和を反映)

試料の光触媒活性 (メチレンブルー分解試験) と電位減衰の時定数が対応 (電子-正孔対の再結合反応との関係性)

金子, 有田, 山内, 本岡, 齊藤, 野, 応用物理学九州支部学術講演会, 2013年