

15.1;15.2

Тестовые структуры на базе SiC с тонкими слоями графена для определения аппаратной функции для Кельвин-зонд-микроскопии

© М.С. Дунаевский, Е.В. Гуцина, Д.А. Малых, С.П. Лебедев, А.А. Лебедев

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия
E-mail: Mike.Dunaeffsky@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 18 октября 2022 г.

В окончательной редакции 18 октября 2022 г.

Принято к публикации 13 декабря 2022 г.

Предложен метод определения аппаратной функции при измерениях поверхностного потенциала в режиме Кельвин-зонд-микроскопии. Метод основан на применении в качестве тестовой структуры поверхности политипов SiC, содержащих области однослойного и двухслойного графена. Измерение профилей потенциала вдоль различных направлений на такой поверхности позволяет определить аппаратную функцию для зондовых измерений потенциала. Используя аппаратную функцию, можно выполнять процедуру деконволюции и восстанавливать точный потенциал поверхности.

Ключевые слова: сканирующая зондовая микроскопия, Кельвин-зонд-микроскопия, потенциал поверхности, тестовые структуры, графен, карбид кремния.

DOI: 10.21883/PJTF.2023.04.54522.19396

Методы сканирующей зондовой микроскопии активно используются для диагностики различных свойств поверхности наноструктурированных материалов [1]. Особо важную роль играют исследования потенциала поверхности с помощью метода Кельвин-зонд-микроскопии [2]. Ввиду дальнедействующего характера кулоновского взаимодействия метод Кельвин-зонд-микроскопии (КЗМ) обладает пространственным разрешением на уровне 30–100 нм, причем конкретное значение пространственного разрешения сложным образом зависит от экспериментальных условий сканирования исследуемой поверхности (расстояние зонд–поверхность, форма и радиус кривизны кончика зонда, наличие слоя водного адсорбата на поверхности и т.п.) [3]. В силу этого при сканировании поверхности в режиме КЗМ происходит уширение латеральных размеров измеряемых особенностей потенциала. Кроме того, при сканировании объектов с размерами, меньшими, чем пространственное разрешение, происходит занижение величин измеряемых значений потенциала объектов. Актуальной задачей является экспериментальное определение аппаратной функции при измерении потенциала методом КЗМ и выполнение с ее помощью процедуры деконволюции [4]. Это позволит повысить точность измерения потенциала и улучшить разрешающую способность при КЗМ-измерениях. Для определения аппаратной функции необходимо применять специальный тестовый образец. В настоящей работе в качестве такого образца предлагается использовать поверхность монокристаллического карбида кремния (SiC), содержащего области однослойного и двухслойного графена [5].

Предлагаемые в работе тестовые образцы представляют собой образцы SiC политипов 4H и 6H, подверг-

нутые специальному высокотемпературному отжигу [6]. В результате высокотемпературного отжига на поверхности кремниевой грани SiC формируется однослойный графен (1L-графен), а в некоторых областях возникают островки двухслойного графена (2L-графен) (рис. 1). Работа выхода двухслойного графена отличается от работы выхода однослойного графена на величину около 130 мВ, что приводит к возникновению на поверхности „островков“ потенциала высотой около 130 мВ [7]. У этих островков достаточно резкая граница, что можно использовать для определения аппаратной функции. Для этого необходимо выполнять КЗМ-сканирование островка двухслойного графена и затем извлекать профили сечения ступеньки потенциала вдоль разных направлений (рис. 1). Измеряемые профили являются сверткой реальных профилей потенциала (типа ступенька с резкой границей) $h(x)$ и аппаратной функции КЗМ $A(x)$ в данном измерении

$$h_{exp}(x) = h(x) * A(x). \quad (1)$$

Здесь и далее звездочкой обозначена операция свертки двух функций.

Если взять производную от обеих частей выражения (1) и учесть, что реальный профиль потенциала представляет собой достаточно „узкую“ ступеньку, то можно получить выражение

$$h'_{exp}(x) = h'(x) * A(x) \approx \delta(x) * A(x) = A(x), \quad (2)$$

где $\delta(x)$ — дельта-функция Дирака. Грубо говоря, производная от измеренного профиля ступеньки это и есть сечение аппаратной функции вдоль данного направления.

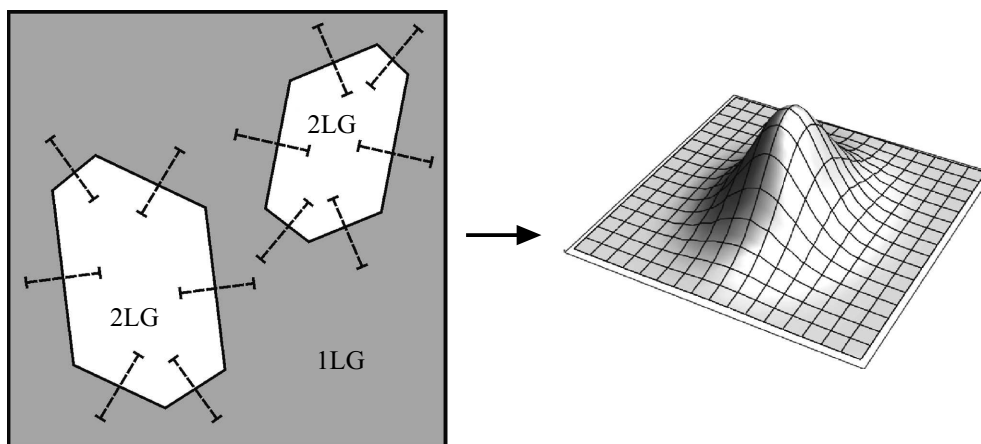


Рис. 1. Слева — схематическое изображение тестового образца SiC, покрытого однослойным графеном (1LG) и содержащего островки двухслойного графена (2LG). Штриховыми отрезками схематично обозначены положения линий сечения ступеньки потенциала между однослойным и двухслойным графеном. Справа — схематическое изображение аппаратной функции при измерении потенциала методом КЗМ.

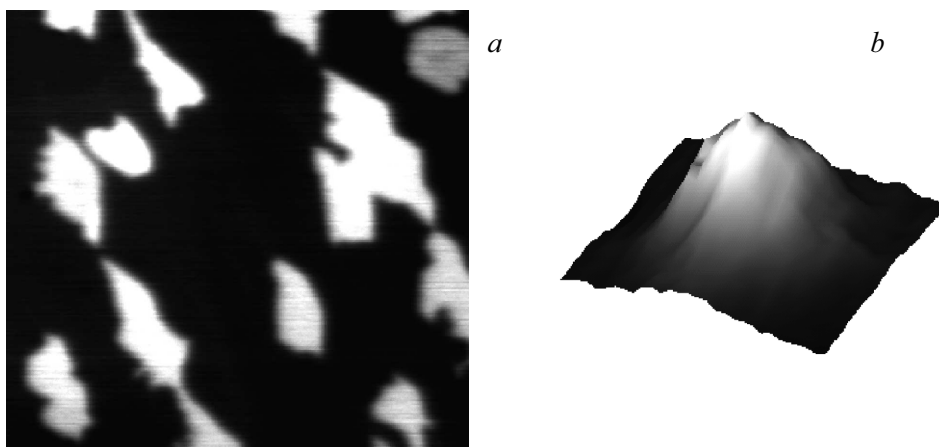


Рис. 2. *a* — КЗМ-изображение поверхности тестового образца (размер поля $4 \times 4 \mu\text{m}$), содержащего островки двухслойного графена (светлые области на изображении); *b* — аппаратная функция, определяющая латеральное разрешение метода КЗМ при измерениях данным зондом и данных условиях сканирования.

Таким образом, для построения полной аппаратной функции достаточно получить набор профилей потенциала на различных краях 2L-графенового островка потенциала (рис. 1) и затем взять производные от этих профилей. Следует отметить, что аппаратная функция не обязательно должна быть радиально симметричной в силу двух причин: 1) ось зонда, как правило, наклонена к поверхности на угол $15\text{--}25^\circ$; 2) форма зонда зачастую не является радиально симметричной и может быть, например, пирамидальной.

Полученную аппаратную функцию можно затем использовать для выполнения частичной деконволюции потенциала поверхности. Для этого можно использовать открытое программное обеспечение Gwyddion [8].

Для аккуратного измерения аппаратной функции тестовый образец должен удовлетворять ряду условий. Нанесенные на поверхность слои материала, отличающего-

ся по значению потенциала, должны обладать резкими краями. Следует отметить, что островки 2L-графена на поверхности однослойного графена на SiC удовлетворяют этому условию.

С одной стороны, размеры островков 2L-графена не должны быть слишком большими, это необходимо для того, чтобы просканированная область содержала островок целиком и можно было бы получить необходимый набор сечений вдоль разных направлений. Можно полагать, что островки с характерным латеральным размером $D = 500 \text{ nm}$ (и менее) наиболее подходят для измерений. В этом случае КЗМ-скан с дискретизацией 512×512 измеряемых точек и с шагом сканирования $\Delta = 2\text{--}4 \text{ nm}$ позволит захватить целиком островок и получить необходимые сечения с высокой дискретизацией.

С другой стороны, островки 2L-графена не должны быть слишком маленькими. Их размеры должны много-

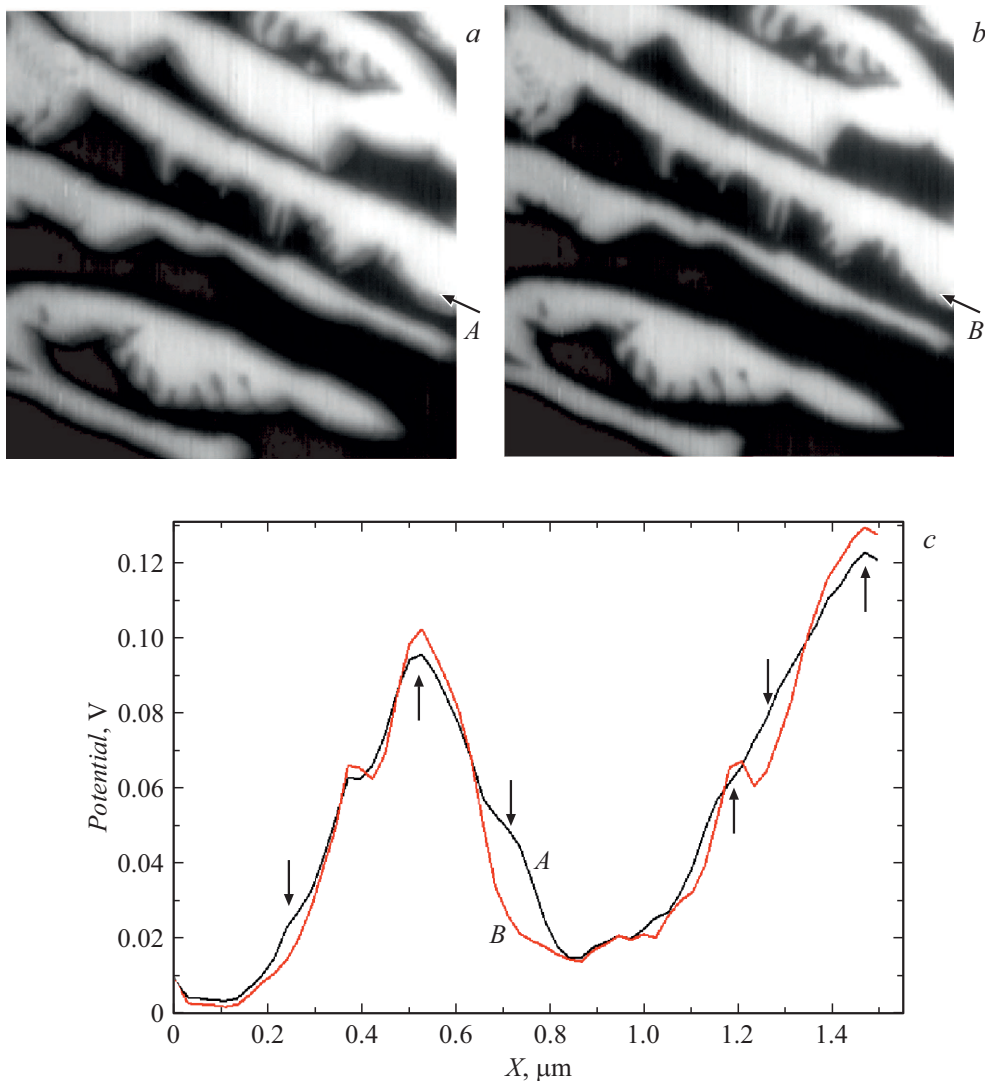


Рис. 3. *a* — КЗМ-изображение поверхности измеряемого образца (размер поля $4 \times 4 \mu\text{m}$); *b* — КЗМ-изображение той же поверхности после выполнения деконволюции; *c* — профили потенциала (*A* и *B*), взятые в местах, обозначенных стрелками на частях *a* и *b*. Стрелками на части *c* обозначены места, где измеренный КЗМ-профиль *A* отличается от профиля *B*, восстановленного в результате деконволюции.

кратно превышать характерное латеральное разрешение метода КЗМ. Как отмечалось выше, разрешение метода КЗМ зависит от ряда экспериментальных условий (расстояние зонд–поверхность, форма и радиус кривизны кончика зонда, наличие слоя водного адсорбата на поверхности) и может составлять от 30 до 100 nm. Здесь нужно оговориться, что существуют продвинутое методики КЗМ, которые позволяют достигать высоких значений пространственного разрешения (вплоть до нанометрового уровня). В настоящей работе оставим за скобками рассмотрение продвинутое методик КЗМ, для них нужны тестовые структуры другого типа. Таким образом, оптимальный размер тестовых островков для стандартного метода КЗМ составляет от 300 до 500 nm.

Кроме того, островки двухслойного графена должны встречаться на поверхности достаточно часто, чтобы

не было необходимости специально искать островки на поверхности. Это означает, что доля покрытия поверхности двухслойным графеном должна составлять от 30 до 70%. Также отметим, что зачастую на поверхности SiC островки двухслойного графена оказываются сильно вытянутыми. Как правило, направление „длинной“ оси островков совпадает с направлением ступеней на поверхности SiC [6]. Для тестовой структуры необходимо, чтобы островки двухслойного графена не были сильно вытянутыми вдоль какого-либо направления, для этого требуется специальный технологический режим роста таких образцов. Процесс выращивания графена проводился с использованием метода сублимации поверхности SiC при температуре $1750 \pm 20^\circ\text{C}$ в атмосфере аргона с давлением $750 \pm 20 \text{ Torr}$. Для роста применялись коммерческие подложки 4H-SiC с кристаллогра-

фической ориентацией рабочей грани $(0001) \pm 0.25^\circ$, которые разрезались на отдельные образцы размером 5×5 mm.

На рис. 2, *a* приведено КЗМ-изображение предлагаемого тестового образца, содержащего на поверхности SiC/графен островки двухслойного графена размером от 300 до 1000 nm. Расстояние между островками 2L-графена сопоставимо с их характерными размерами, что позволяет легко обнаружить нужный островок практически в любой точке образца. Извлекая профили вдоль различных направлений на краях островков, можно затем построить аппаратную функцию, пример которой приведен на рис. 2, *b*. Полученная аппаратная функция имеет колоколообразный вид, причем ее характерная ширина составляет величину около $L = 70$ nm. Данная величина L является латеральным разрешением метода КЗМ для данного зонда и данных условий сканирования.

Полученную аппаратную функцию можно использовать для восстановления точного значения измеряемого КЗМ-потенциала. Для этого используется процедура деконволюции измеренного КЗМ-потенциала с аппаратной функцией. На рис. 3, *a* приведено экспериментально полученное КЗМ-изображение, а на рис. 3, *b* — изображение после выполнения деконволюции. Можно заметить, что границы островков на исходном изображении слегка размыты, а на изображении после деконволюции эти границы стали более резкими. На рис. 3, *c* для сравнения приведены профили потенциала для исходного КЗМ-изображения (профиль *A*) и КЗМ-изображения после деконволюции (профиль *B*). Примерное место, где были взяты профили, отмечено стрелками на рис. 3, *a* и *b*. Можно видеть, что деконволюция исходного изображения с аппаратной функцией приводит к некоторому уменьшению латеральных размеров измеряемых особенностей. На рис. 3, *c* такие места отмечены стрелками. Кроме того, пики измеряемых особенностей потенциала на исходном изображении соответствуют меньшим значениям по сравнению со значениями, полученными после деконволюции. Так, например, в правой части профиля значение потенциальной ступеньки на 2L-графене после деконволюции приблизилось к 0.13 V, что является истинным значением потенциала для данного случая. Все это связано с тем, что при экспериментальном измерении потенциала влияние аппаратной функции приводит к уменьшению измеряемых значений потенциала и уширению измеряемых особенностей. Данная проблема может быть отчасти решена методом измерения аппаратной функции и выполнения деконволюции.

В заключение отметим, что предложен новый тип тестовой поверхности для выполнения калибровки метода Кельвин-зонд-микроскопии и определения аппаратной функции КЗМ. Тестовая поверхность представляет собой специальным образом отожженный образец SiC, покрытый однослойным графеном и содержащий на поверхности достаточно плотный массив островков двухслойного графена с размерами от 300 до 1000 nm.

Измерение профилей потенциала вдоль различных направлений на такой поверхности позволяет определить аппаратную функцию для зондовых измерений потенциала. Показано, что процедура деконволюции исходного КЗМ-изображения с измеренной аппаратной функцией позволяет несколько улучшить латеральное разрешение и более точно определять потенциал поверхности методом КЗМ.

Финансирование работы

М.С. Дунаевский и Е.В. Гушина выражают благодарность РНФ (грант 22-12-00134). С.П. Лебедев и А.А. Лебедев выражают благодарность за поддержку Министерству науки и высшего образования РФ (договор № 075-15-2021-1349).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] J. Berwanger, S. Polesya, S. Mankovsky, H. Ebert, F. Giessibl, Phys. Rev. Lett., **124** (9), 096001 (2020). DOI: 10.1103/PhysRevLett.124.096001
- [2] M.S. Dunaevskiy, P.A. Alekseev, P. Girard, E. Lahderanta, A. Lashkul, A.N. Titkov, J. Appl. Phys., **110**, 084304 (2011). DOI: 10.1063/1.3651396
- [3] H. Sugimura, Y. Ishida, K. Hayashi, O. Takai, Appl. Phys. Lett., **80**, 1459 (2002). DOI: 10.1063/1.1455145
- [4] T. Machleidt, E. Sparrer, D. Kapusi, K. Franke, Meas. Sci. Technol., **20**, 084017 (2009). DOI: 10.1088/0957-0233/20/8/084017
- [5] В.Ю. Давыдов, Д.Ю. Усачёв, С.П. Лебедев, А.Н. Смирнов, В.С. Левицкий, И.А. Елисеев, П.А. Алексеев, М.С. Дунаевский, О.Ю. Вилков, А.Г. Рыбкин, А.А. Лебедев, ФТП, **51** (8), 1116 (2017). DOI: 10.21883/FTP.2017.08.44800.8559 [V.Yu. Davydov, D.Yu. Usachov, S.P. Lebedev, A.N. Smirnov, V.S. Levitskii, I.A. Eliseyev, P.A. Alekseev, M.S. Dunaevskiy, O.Yu. Vilkov, A.G. Rybkin, A.A. Lebedev, Semiconductors, **51**, 1072 (2017). DOI: 10.1134/S1063782617080073].
- [6] A.A. Lebedev, V.Yu. Davydov, D.Yu. Usachov, S.P. Lebedev, A.N. Smirnov, I.A. Eliseyev, M.S. Dunaevskiy, E.V. Gushchina, K.A. Bokai, J. Pezoldt, Semiconductors, **52**, 1882 (2018). DOI: 10.1134/S1063782618140154
- [7] T. Filleter, K.V. Emtsev, Th. Seyller, R. Bennewitz, Appl. Phys. Lett., **93**, 133117 (2008). DOI: 10.1063/1.2993341
- [8] D. Necas, P. Klapetek, Cent. Eur. J. Phys., **10**, 181 (2012). DOI: 10.2478/s11534-011-0096-2