РАДИОФИЗИКА, ЭЛЕКТРОНИКА, АКУСТИКА

Метод восстановления потенциального профиля поверхностей, покрытых диэлектрическим слоем

И.В. Божьев,^{1, *a*} А.С. Трифонов,^{1, 2, 6} Д.Е. Преснов,^{1, 3, 4}

С.А. Дагесян, А.А. Дорофеев, И.И. Циняйкин, В.А. Крупенин¹

¹ Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, физический факультет, Центр квантовых технологий. Россия, 119991, Москва.

² Институт радиотехники и электроники имени В.А. Котельникова РАН (ИРЭ РАН). Россия, 125009, Москва. ³ Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,

Научно-исследовательский институт ядерной физики имени Д.В. Скобельцына. Россия, 119991, Москва.

⁴ Институт нанотехнологий микроэлектроники РАН. Россия, 119991, Москва.

Поступила в редакцию 13.08.2019, после доработки 08.10.2019, принята к публикации 15.10.2019.

Предложен метод усиления сигнала для режима сканирующего зондового микроскопа, при котором одновременно с топографией измеряется распределение поверхностного потенциала образца с помощью локального зонда на основе полевого транзистора с каналом-нанопроводом. Применение метода особенно актуально при исследовании электрического потенциала поверхности в случае, когда она закрыта слоем диэлектрика, сильно ослабляющим электрическое поле детектируемых электрических зарядов. Метод заключается в нанесении поверх диэлектрического слоя тонкой пленки хрома (R > 10 кОм, толщина ~ 7 нм), состоящей из небольших проводящих гранул, разделенных туннельными барьерами. На примере изготовленных тестовых структур экспериментально показано, что можно восстановить сигнал, ослабленный диэлектрическим слоем, на 70–80%. Проведенные оценки показали, что порог чувствительности транзисторов, интегрированных на зонд сканирующего зондового микроскопа, лежит в пределах 2–5 мВ в единичной полосе частот на частоте 100 Гц.

Ключевые слова: сканирующая зондовая микроскопия, полевой транзистор с каналом-нанопроводом, локальный зарядовый/полевой сенсор, кремний на изоляторе, зарядовая чувствительность. УДК: 620.184. PACS: 07.79.-v, 07.07.Df, 62.23.H, 68.37.-d, 81.16.-c, 85.30.T.

введение

В последние два десятилетия исследования в микроэлектронике, биологии, химии и медицине тесно связаны с изучением свойств наноразмерых или наноструктурированных объектов. Часто при создании и изучении таких систем требуется проведение высокочувствительного неразрушающего анализа пространственного распределения профиля электрического потенциала с высоким (нанометровым) пространственным разрешением.

Существует ряд методик сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) высокого разрешения для картирования электрических свойств твердотельных или мягких поверхностей [1-14]. Электростатическая силовая микроскопия и силовая микроскопия зонда Кельвина основаны на эффекте электростатического взаимодействия между смещенным зондом и образцом для расчета количественного значения электрического потенциала. Эти методы демонстрируют разрешение по потенциалу в несколько милливольт при низких температурах [2]. Сканирующая емкостная микроскопия использует только электрические измерения [3, 4] и имеет тот же уровень разрешения. Также имеются работы [5-11], в которых на вершине зонда СЗМ были изготовлены активные электрические датчики для изучения электрических свойств образца независимо от его топографических измерений. Эти датчики включают в себя резистивный дат-

чик [5], полевые транзисторы, изготовленные с использованием КМОП-совместимых технологий [6] или методом фокусированного ионного пучка [7, 8], одноэлектронные транзисторы [9, 10], наноэлектромеханические устройства [11]. Еще одним кандидатом на использование локального датчика или датчика для СЗМ является полевой транзистор, у которого канал-нанопровод модифицирован специальными молекулами-ключами. В основном такие транзисторы широко использовались для разработки высокочувствительных биосенсоров для обнаружения чрезвычайно низких концентраций специфических молекул (белков, ДНК, РНК) в биологических системах [15-20]. В частности, использование метода дополнительной модификации поверхности нанопровода небольшими (5 нм) проводящими золотыми частицами позволило значительно повысить чувствительность разработанного сенсора [20, 21]. Наиболее чувствительным зарядно-полевым устройством является одноэлектронный транзистор, работающий только при низких температурах [22]. Полевые транзисторы работают в широком диапазоне температур от мК до комнатной температуры. При уменьшении размера канала-нанопровода до 20-30 нм транспорт в них становится одноэлектронным и реализуется через одиночные примесные атомы [23-25]. Экспериментально продемонстрированная чувствительность к заряду сканирующего устройства на основе полевого транзистора при комнатной температуре составляет от сотен [26] до десятков электронов [6, 8, 27]. Теоретически чувствительность к заряду полевого

^{*a*} E-mail: bozhjev.ivan@physics.msu.ru

⁶ E-mail: trifonov.artem@physics.msu.ru

транзистора с каналом-нанопроводом на несколько порядков меньше, чем заряд одиночного электрона [28, 29]. Экспериментально была продемонстрирована чувствительность к заряду 4×10^{-5} е / Гц^{-1/2} при 25 К (2 кГц) для полевого транзистора с каналомнанопроводом из InAs диаметром 28 нм [28].

Авторами был продемонстрирован прототип зондового устройства [30, 31] для СЗМ, представляющий собой чип, на котором изготовлен транзистор с каналом-нанопроводом, находящийся на расстоянии менее чем в 20 нм от угла чипа. Это острие чипа являлся также зондом СЗМ, работающего в режиме резонатора камертонного типа (tuning fork mode). Ток через полевой транзистор с каналомнанопроводом зависит от внешнего электрического поля, источником которого является исследуемый образец. Таким образом, ток через полевой транзистор пропорционален величине электрического поля (электрического потенциала, заряда) образца. Было достигнуто разрешение профиля потенциала исследуемой поверхности лучше, чем 10 мВ в полосе 100 Гц, при этом пространственное разрешение составило 10 нм в плоскости и 0.5 нм по высоте.

В настоящей работе предлагается метод детектирования электрического потенциала в случае, когда поверхность образца закрыта слоем диэлектрика, сильно ослабляющим электрическое поле детектируемых электрических зарядов.

1. ЭКСПЕРИМЕНТ И РЕЗУЛЬТАТЫ

Процесс изготовления полевого транзистора с каналом-нанопроводом подробно описан в [29–32]. Структура формировалась в верхнем слое кремния на изоляторе с использованием методов электроннолучевой литографии и реактивно-ионного травления.

Для сканирования поверхности использовался сканирующий зондовый микроскоп SmartSPM-1000 производства компании Aist-NT (Зеленоград, Россия). При сканировании локального потенциального профиля образца чипом с нанопроводом на конце в качестве датчика силового взаимодействия с поверхностью образца был использован часовой кварцевый резонатор, имеющий форму камертона. Такой камертон является пьезоэлектрическим устройством: при механических колебаниях он генерирует электрическое напряжение. Возбуждение резонатора осуществляется механическим способом: камертон раскачивается за счет колебаний пьезоэлемента, встроенного в держатель зондового микроскопа. Раскачка осуществляется на резонансной частоте камертона. При взаимодействии с поверхностью характер колебаний камертона меняется, что приводит соответственно к изменению параметров генерируемого напряжения (амплитуды, фазы, частоты). Эти параметры используются в качестве сигналов обратной связи. Наилучшим оказался сигнал «Фаза». Отслеживание поверхности по сигналу «Амплитуда» оказалось более шумным за счет флуктуаций вынужденных колебаниях кварцевого резонатора. Отслеживание поверхности по сигналу «Частота» оказалось более шумным и более медленным за счет невысокой добротности системы резонатор — чип, имеющей широкий резонансный пик с пологим максимумом.

К нижней ножке камертона приклеивается чип с нанопроводом на конце. При этом силовое взаимодействие с поверхностью реализуется тем кончиком чипа, рядом с которым расположен нанопровод. Расстояние между острием сканирующего чипа и поверхностью образца в момент измерения сигнала составляло 1-2 нм. Тестовые структуры для демонстрации возможности детектирования зарядов, отделенных от зонда с полевым транзистором диэлектрическим слоем, изготавливались на пластине из термоокисленного (300 нм) кремния стандартными методами взрывной литографии: на поверхности пластины в слое позитивного слоя электронного резиста ПММА с помощью электронной литографии (автоэмиссионный сканирующий электронный микроскоп Supra 40 (Carl Zeiss), оборудованный литографической приставкой Elphy-Quantum (Raith)) формировался рисунок тестовой структуры в виде соединенных линий различной ширины и формы. Металлизация производилась методом электроннолучевого испарения [33]. Наносилось два металлических слоя Cr и Au толщиной 15 нм и 5 нм соответственно с последующим удалением участков металлической пленки в процессе «взрыва» (lift-off). Микрофотография изготовленной структуры представлена на рис. 1.

Затем половина площади образца со сформированной металлической структурой покрывалась оксидом кремния (SiO₂) толщиной 20 нм. Маской служил слой позитивного электронного резиста ПММА, экспонированный в глубоком ультрафиолетовом диапазоне ($\lambda = 210$ нм). После этого аналогичная резистная маска формировалась еще раз на развернутом на 90° образце и проводилось напыление тонкой пленки хрома толщиной ~ 7 нм. Напыление проводилось методом электронно-лучевого испарения Cr в атмосфере кислорода. Режим напыления хрома подбирался таким образом, чтобы образующие пленку гранулы хрома размером 10-15 нм были разделены туннельными барьерами [34-36], обеспечивая высокую резистивность слоя ($R_{\text{квадрат}} > 10 \,\text{кOm}$). На рис. 2 представлена фотография окончательной структуры образца, в центре которого сходятся 4 области: полностью открытые металлические элек-



Рис. 1. Фотография в электронном микроскопе части центральной структуры (вся структура показана на рис. 2)



Рис. 2. Фотография в оптическом микроскопе структуры образца. Обозначены три четверти образца, накрытые пленками: левая — 20 нм SiO₂, правая — 7 нм Cr, нижняя — SiO₂+Cr

троды (рис. 1, сверху), покрытые слоем SiO₂ (рис. 2, слева), покрытые слоем Cr (рис. 2, справа), покрытые двумя пленками — SiO₂ и Cr (рис. 2, снизу).

На изготовленную проводящую структуру подавалось постоянное напряжение от -7 до +7 В. Область сканирования выбиралась так, чтобы в кадр попадали две либо все четыре обрасти, показанные на рис. 2. При различных значениях напряжения на структуре одновременно измерялись топография и отклик полевого сенсора (изменение тока через нанопровод). Схема электрических подключений представлена на рис. 3. Результаты показаны на рис. 4 и 5.

2. ОБСУЖДЕНИЕ

Диэлектрический слой ослабляет проходящее через него электрическое поле в ε раз (ε — диэлектрическая проницаемость). Величина є для диоксида кремния колеблется от 4.0 до 4.5. Рис. 4 демонстрирует эффект ослабления: области тестовой структуры, закрытые тонким слоем диэлектрика дают существенно ослабленный сигнал полевого сенсора. Для компенсации этого эффекта поверх слоя диэлектрика была нанесена тонкая резистивная пленка хрома, состоящая из небольших проводящих гранул, отделенных друг от друга диэлектрическими туннельными барьерами из оксида хрома (рис. 2, нижняя часть). Металлические гранулы «восстанавливали» заряд на поверхности диэлектрика, заряжаясь противоположным знаком и таким образом ослабляли эффект подавления электрического поля. Изменение тока через канал транзистора при перемещении полевого сенсора от края на середину проводящей полоски составляло величину 40 ± 8 у.е. для области не закрытой слоем диэлектрика и величину 30 ± 7 у.е. для области, закрытой слоями диэлектрика и хромовой пленки. Таким образом, нанесение гранулированной пленки хрома позволяло восстановить сигнал, ослабленный диэлектрическим слоем, на 70-80%.



Рис. 3. Схема электрических подключений эксперимента: 1, 2 — сток—исток полевого транзистора зонда, 3 — напряжение затвора полевого транзистора, 4 — напряжение на проводящей структуре, 5 — земля



Рис. 4. Влияние диэлектрического слоя SiO₂ на напряженность электрического поля над образцом: (*a*) топография; (*б*) — распределение тока через нанопровод; (*в*) — сечения на карте распределения тока, обозначенные цветными линиями на рис. 4, *a* и 4, *б*. Напряжение стокисток 200 мВ, напряжение управляющего электрода 0 мВ, напряжение на тестовой структуре +7000 мВ. Правая часть кадра — накрытая диэлектриком область, левая ненакрытая

Перед измерением топографии и карты распределения тока через полевой сенсор определялись параметры полевого транзистора (напряжение сток исток и напряжение на его управляющем электроде), при которых достигалась максимальная чувствительность к внешнему полю. Как показали измерения, для большинства изготовленных транзисторов их оптимальные рабочие области находились в зоне небольших напряжений между истоком и стоком (50-200 мВ) и напряжениях управляющего электрода 4-7 В. Определяя из измеренных затворных



Рис. 5. Влияние гранулированной резистивной пленки хрома на напряженность электрического поля над образцом. (*a*) — топография; (*б*) — распределение тока через нанопровод; (*в*) — сечения на карте распределения тока, обозначенные цветными линиями на рис. 5, *a* и 5, *б*. Напряжение сток—исток 50 мВ, напряжение управляющего электрода 1000 мВ, напряжение на тестовой структуре –5000 мВ. Правая верхняя часть кадра — полностью открытая тестовая структура, правая нижняя — накрытая только гранулированной пленкой, левая нижняя — накрытая и диэлектриком и гранулированной пленкой, левая верхняя — накрытая только диэлектриком

характеристик (dI/dV_3) зависимость тока (I) через транзистор от управляющего напряжения (V_3) при фиксированном напряжении сток—исток максимальную крутизну, можно оценить порог чувствительности транзистора по отношению к затворному напряжению:

$$dV_{
m 3}=V/(R_{
m OC} imes dI/dV_{
m 3})$$
 в полосе частот 1 Гц,

где V — шум напряжения на выходе токового усилителя, R_{OC} — сопротивление обратной связи токового усилителя. Проведенные оценки показали, что порог чувствительности транзисторов, интегрированных на оконечность кантилевера, лежит в пределах 2–5 мВ в единичной полосе частот на частоте 100 Гц.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Для режима сканирующего зондового микроскопа, при котором одновременно с топографией измеряется распределение поверхностного потенциала с помощью полевого транзистора с каналом-нанопроводом, предложен метод усиления регистрируемого электрического сигнала в случае, когда поверхность образца закрыта слоем диэлектрика, сильно ослабляющим электрическое поле детектируемых электрических зарядов. Метод заключается в нанесении поверх диэлектрического слоя высокорезистивной $(R_{\rm квадрат} > 10 \, {\rm кOm})$ пленки хрома толщиной $\sim 5 \, {\rm нm},$ которая состоит из небольших гранул хрома размером 10-15 нм, разделенных туннельными барьерами. На примере изготовленных модельных структур экспериментально показано, что метод позволяет восстановить сигнал, ослабленный диэлектрическим слоем, на 70-80%. Проведенные оценки показали, что порог чувствительности транзисторов, интегрированных на зонд СЗМ, лежит в пределах 2-5 мВ в единичной полосе частот на частоте 100 Гц.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (РНФ, грант № 16-12-00072). И.В. Божьев выражает отдельную благодарность фонду развития теоретической физики и математики «БАЗИС».

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Nonnenmacher M., o'Boyle M. P., Wickramasinghe H. K. // Applied Physics Letters. 1991. 12. P. 2921.
- Ligowski M., Moraru D., Anwar M. et al. // Applied Physics Letters. 2008. 93. 142101.
- 3. Williams C. C., Hough W. P., Rishton S. A. // Applied Physics Letters. 1989. 55. P. 203.
- Matey J. R., Blanc J. // Applied Physics Letters. 1985.
 57, N 5. P. 1437.
- 5. *Park H., Jung J., Min D.* et al. // Applied Physics Letters. 2004. **84**, N 10. P. 1734.
- Ko H., K. Ryu, H. Park et al. // Nano Letters 2011 11, N 4. P. 1428.
- Lee S. H., Lim G., Moon W. et al. // Ultramicroscopy. 2008. 108, N 10. P. 1094.

- 8. Shin K., Kang D., Lee S. et al. // Ultramicroscopy. 2015. 159. P. 1.
- 9. Brenning H. T., Kubatkin S. E., Erts D. et al. // Nano Letters. 2006. 6, N 5. P. 937.
- Yoo M. J., Fulton T. A., Hess H. F. et al. // Science 1997 276, N 5312. P. 579.
- Mo Li, Tang H.X., Roukes M.L. // Nature Nanotechnology. 2007. 2. P. 114.
- 12. Cui X., Freitag M., Martel R. et al. // Nano Letters. 2003. 3, N 6. P. 783.
- Coffey D. C., Ginger D. C. // Nature Materials. 2006. 5. P. 735.
- 14. Borgani R., Forchheimer D., Bergqvist J. et al. // Applied Physics Letters. 2014. **105**. 143113.
- 15. Maehashi K., Katsura T., Kerman K. et al. // Analytical Chemistry. 2007. **79**. P. 782.
- 16. Chen K., Li B., Chen Y. // NanoToday. 2011. 6. P. 131.
- 17. Kim D., Jeong Y., Park H. et al. // Biosensors and Bioelectronics. 2004. 20. P. 69.
- Yan R., Park J., Choi Y. et al. // Nature Nanotechnology. 2012. 7. P. 191.
- Qing Q., Jiang Z., Xu L. et al. // Nature Nanotechnology. 2014. 9. P. 142.
- Presnova G., Presnov D., Krupenin V. et al. // Biosensors and Bioelectronics. 2017. 88. P. 283..
- Rubtsova M. Yu., Presnova G. V., Krupenin V. A. et al. // «Biosensors 2016», Procedia Technology 27. P. 234.
- Krupenin V.A., Presnov D.E., Zorin A.B. et al. // Physica B. 2000. 284. P. 1800.
- Shorokhov V. V., Presnov D. E., Amitonov S. V. et al. // Nanoscale. 2017. 9, N 2. P. 613.
- Dagesyan S. A., Shorokhov V. V., Presnov D. E. et al. // Nanotechnology. 2017. 28, N 22. 225304.
- Преснов Д. Е., Дагесян С. А., Божьев И.В. и др. // Вестн. Моск. ун-та. Физ. Астрон. 2019. № 2. С. 64. (Presnov D. E., Dagesyan S. A., Bozhev I. V. et al. // Moscow Univ. Phys. 2019. 74, N 22. P. 165.)
- 26. Stern J. E., Terris B. D., Mamin H. J. et al. // Applied Physics Letters. 1988. 53. P. 2717.
- 27. Domansky K., Leng Y., Williams C. C. et al. // Applied Physics Letters. 1993. 63. P. 1513.
- Salfi J., Savelyev I., Blumin M. et al. // Nature nanotechnology. 2010. 5, N 10. P. 737.
- 29. Presnov D. E., Amitonov S. V., Krutitskii P.A. et al. // Beilstein Journal of Nanotechnology. 2013. 4. P. 330.
- Trifonov A. S., Presnov D. E., Bozhev I. V. et al. // Ultramicroscopy. 2017. 179. P. 33.
- Presnov D. E., Bozhev I. V., Miakonkikh A. V. et al. // Journal of Applied Physics. 2018. 123, N 5. 054503.
- Presnov D. E., Amitonov S. V., Krupenin V.A. et al. // Microelectron. 2012. 41. P. 310.
- 33. Harsha K. S. S. // Elsevier, Great Britain. 2006. P. 400.
- Krupenin V.A., Zalunin V.O., Zorin A.B. // Microelectronic Engineering 2005 81, N 2–4. P. 217.
- Krupenin V.A., Zorin A.B., Savvateev M.N. et al. // Journal of Applied Physics. 2001. 90, N 5. P. 2411.
- Krupenin V.A., Zorin A.B., Presnov D.E. et al. // Physics Uspekhi. 2001. 44. P. 113.
- Clement N., Nishiguchi K., Dufreche J.F. et al. // Applied Physics Letters 2011 98, N 1. 014104.
- Rychen J., Ihn T., Studerus P. et al. // Review of Scientific Instruments. 1999. 70. P. 2765.
- Дагесян С. А., Шорохов В. В., Преснов Д. Е. и др. // Вестн. Моск. ун-та. Физ. Астрон. 2017. № 5. С. 32. (Dagesyan S. A., Shorokhov V. V., Presnov D. E. et al. // Moscow Univ. Phys. Bull. 2017. 72, N 5. P. 474.)

РАДИОФИЗИКА, ЭЛЕКТРОНИКА, АКУСТИКА

A Method for Reconstructing the Potential Profile of Surfaces Coated with a Dielectric

I.V. Bozhev^{1,a}, A.S. Trifonov^{1,2,b}, D.E. Presnov^{1,3,4}, S.A. Dagesyan¹, A.A. Dorofeev¹, I.I. Tsiniaikin¹, V.A. Krupenin¹

¹Quantum Technology Centre, Faculty of Physics, Lomonosov Moscow State University. Moscow 119991, Russia.

²Kotel'nikov Institute of Radioengineering and Electronics, RAS. Moscow 125009, Russia.

³D. V. Skobeltsyn Institute of Nuclear Physics, Lomonosov Moscow State University. Moscow 119991, Russia. ⁴Institute of nanotechnology of microelectronics, RAS. Moscow 119991, Russia.

E-mail: ^abozhjev.ivan@physics.msu.ru, ^btrifonov.artem@phys.msu.ru.

We propose a method of signal amplification for the scanning probe microscope mode, in which the distribution of the surface potential of a sample is measured simultaneously with topography using a local probe based on a field-effect transistor with a nanowire channel. The application of a method is especially relevant in the study of the electric potential of the surface in the case when it is covered with a dielectric layer that strongly weakens the electric field of the detected electric charges. A key feature of the method is in additional coating the surface of the dielectric layer with thin film of chromium ($R_{square} > 10 \, k\Omega$; a film thickness is ~ 7 nm). This film consists of small conductive granules separated by tunnel barriers. It was experimentally shown on the fabricated test structures that a signal attenuated by a dielectric layer can be restored by 70–80%. We estimated the sensitivity of transistors integrated into the probe of a scanning probe microscope in the range of 2–5 mV in single frequency band at a frequency of 100 Hz.

Keywords: scanning probe microscopy, field-effect transistor with nanowire channel, local charge/field sensor, silicon-on-insulator, electrical charge sensitivity.

PACS: 07.79.-v, 07.07.Df, 62.23.H, 68.37.-d, 81.16.-c, 85.30.T. Received 13 August 2019.

English version: Moscow University Physics Bulletin. 2020. 75, No. 1. Pp. 70-75.

Сведения об авторах

- 1. Божьев Иван Вячеславович аспирант; тел.: (495) 939-33-43, e-mail: bozhjev.ivan@physics.msu.ru.
- 2. Трифонов Артем Сергеевич канд. физ.-мат. наук, ст. науч. сотрудник; тел.: (495) 939-30-14, e-mail: trifonov.artem@physics.msu.ru.
- 3. Преснов Денис Евгеньевич канд. физ.-мат. наук, ст. науч. сотрудник; тел.: (495) 939-30-14, e-mail: denis.presnov@physics.msu.ru.
- 4. Дагесян Саркис Арменакович канд. физ.-мат. наук, мл. науч. сотрудник; тел.: (495) 939-59-35, e-mail: dagesyan@physics.msu.ru.
- 5. Дорофеев Александр Андреевич аспирант; тел.: (495) 939-39-88, e-mail: aa.dorofeev@physics.msu.ru.
- 6. Циняйкин Илья Иванович аспирант; тел.: (495) 939-39-88, e-mail: ii.tcinyaykin@physics.msu.ru.
- 7. Крупенин Владимир Александрович доктор физ.-мат. наук, вед. науч. сотрудник; тел.: (495) 939-30-14, e-mail: krupenin@physics.msu.ru.