



СКАНИРУЮЩАЯ МИКРОВОЛНОВАЯ МИКРОСКОПИЯ: УНИКАЛЬНЫЙ МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ В НАНОДИАПАЗОНЕ

Ш.Ву, Д-р / shijie_wu@agilent.com

Компания Agilent Technologies разработала новый измерительный метод – сканирующую микроволновую микроскопию (СММ), которая уже удостоена ряда престижных наград. СММ объединяет широкие возможности измерений электрических величин микроволновым векторным анализатором цепей (ВАЦ) с наноразмерным пространственным разрешением атомно-силового микроскопа (АСМ). Этот инновационный метод может эффективно применяться при проведении разнообразных исследовательских работ.

Помимо возможности комплексного измерения сопротивления (активного и реактивного), СММ – единственный метод атомно-силовой микроскопии, который обеспечивает количественные измерения электрической емкости и концентрации легирующих примесей. Стандартные образцы для точной количественной оценки свойств материалов и устройств разработаны специалистами Agilent в сотрудничестве с американским Национальным институтом стандартов и технологий (National Institute of Standards and Technology – NIST).

УСТАНОВКА СММ

Сканирующий микроволновый микроскоп состоит из АСМ, сопряженного с ВАЦ производства Agilent [1]. СВЧ-сигнал от анализатора цепей проходит через резонансный контур и поступает на проводящий зонд АСМ, который контактирует с исследуемым образцом. Зонд также служит приемником отраженного от точки контакта СВЧ-сигнала. Измеренные анализатором цепей значения комплексного коэффициента отражения S_{11} и полные сопротивления образца в каждой точке сканирования могут сопоставляться с топограммой поверхности.

Для формирования согласованного резонансного контура, параллельно нагрузке 50 Ом установлен полуволновой трансформатор импеданса. Этот контур не только улучшает опознавание пиков сигнала, но и значительно расширяет

SCANNING MICROWAVE MICROSCOPY: UNIQUE METHOD ENABLES MEASUREMENTS AT THE NANOSCALE

S.Wu, Ph.D. / shijie_wu@agilent.com

An innovative and award-winning imaging technique, scanning microwave microscopy (SMM) mode, is discussed in this article. Developed by Agilent Technologies, SMM mode combines the comprehensive electrical measurement capabilities of a microwave vector network analyzer (VNA) with the nanoscale spatial resolution of an atomic force microscope (AFM). This groundbreaking AFM mode of operation offers unprecedented utility for a diverse set of applications.

In addition to enabling complex impedance (i.e., resistance and reactance) measurements, SMM is the only AFM-based technique that can be used to acquire calibrated capacitance and dopant density measurements. Researchers from Agilent collaborated with the National Institute of Standards and Technology (NIST) in the United States to establish special calibration standards, which allow quantitative assessment of material and device properties via SMM.

SMM SETUP

A scanning microwave microscope consists of an Agilent AFM interfaced with an Agilent vector network analyzer [1]. A microwave signal is sent directly from the network analyzer and transmitted through a resonant circuit to a conductive AFM probe that is in contact with a sample being scanned. The probe also serves as a receiver to capture the reflected microwave signal from the contact point. By directly measuring the complex reflection coefficient from the network analyzer, known as the S_{11} parameter, the impedance of the sample at each scanned point can then be mapped simultaneously with the surface topography. A half-wavelength impedance transformer is placed directly across a 50Ω load to form a matched resonance circuit. Combined with enhanced peak detection, this circuit significantly increases the dynamic range and sensitivity of the impedance measurement. With a superimposed low-frequency modulation, changes in the capacitance as a result of depletion of carriers



динамический диапазон и чувствительность измерения полных сопротивлений. При модуляции наложением низкочастотного сигнала изменение емкости в результате истощения носителей заряда в полупроводниковом образце или характеристика dC/dV также могут быть определены в полуконтактном режиме работы АСМ, контроллер которого включает цифровые синхронные усилители.

Программное обеспечение контролирует все каналы сбора данных, включая информацию о топографии от контроллера АСМ, амплитуду и фазу коэффициента отражения от анализатора цепей, а также компоненты dC/dV от контроллера полуконтактного режима АСМ. В отличие от приборов некоторых других производителей, в АСМ Agilent применяется не 16-битное, а 32-битное кодирование данных. Это обеспечивает лучшие динамический диапазон и разрешение при исключительно высокой точности измерений. Использование соответствующих стандартных образцов дает возможность количественно измерять значения емкости и плотности легирующих примесей [1].

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ СММ

Измерения по методу СММ выполняются на фиксированной частоте. Эта частота задается пользователем в диапазоне 2–20 ГГц при максимальном отношении сигнал/шум и лучшей чувствительности измерений. Возможности СММ расширяет модуль измерения профиля распределения легирующей примеси (МИПЛП), который служит для определения калиброванного абсолютного значения концентрации легирующих примесей, что важно для физических исследований в области перспективных устройств.

Для измерения профиля распределения легирующей примеси СВЧ-сигнал от ВАЦ делится в МИПЛП на две составляющие: первая усиливается и используется в качестве локального генератора (ЛГ) сигнала для смесителя dC/dV ; вторая усиливается и передается по главному каналу на острие зонда АСМ, куда также поступает низкочастотный (радиочастотный – РЧ) сигнал от внешнего источника, например, генератора функций.

В связи с изменением емкости образца при воздействии РЧ-сигнала СВЧ-сигнал отражается и модулируется с частотой РЧ. Отраженный модулированный СВЧ-сигнал также делится на две составляющие. Первая усиливается и направляется на внутренний смеситель МИПЛП, где смешивается с сигналом ЛГ и демодулируется. Этот

in a semiconductor sample, or dC/dV , can also be obtained at the same time with an AC mode controller containing digital lock-in amplifiers.

The software controls data acquisition of all channels, including topography from the AFM controller, amplitude and phase of the reflection coefficient from the network analyzer, and the dC/dV components from the AC mode controller. The software saves all data in 32 bits, rather than 16 bits, which is often used in other AFMs. This completely overcomes the limitations of 16-bit data's dynamic range and resolution, allowing extremely delicate measurements. Using the appropriate calibration standards, the system is capable of performing quantitative measurements on capacitance and dopant density [1].

SMM OPERATION

SMM measurement is done at a fixed microwave frequency. However, a wide range of excitation frequencies (2 GHz to 20 GHz) is available to ensure that SMM users can select the optimal frequency to maximize the signal-to-noise ratio and achieve the best sensitivity. A special dopant profile measurement module (DPMM) is available to extend the capabilities of SMM mode to provide calibrated, absolute measurement of dopant densities, critical for advanced device physics studies.

For dopant profile measurement, the microwave signal from the VNA is divided into two parts within the DPMM. The first part is amplified and used as the local oscillator (LO) signal for the dC/dV mixer. The second part is amplified and sent through the main arm of the coupler to the AFM probe tip, where a low-frequency (radio frequency, RF) signal is also applied to the tip from an external source (e.g., a function generator).

Due to changes in the capacitance of the sample induced by the RF signal, the microwave signal is reflected and modulated at a rate equal to the RF frequency. The reflected, modulated microwave signal is then divided into two parts as well. The first signal is amplified and directed to the DPMM internal mixer, where it is mixed with the LO signal and demodulated. This demodulated signal is further processed using a lock-in amplifier for dC/dV amplitude and phase signal, which give the information of the dopant and its concentration in the sample. The second part of the reflected microwave signal is amplified and delivered to the VNA receiver, and is used to measure the capacitance of the sample. Therefore, SMM is capable of obtaining capacitance and dC/dV images simultaneously.



демодулированный сигнал затем преобразуется синхронным услителем в сигнал амплитуды и фазы dC/dV , который содержит информацию о легирующих примесях и их концентрации в исследуемом образце. Вторая составляющая отраженного СВЧ-сигнала, усиленная и направленная приемному устройству ВАЦ, используется для оценки емкости образца. Таким образом, СММ позволяет одновременно измерять емкость и параметр dC/dV .

СММ-ОТОБРАЖЕНИЕ ЛЕГИРОВАННОЙ СТРУКТУРЫ ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ УСТРОЙСТВ

В полупроводниковых приборах носители заряда в легированной области вблизи контактного электрода могут накапливаться или истощаться, в зависимости от смещения по постоянному току [2, 3]. При приложении переменного напряжения V_{AC} , близкого фиксированному рабочему потенциалу V_{DC} , в ответ на модуляцию V_{AC} наблюдается изменение емкости dC [4]. Значение V_{DC} обычно выбирают в точке, где кривая $C-V$ имеет наибольший наклон, что близко напряжению, соответствующему плоским энергетическим зонам, – тогда обеспечивается максимальная чувствительность. При этих условиях высокое значение dC/dV соответствует низкой концентрации носителей, а низкое dC/dV – высокой концентрации носителей. Очевидно, что для кремния как p -типа, так и n -типа при одинаковой концентрации носителей заряда значения dC/dV одинаковы по величине, но различны по знаку (положительные для p -типа и отрицательные для n -типа). Таким образом, индекс модуляции отраженного СВЧ-сигнала (то есть величина и фаза модулированного сигнала, измеренного по методу СММ) может быть использован для характеристики структуры и типа легирующих примесей в полупроводниковых элементах.

Как отмечалось ранее, метод СММ позволяет одновременно оценивать и электрическую емкость, и параметр dC/dV . На рис.1 представлены результаты измерения емкости (амплитуда ВАЦ) и dC/dV интегральной схемы (ИС) [4]. Рис.1а показывает очевидные различия тонких легированных слоев в активных областях элемента. Резкий контраст в изображении фаз dC/dV на рис.1б подтверждает наличие в структуре полупроводника сильно легированных слоев. Профиль, представленный на рис.1с, соответствует вертикальной зеленой линии на рис.1б. Согласно результатам измерений, различные зоны ИС имеют фазовый сдвиг 180° , что подтверждает доминирование в них разных

SMM IMAGING OF DOPANT STRUCTURES OF SEMICONDUCTOR DEVICES

In the case of semiconductor devices, the mobile charge carrier in the doped region can either accumulate or deplete in the vicinity of a contact electrode depending on the DC bias applied [2, 3]. By applying an AC voltage, V_{ac} , around a fixed working potential, V_{dc} , a change of capacitance dC in response to the modulation voltage V_{ac} will be introduced [4]. V_{dc} is usually chosen at that point where the $C-V$ curve has the largest slope, which is around the flatband voltage. In this way, maximum sensitivity is achieved. Under these conditions, a higher dC/dV value corresponds to low carrier concentrations, while a lower dC/dV value corresponds to higher carrier concentrations. It is also clear that for both p - and n -type Si, dC/dV is the same in magnitude but of opposite sign (positive for p -type, negative for n -type) for identical carrier concentrations. Therefore, the modulation index of the reflected microwave signal (i.e., the magnitude and phase of the modulated signal measured by SMM) can be used to characterize the structure and type of dopant in semiconductor devices.

As stated earlier, SMM mode can be utilized to obtain capacitance and dC/dV images simultaneously. Capacitance (VNA amplitude) and dC/dV images of an integrated circuit (IC) sample are presented in fig.1 [4]. The capacitance image, fig.1a, clearly reveals differences in the varied shallow doping that constructs devices within the active areas. Dramatic contrast difference in the dC/dV phase image, fig.1b, confirms the presence of sub-surface highly doped layers. A vertical line profile across the phase image (as indicated by the green line in fig.1b) is displayed in fig.1c. The measurement shows that the different bands in the IC are 180 degrees in phase mode, which suggests that those two different regions of the sample are dominated by opposite charge carriers, in correspondence to the existing bands of n -type buried layer (NBL) and p -type buried layer (PBL) under the active components. The circuitry map is also overlaid atop the VNA amplitude image to show the regions of the NBL and PBL. A small difference in capacitance can be seen between the two regions.

SMM IMAGING OF HIGHLY DOPED MARKER LAYERS IN GaN ON SAPPHIRE

Here, SMM is used to investigate the quality of GaN (gallium nitride, a III-V compound semiconductor with a wide bandgap) films and the origin of unintentionally doped regions in the films grown on a sapphire substrate.

Fig.2 shows SMM topography, a capacitance map, a dopant density map of the film cross-section, and

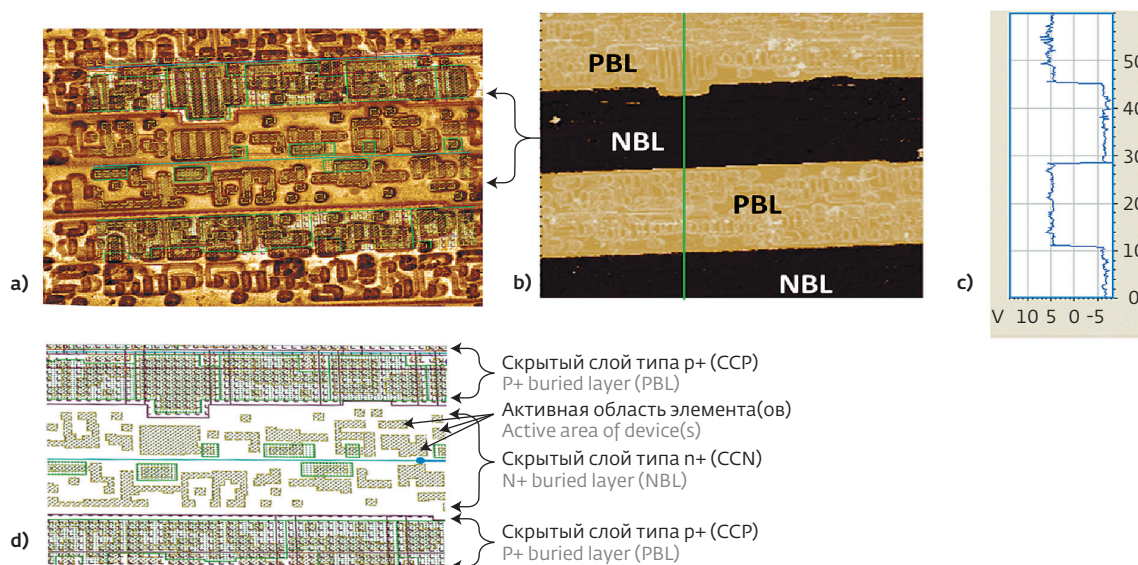


Рис.1. Измерение образца ИС с биполярной комплементарной МОК-структурой по методу СММ: а – емкость; б – фаза dC/dV ; с – профиль по сечению, обозначенному зеленой линией; д – схема образца ИС. При подготовке образца были определены легированные области активных элементов. Структура ИС включает слаболегированную р-подложку с эпитаксиальным слоем толщиной около 3,0 мкм. Сильнолегированные скрытые слои типов n+ и p+ расположены у границы. Слабое легирование различными примесями образует карманы и контакты активных устройств

Fig.1. SMM imaging of BiCMOS silicon IC sample that has been delayered to reveal the doped regions within the active devices: a – capacitance; b – dC/dV phase; c – phase line profile; d – design layout. The IC process stack includes a lightly doped p-substrate with an epitaxial layer approximately 3.0 μm thick. Highly doped N+ and P+ buried layers are positioned at the interface. Shallow doping of various impurities forms the wells and contacts of the active devices

по знаку носителей заряда и соответствует расположению под активными компонентами слоев р-типа (ПС) и n-типа (НС). Наложение схемы на изображение, полученное с помощью ВАЦ (рис.1d), показывает области ПС и НС, которые незначительно отличаются по емкости.

СММ-ОТОБРАЖЕНИЕ СИЛЬНОЛЕГИРОВАННЫХ МАРКЕРНЫХ СЛОЕВ GaN НА САПФИРЕ

СММ может использоваться для контроля качества пленок GaN (нитрид галлия, полупроводник группы III-V с широкой запрещенной зоной) и происхождения непреднамеренно легированных областей в составе пленок, выращенных на сапфире.

На рис.2 представлены полученные с помощью СММ топограмма, карты емкостей и плотностей легирующих примесей в поперечном сечении пленки, а также профиль плотностей легирующих

a line profile across the dopant density map [5]. The sapphire substrate is located on the left edge of the dataset; the wafer surface would be farther towards the right but it is not within the scan range shown. The topography shows a step from the substrate to the GaN layers, several steps within the GaN, and some undefined contaminants at the right edge. The capacitance map shows some contrast at the substrate-film interface and a regular pattern of bright and dark lines towards the wafer surface.

In SMM dopant density maps, undoped as well as highly doped material yields lower signal and is seen as darker regions. The dark regions comprise the sapphire substrate, the highly doped marker layers, and the undoped GaN layers. The bright features are regions with a low (lower than the highly doped layer, but higher than the undoped layer and the substrate) density of charge carriers. This is the case in the regular stripes towards the wafer surface. Between



примесей в сечении, выполненном по зеленой линии [5]. Сапфировая подложка расположена в левой части изображений, поверхность пластины – справа, но за пределами показанной области сканирования.

Топограмма демонстрирует переход от подложки к слоям GaN, несколько "ступенек" в толще GaN и неопределенные примеси в правой части изображения. На карте емкостей видны контрастные области на границе подложка-пленка и регулярная структура из светлых и темных полос ближе к поверхности пластины.

На карте плотностей легирующих примесей области, не содержащие легирующих примесей и содержащие их в очень высоких концентрациях, отображены темными, так как от них поступает слабый отраженный сигнал. Темные области включают сапфировую подложку, сильнолегированные слои и нелегированные слои GaN. Яркие области, характеризующиеся низкой плотностью носителей заряда (ниже, чем у сильнолегированных слоев и выше, чем у нелегированных слоев и подложки), формируют ближе к поверхности пластины регулярную структуру из параллельных полос. Если между нелегированными слоями выращен сильнолегированный слой, все три выглядят темными, так как характеризуются низким сигналом dC/dV . В результате диффузии носителей заряда из легированных в нелегированные слои на границах между ними плотность носителей низка, что обуславливает высокое значение сигнала dC/dV . Поэтому наличие на изображении регулярной структуры из прямых ярких линий свидетельствует, что рост слоев был равномерным.

Между подложкой и гладкими слоями расположена область, которая была непреднамеренно легирована в процессе роста. В этой области можно отметить три извилистых темных сильнолегированных маркерных слоя, которые отмечают положение поверхности роста в период внесения легирующих примесей. Форма слоев области непреднамеренного легирования свидетельствует о высокой шероховатости поверхности во время их выращивания [6]. Полученные с помощью СММ карты плотностей легирующих примесей (не показаны на рисунках) подтверждают предположение, что наклонные поверхности имеют решающее значение для роста области непреднамеренно легированного материала [5].

ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ СММ

СММ может использоваться для проведения измерений на металлах, полупроводниках, диэлектриках, сегнетоэлектриках, изоляторах, а также

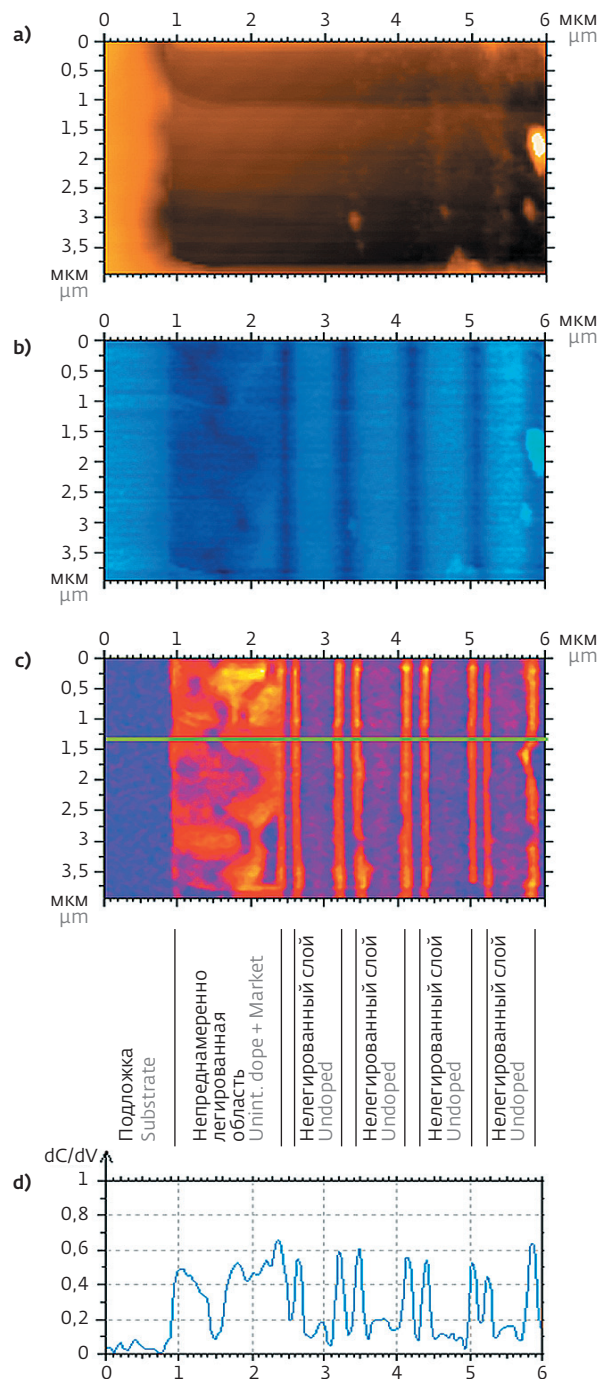


Рис.2. Измерение структуры GaN, выращенной на сапфире: а – топограмма; б – карта емкостей; с – карта концентрации легирующих примесей; d – профиль концентрации легирующих примесей в сечении, выполненном по зеленой линии

Fig.2. SMM imaging of GaN structure on sapphire: a – topography; b – capacitance map; c – dopant density map; d – cross-section of dopant density map along the green line



биологических материалах для оценки свойств, связанных с небольшими изменениями электромагнитных взаимодействий различных компонентов образца под действием СВЧ-сигнала как в статическом, так и динамическом режимах. Разрешение метода ограничено геометрическими размерами острия зонда.

В частности, СММ может применяться для изучения диэлектрических свойств органических тонких пленок, в том числе самоорганизующихся монослоев органических молекул. При качественной калибровке СММ позволяет обнаруживать различия емкости, измеряемые в аттофарадах [7]. Зная толщину пленки и значения относительных диэлектрических постоянных, можно на основе разработанных моделей определить эффективную область контакта кончика зонда и образца, и в дальнейшем использовать этот параметр для оценки диэлектрических постоянных и толщин других пленок. Еще одно важное направление использования СММ – изучение новых материалов, в частности, графена.

Таким образом, сочетание универсальности и точности измерений делает СММ исключительно перспективным методом в самых разных областях исследований.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Han W.** Introduction to Scanning Microwave Microscopy Mode. – Application Note 5989-8881EN. 2009, Agilent Technologies, Inc.
2. **Kopanski J.J.** Scanning Probe Microscopy: Electrical and Electromechanical Phenomena at the Nanoscale. – In: S. Kalinin and A. Gruverman, Eds., Springer New York; vol.1, 2007.
3. **N. Duhayon.** Katholieke Universiteit. – 2006.
4. **Wu S. et al.** SMM Imaging of Dopant Structures of Semiconductor Devices. – Application Note 5991-0562EN, 2012, Agilent Technologies, Inc.
5. **Fenner M. et al.** Investigating Highly Doped Marker Layers in GaN on Sapphire Using Scanning Microwave Microscopy. – Application Note 5990-9693EN, 2012, Agilent Technologies, Inc.
6. **Oliver R.A.** Application of Highly Silicon-Doped Marker Layers in the Investigation of Unintentional Doping in GaN on Sapphire. – Ultramicroscopy 111, 2010.
7. **Wu S., Yu J.J.** Attofarad Capacitance Measurement with Scanning Microwave Microscopy. – Application Note 5990-5702EN, 2010, Agilent Technologies, Inc.

the layers dubbed "undoped" a layer of highly doped material was grown. Both materials have little dC/dV signal and show dark. Due to diffusion of carriers from the doped into the undoped layers a low density of carriers is present at the boundaries between the doped/undoped region and thus shows a high dC/dV signal. The straight regular stripes indicate that the film growth of these layers was regular and smooth.

Between the substrate and the smooth layers is another region of doped material. This region was unintentionally doped during the growth process. In this region, there are one to three dark bands meandering from left to right. The bands are highly doped marker layers. They mark the position of the growth surface at those times when dopant material was introduced. In the unintentionally doped region the doped layers show a strong fluctuation, indicating a rough surface during growth [6]. Furthermore, SMM dopant density maps of larger regions (not shown here) appear to support the assumption that inclined surfaces are crucial for the growth of unintentionally doped material [5].

ADDITIONAL SMM APPLICATIONS

Scanning microwave microscopy can be used on metals, semiconductors, dielectric materials, ferroelectric materials, insulators, and even biological materials to measure a variety of properties associated with slight variations in the electromagnetic interactions of different components of a sample with the incident microwave signal, either statically or dynamically. SMM mode is capable of mapping a material's properties at a resolution ultimately limited by the sharpness of the probe.

For instance, SMM can be utilized to study the dielectric properties of organic thin films, including self-assembled monolayers (SAMs) of organic molecules. When carefully calibrated, SMM can detect small capacitance differences across the organic film in the attofarad range [7]. With the knowledge of the film thickness from a material of known relative dielectric constants, the effective contact area between the tip and the sample can be estimated based on established models. This estimate of the effective contact area can then be applied to measure dielectric constants or film thickness of other films, using the same probe.

Another important area in which the use of SMM mode is rapidly proving invaluable to researchers is the study of novel materials such as graphene. The outstanding versatility and precision of SMM can be expected to provide great utility for many future applications as well.