

Besser im Hochvakuum

Die leitfähige Rasterkraftmikroskopie bietet viele Vorteile bei niedrigen Drücken.

Jonathan Ludwig, Marco Mascaro, Umberto Celano, Ilka M. Hermes, Wilfried Vandervorst und Kristof Paredis

Leitfähige Rasterkraftmikroskopie an 2D-Materialien ermöglicht einen direkten Zugang zu elektronischen und morphologischen Materialeigenschaften auf der Nanometerskala. Das Beispiel von MoS₂ zeigt, dass sich die Sensitivität der Methode im Hochvakuum verbessert. Dies kann die Entwicklung und Optimierung von Halbleiterbauelementen basierend auf 2D-Materialien effektiv unterstützen.

Spätestens seit der Entdeckung von Graphen im Jahr 2004 [1] stehen zweidimensionale (2D) Materialien im Fokus der Wissenschaft. Eine Vielzahl dieser Materialien wurde seitdem hergestellt und charakterisiert, darunter die Familie der Übergangsmetall-Dichalkogenide (Transition Metal Dichalcogenides, TMDs). Diese setzen sich allgemein zusammen aus MX₂ mit dem Übergangsmetall M (Mo, W) und den Chalkogeniden X (S, Se, Te) und bestehen aus einer Lage M-Atomen zwischen zwei Schichten aus X-Atomen [2–6].

TMDs sind für die Halbleiterindustrie von großem Interesse, da viele der Verbindungen eine direkte Bandlücke, kleine Dielektrizitätskonstanten und hohe Ladungsträgermobilitäten aufweisen. Aufgrund ihrer geringen Schichtdicke sind sie vielversprechende Kandidaten für Halbleiterstrukturen, die kleiner sind als fünf Nanometer. Die Integration der 2D-Materialien in kommerziellen Halbleiterbauelementen steht jedoch vor einigen Herausforderungen: Unter anderem finden sich die gewünschten elektronischen Eigenschaften häufig nur lokal auf einzelnen Inseln oder Körnern. Weitere Hürden sind das kontrollierte Wachstum, der Transfer und die Verarbeitung von hochwertigen TMD-Schichten [7–9].

Für die Darstellung von Unterschieden der lokalen elektronischen Eigenschaften in TMD-Filmen eignet

sich die Rasterkraftmikroskopie (Atomic Force Microscopy, AFM). Sie ist eine hochauflösende Messmethode, in der eine nanometerfeine Spitze am Ende eines Cantilevers Proben abtastet und die Oberflächenstruktur aus der Auslenkung des Cantilevers rekonstruiert wird. Wenn man einen leitfähigen Cantilever nutzt und ein mechanischer Kontakt zwischen Spitze und Probenoberfläche besteht, erlaubt leitfähiges AFM (Conductive AFM, C-AFM) es, die Topographie abzubilden und simultan elektrische Leitfähigkeiten lokal aufzulösen. Hierzu wird der Stromfluss zwischen Cantilever und Probe bei variablen Probenspannungen detektiert.

Hier vergleichen wir die Ergebnisse von C-AFM-Messungen auf dem 2D-Material Molybdän-Disulfid (MoS₂) an Luft und im Hochvakuum. An Luft

bildet sich eine dünne Wasserschicht auf Probenoberflächen, welche die Qualität der Leitfähigkeitsmessung beeinträchtigen kann. Zusätzlich führt Wasser zu einer p-Dotierung bei MoS₂ und verringert damit die elektrische Leitfähigkeit des Materials. Das NX-Hivac von Park Systems ermöglicht direkte Vergleichsmessungen ohne Systemwechsel an Luft und in einem Hochvakuum von $1 \cdot 10^{-5}$ Torr (Abb. 1).



Abb. 1
Das NX-Hivac
Hochvakuum-AFM
von Park Systems

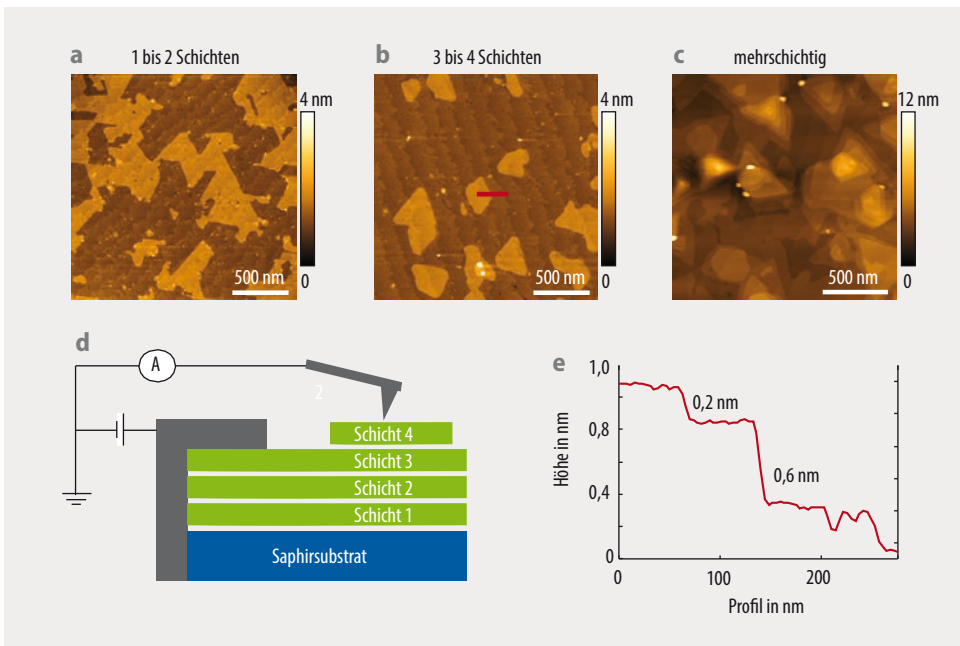


Abb. 2 Die Topographie von Proben mit 1 bis 2 (a), 3 bis 4 (b) oder mehreren Schichten (c) unterscheidet sich stark voneinander. Der Aufbau der 3–4-Schichten-Probe ist zusammen mit dem C-AFM-Setup gezeigt (d). Jede grüne Schicht repräsentiert jeweils eine MoS₂-Monolage. Das Höhenprofil (e) erlaubt die Unterscheidung von Saphir-Terrassen und MoS₂-Stufen, entnommen bei der roten Linie in b.

Rasterkraftmikroskopie auf MoS₂

Zunächst bildeten wir die Topographien von drei MoS₂-Proben mit unterschiedlichen Schichtdicken ab (Abb. 2). Die 1–2-Schichten-Probe (Abb. 2a) besteht aus einer geschlossenen Monolage des MoS₂-Films mit zusätzlichen einschichtigen Inseln, die eine Stufenhöhe von 0,6 nm aufweisen – die Schichtdicke einer MoS₂-Monolage. Die Inseln bilden den Anfang der wachsenden zweiten Schicht und sind als helle Regionen in der Topographie erkennbar. Analog setzt sich die 3–4-Schichten-Probe aus einem geschlossenen dreischichtigen MoS₂-Film mit zusätzlichen einschichtigen Inseln zusammen (Abb. 2b, d).

Die mehrschichtige MoS₂-Probe unterscheidet sich von den beiden anderen Proben dadurch, dass die Oberfläche pyramidenförmige 3D-Strukturen aufweist. Die Pyramiden sitzen auf einem geschlossenen dreischichtigen MoS₂-Film. Sie entstehen, wenn sich der Wachstumsmechanismus ändert: von Schicht- zu 3D-Wachstum bei Schichtdicken über vier Lagen [10].

Neben den MoS₂-Inseln bildete das AFM Linien in der Topographie der Proben mit ein bis zwei beziehungsweise drei bis vier Schichten ab, die diagonal über die Probenoberfläche verlaufen. Das sind Terrassen des unterliegenden Saphirsubstrats, die durch die MoS₂-Filme hindurch er-

kennbar sind. Die Höhe der Stufen lässt eine eindeutige Unterscheidung der Saphir-Terrassen und der MoS₂-Stufen zu. So ist die charakteristische Stufenhöhe auf der c-Ebene des Saphirsubstrats 0,2 nm, für eine Monolage MoS₂ 0,6 nm. Die unterschiedlichen Stufenhöhen sind im Höhenprofil ersichtlich (Abb. 2e) [11, 12].

C-AFM an Luft und im Hochvakuum

Um den Einfluss der Wasserschicht auf die Qualität der C-AFM-Messung zu demonstrieren, erfolgten auf derselben Probe Vergleichsmessungen an Luft und im Hochvakuum. Während die Topographiebilder an Luft und im Hochvakuum gut übereinstimmten (Abb. 3a, b), unterschieden sich die C-AFM-Messungen erheblich (Abb. 3c, d). So stieg der gemessene Durchschnittsstrom um drei Größenordnungen im Hochvakuum im Vergleich zur Messung an Luft. An Luft betrug der durchschnittliche Strom 1,4 nA bei 5 V Probenspannung, während er im Hochvakuum mit derselben Probenspannung bei 1,1 μA lag. Der Anstieg des Durchschnittsstroms beruht auf der Entfernung der dünnen Wasserschicht, die sich an Luft auf der Oberfläche der Proben befindet. Diese Wasserschicht ist besonders problematisch für MoS₂, da Wasser das Material dotiert und damit elektrisch abschaltet. Diese C-AFM-Ergebnisse stimmen mit früheren Studien überein, die zeigten, dass der Einschaltstrom und die Ladungsträgermobilität in MoS₂-Halbleiterbauelementen nach Kontakt mit entionisiertem Wasser erheblich sanken [13].

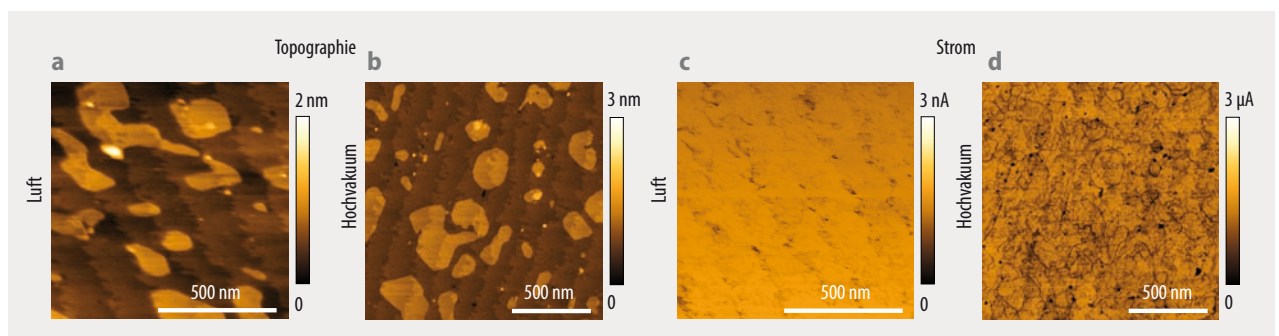


Abb. 3 Die C-AFM-Messung führt an Luft bzw. im Hochvakuum zu unterschiedlichen Ergebnissen. Die Proben-topographie in Luft (a) ähnelt derjenigen im Hochvakuum (b). Die Stromverteilung in Luft (c) weicht allerdings stark von derjenigen im Hochvakuum (d) ab.

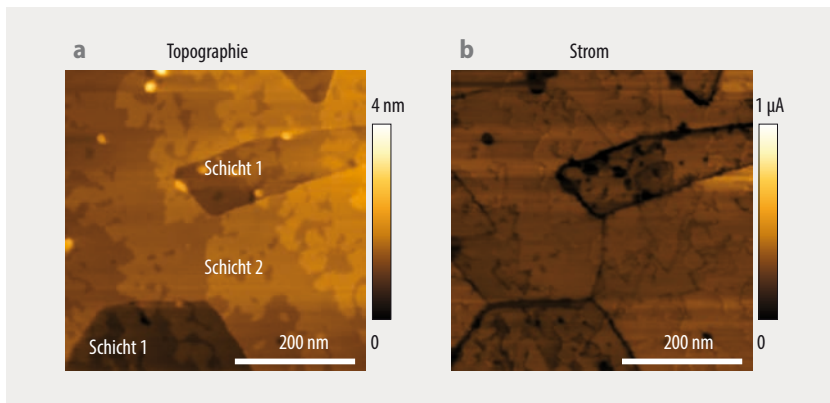


Abb. 4 Die C-AFM-Messung an einer 1–2-Schichten-Probe im Hochvakuum zeigt die Topographie (a) und die Stromverteilung (b).

Neben dem Anstieg des Durchschnittsstroms löste die C-AFM-Messung im Hochvakuum feinere Strukturen in der Stromverteilung auf. Während die Stromverteilung an Luft relativ homogen erschien, geht aus dem C-AFM-Bild im Hochvakuum hervor, dass der Strom an Korngrenzen und Stufenkanten der MoS₂-Inseln abfällt. An Stufenkanten einer 1–2-Schichten-Probe ist der Stromfluss verringert (**Abb. 4**), was an Luft nicht aufzulösen ist (**Abb. 3c**).

Fazit

Das NX-Hivac AFM von Park Systems erlaubte es, die morphologischen und elektrischen Eigenschaften des 2D-Materials MoS₂ an Luft und im Hochvakuum zu untersuchen. Der direkte Vergleich der C-AFM-Messungen verdeutlichte, dass eine Wasserschicht auf der Probenoberfläche die Qualität von C-AFM-Messungen erheblich einschränkt. Durch die Entfernung dieser Wasserschicht im Hochvakuum stieg das Stromsignal um drei Größenordnungen und ermöglichte die Abbildung feinerer Strukturen in der Stromverteilung, wie den verringerten Stromfluss an den MoS₂-Stufenkanten. Zudem zeigten AFM-Topographiemessungen an MoS₂-Proben mit unterschiedlichen Schichtdicken den Übergang des Wachstumsmechanismus von Schicht- zu 3D-Wachstum.

Einblicke in morphologische und elektronische Eigenschaften von 2D-Materialien auf der Nanometerskala sind aufgrund der sinkenden Größe von Halbleiterbauelementen von großem Interesse für die Halbleiter-

industrie. AFM erlaubt durch komplementäre Messmethoden wie C-AFM simultane Einblicke in elektronische und strukturelle Probeninformationen. Das NX-Hivac bietet eine höhere Sensitivität der elektronischen Messsignale durch das Hochvakuum und unterstützt somit die Materialforschung bei der Entwicklung und Optimierung von Halbleiterbauelementen.

Literatur

- [1] K. S. Novoselov et al., *Science* **306**, 666 (2004)
- [2] A. K. Geim und I. V. Grigorieva, *Nature* **499**, 419 (2013)
- [3] K. F. Mak et al., *Phys. Rev. Lett.* **105**, 136805 (2010)
- [4] H. Liu et al., *ACS Nano* **8**, 4033 (2014)
- [5] J. Zhao et al., *Prog. Mater. Sci.* **83**, 24 (2016)
- [6] C. R. Dean et al., *Nat. Nanotechnol.* **5**, 722 (2010)
- [7] G. Fiori et al., *Nat. Nanotechnol.* **9**, 768 (2014)
- [8] S. Manzeli et al., *Nat. Rev. Mater.* **2**, 17033 (2017)
- [9] W. Choi et al., *Mater. Today* **20**, 116 (2017)
- [10] D. Chiappe et al., *Nanotechnology* **29**, 425602 (2018)
- [11] E. R. Dobrovinskaya et al., Springer Science & Business Media (2009)
- [12] B. Radisavljevic et al., *Nat. Nanotechnol.* **6**, 147 (2011)
- [13] A. Leonhardt et al., *IEEE Electron Device Letters* **38**, 1606 (2017)

Autoren

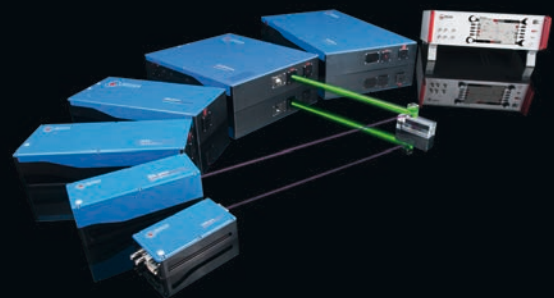
Jonathan Ludwig, Marco Mascaro, Wilfried Vandervorst, IMEC, Löwen, Belgien und Department of Physics and Astronomy, Universität Löwen, Löwen, Belgien; **Umberto Celano, Kristof Paredis**, IMEC, Löwen, Belgien; **Ilka M. Hermes**, Park Systems Europe GmbH, Mannheim, Deutschland



Dr. Wilhelm Kaenders, Founder

Control your quantum states

- ▶ Tunable Diode Lasers
- ▶ Frequency Combs
- ▶ Rack Integration



All Wavelengths.
190 nm - 0.1 THz