

## Нанорельеф окисленной поверхности скола решетки чередующихся гетерослоев $\text{Ga}_{0.7}\text{Al}_{0.3}\text{As}$ и $\text{GaAs}$

© А.В. Анкудинов, В.П. Евтихийев, В.Е. Токранов, В.П. Улин, А.Н. Титков

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,  
194021 Санкт-Петербург, Россия

(Получена 29 октября 1998 г. Принята к печати 5 ноября 1998 г.)

Методом атомно-силовой микроскопии исследована морфология окисленной поверхности скола решетки чередующихся слоев  $\text{GaAs}$  и  $\text{Ga}_{0.7}\text{Al}_{0.3}\text{As}$ . Обнаружено, что поверхность пленки естественного окисла на сколе обладает квазистационарным нанорельефом, отражающим состав слоев гетероструктуры. Области окисла над слоями  $\text{GaAlAs}$  оказываются выше областей над слоями  $\text{GaAs}$  на 0.5 нм. Стравливание пленки окисла показывает, что на открывшейся поверхности скола также формируется нанорельеф, инвертированный по отношению к рельефу поверхности окисла. Возникновение нанорельефов на поверхности и на нижней границе пленки естественного окисла объяснено различной глубиной окисления слоев  $\text{GaAs}$  и  $\text{Ga}_{0.7}\text{Al}_{0.3}\text{As}$  и увеличением объема при окислении.

В связи с развитием работ по полупроводниковой наноэлектронике большой интерес вызывает создание различных искусственных наноструктур на поверхности полупроводниковых кристаллов. В настоящей работе обращается внимание на интересную возможность получения регулярного квазистационарного нанорельефа на сколах полупроводниковых гетероструктур путем их окисления. Как известно, толщины естественного окисла на поверхностях различных полупроводников различаются [1]. В связи с этим можно ожидать, что на сколах гетероструктур у пленки окисла появится поверхностный рельеф, так как высота окисла над различными слоями структуры будет различной. Кроме того, при удалении пленки окисла открывшаяся поверхность скола гетероструктур также будет иметь поверхностный рельеф, задаваемый составом слоев, если глубины окисления материалов не равны. За характерный масштаб высоты рельефа на сколах гетероструктур можно взять толщину естественного окисла на поверхности полупроводников, которая оценивается значениями порядка нескольких нанометров [2,3].

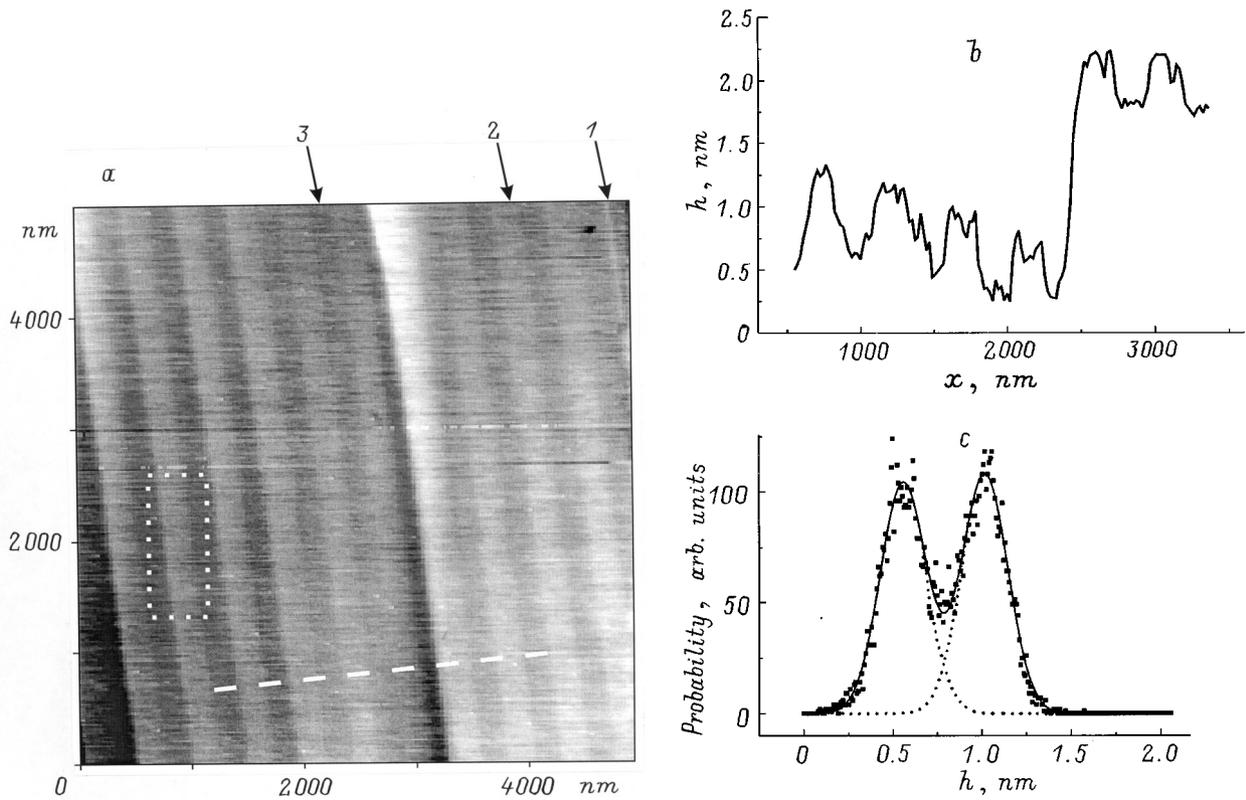
В настоящей работе исследовалась морфология поверхностей сколов решетки чередующихся гетерослоев  $\text{GaAs}(250 \text{ нм}) / \text{Ga}_{0.7}\text{Al}_{0.3}\text{As}(250 \text{ нм})$ , окисленных в комнатных условиях, а также после удаления окисла и химической пассивации обнажившейся поверхности с помощью процедуры нитридации в водном растворе  $\text{N}_2\text{H}_4 + \text{Na}_2\text{S}$  [4]. Нитридация с использованием растворов гидразина обеспечивала возможность защиты поверхности скола от нового окисления монослойной пленкой нитридов, когерентно связанной с решеткой полупроводника [4].

Изучение структуры поверхности проводилось методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) на приборе Р4-СЗМ (сканирующий зондовый микроскоп производства российской компании НТ-МДТ, г. Зеленоград). АСМ-изображения поверхностей получались в комнатной атмосфере в контактном режиме в диапазоне сил взаимодействия с изучаемой поверхностью  $10 \div 40 \text{ нН}$ . Использовались микроконсоли (cantilevers)  $\text{Si}$  и  $\text{Si}_3\text{N}_4$

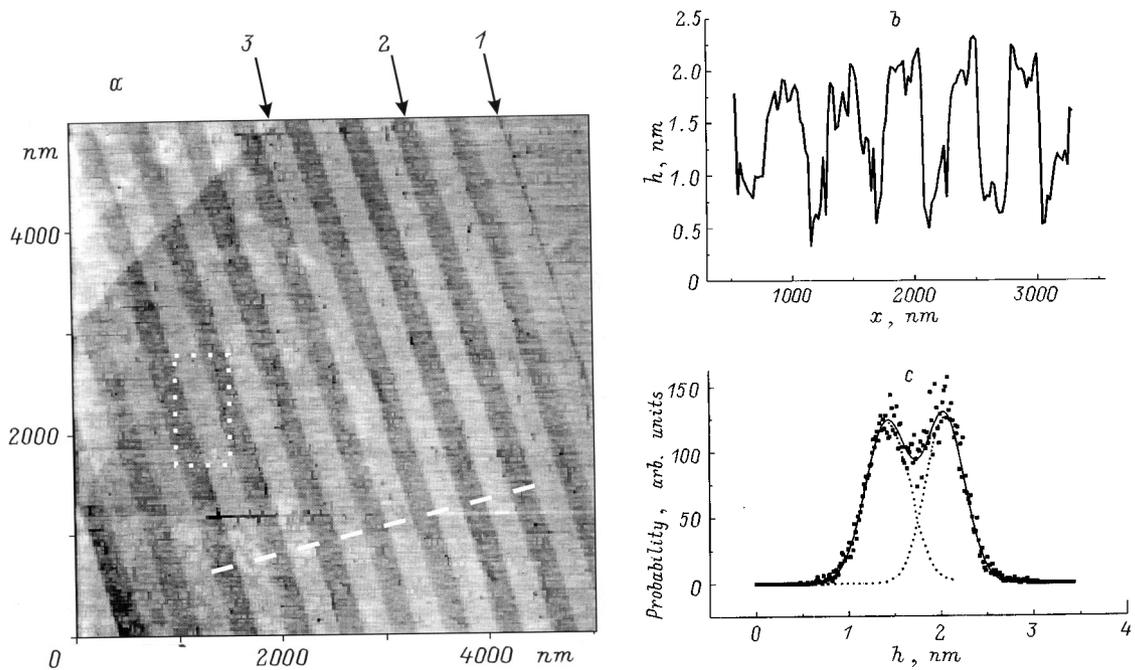
треугольной формы с пирамидальными иглами, имеющими радиус закругления вершин пирамид менее 40 нм. Вывод иглы микроконсоли в область выхода слоев гетероструктуры на скол, которая располагается в непосредственной близости от края скола, осуществлялся с помощью сконструированной в лаборатории оптической системы позиционирования иглы атомно-силового микроскопа.

Гетероструктура была выращена на подложке  $n\text{-GaAs}(001)$  методом молекулярно-лучевой эпитаксии и состояла из слоя  $n\text{-Ga}_{0.7}\text{Al}_{0.3}\text{As}$  толщиной 50 нм, буферного слоя  $n\text{-GaAs}$  толщиной 300 нм и десяти чередующихся слоев  $n\text{-Ga}_{0.7}\text{Al}_{0.3}\text{As}(250 \text{ нм})/n\text{-GaAs}(250 \text{ нм})$ , покрытых 250 нм  $n\text{-GaAs}$ , т.е. последний слой  $\text{GaAs}$  имел толщину 500 нм. Уровень легирования слоев кремния составлял несколько единиц  $10^{17} \text{ см}^{-3}$ . Исследовавшиеся сколы получались в обычной влажной комнатной атмосфере путем скалывания утонченного до  $100 \div 150 \text{ мкм}$  образца нажимом победитового ножа на тыльную сторону подложки вдоль направления  $\langle 110 \rangle$ . Нитридация сколов образцов проводилась по процедуре, описанной в работе [4].

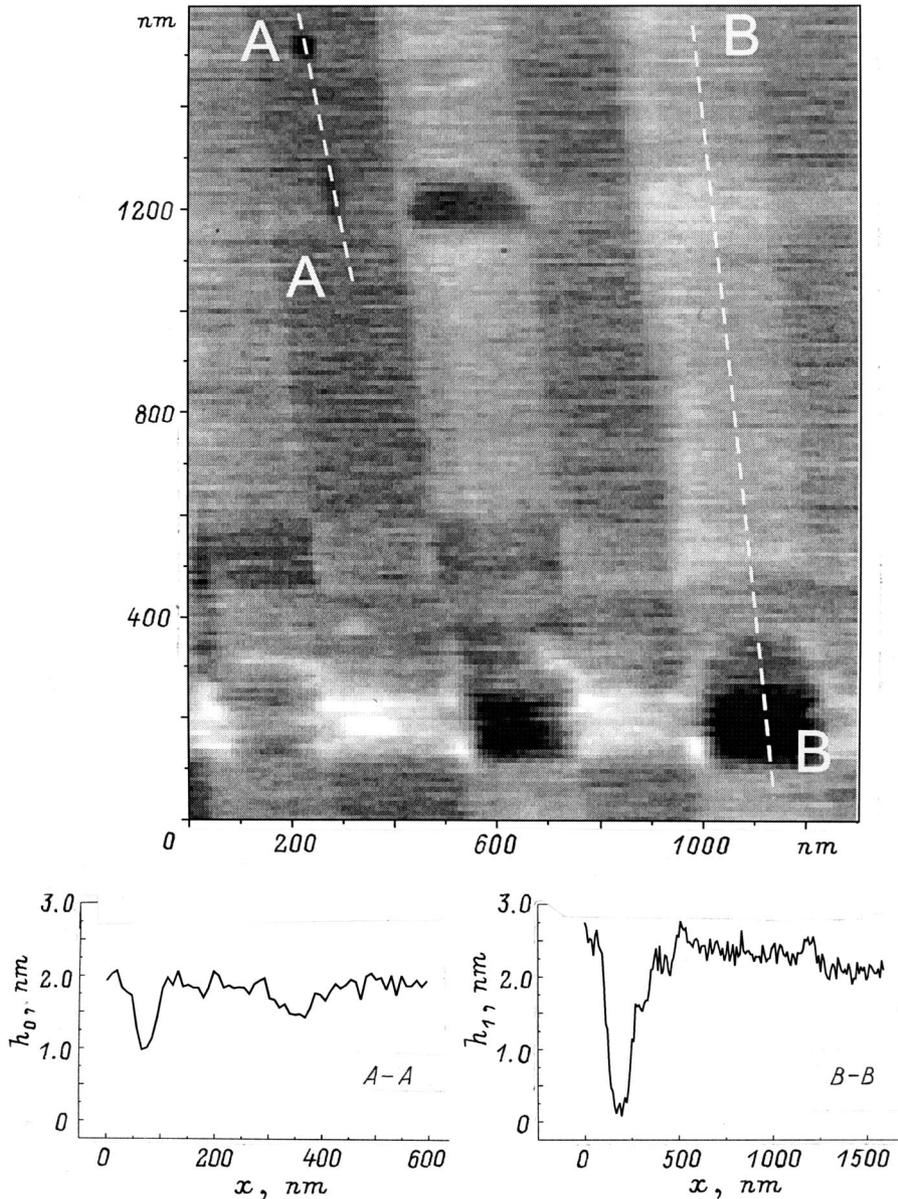
На рис. 1, *a* приведено АСМ-изображение окисленной поверхности скола гетероструктуры, на котором отчетливо проявилось наличие нанорельефа. Хорошо видно периодическое чередование светлых и темных полос в изображении, что говорит об изменении высоты поверхностного рельефа при переходе от слоя к слою. Сбой периодичности в центральной части изображения вызван многоатомной ступенью высотой 2 нм, образовавшейся на поверхности при сколе. Светлыми, т.е. более высокими, на изображении являются тонкая (50 нм) полоска над стартовым слоем  $\text{GaAlAs}$ , а все последующие области над слоями  $\text{GaAlAs}$ , а области над слоями  $\text{GaAs}$  выглядят темными и являются более низкими. Профиль АСМ-изображения, приведенный на рис. 1, *b*, показывает, что окисленная поверхность скола над слоями  $\text{GaAlAs}$  в среднем на 0.5 нм выше, чем над слоями  $\text{GaAs}$ . Это значение получается и при более точном определении из статистического ана-



**Рис. 1.** *a* — АСМ-изображение окисленной поверхности скола гетероструктуры  $n\text{-Ga}_{0.7}\text{Al}_{0.3}\text{As}/n\text{-GaAs}$ ; стрелками показаны стартовый слой GaAlAs (1), слои решетки GaAs (2) и GaAlAs (3). *b* — профиль АСМ-изображения по координате  $x$  вдоль штриховой линии на рис. *a*. *c* — статистическое распределение высоты рельефа на участке поверхности, выделеном на рис. *a* прямоугольной рамкой; точечной линией показаны гауссовы контуры, а сплошной линией — суммарная аппроксимация; расстояние между центрами двух пиков 0.46 нм.



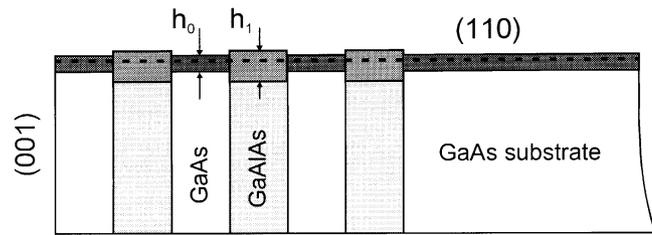
**Рис. 2.** *a* — АСМ-изображение нитризированной в растворе  $\text{N}_2\text{H}_4 + \text{Na}_2\text{S}$  поверхности скола гетероструктуры  $n\text{-Ga}_{0.7}\text{Al}_{0.3}\text{As}/n\text{-GaAs}$ ; стрелками показаны стартовый слой GaAlAs (1), слои решетки GaAs (2) и GaAlAs (3). *b* — профиль АСМ-изображения по координате  $x$  вдоль штриховой линии на рис. *a*. *c* — статистическое распределение высоты рельефа на выделеном прямоугольной рамкой в изображении на рис. *a* участке поверхности; точечной линией показаны гауссовы контуры, а сплошной линией — суммарная аппроксимация; расстояние между центрами двух пиков 0.62 нм.



**Рис. 3.** АСМ-изображение участка окисленной поверхности скола гетероструктуры, на котором в результате многократного сканирования имело место локальное удаление пленки окисла. Внизу — профили АСМ-изображения по линиям А-А и В-В, проходящим через полости в окисле. По глубине провалов можно оценить толщину пленки окисла на GaAs ( $h_0$ ) и GaAlAs ( $h_1$ ).

лиза распределения высот ( $h$ ) по поверхности скола, приведенного на рис. 1, с. Данное значение разности высот окисла над слоями GaAlAs и GaAs, полученное при первом сканировании поверхности, в дальнейшем не изменялось при исследовании образца через несколько недель и даже месяцев. По-видимому, формирование окисла на сколе в основном завершается за время меньше 1 ч, требуемого для установки образца в прибор АСМ и проведения первого сканирования поверхности. В работе [2] была дана оценка времени формирования сплошной пленки окисла в комнатных условиях на уровне 20 мин, что согласуется с нашими данными.

На рис. 2, а представлено АСМ-изображение поверхности скола, прошедшего нитридизацию. Отчетливо наблюдается инверсия поверхностного рельефа скола после нитридизации. Теперь более темными выглядят и, следовательно, являются более низкими тонкая полоска стартового слоя GaAlAs и все последующие слои GaAlAs. Дополнительную информацию о полученном инвертированном рельефе дают профиль АСМ-изображения и статистический анализ распределения высот, приведенные на рис. 2, b и c соответственно. После нитридизации скола слои GaAlAs оказываются ниже слоев GaAs на 0.6 нм. Можно также отметить некоторое возрастание шероховатости поверхности, о чем говорит



**Рис. 4.** Схематическое изображение пленки окисла на сколе исследованной структуры. Пунктиром показана воображаемая линия исходной неокисленной поверхности скола,  $h_0$  обозначает высоту окисла на GaAs, а  $h_1$  на GaAlAs.

большая полуширина максимумов распределения высот на рис. 2, *c* по сравнению с рис. 1, *c*. Отметим, что знак и даже величина перепада высот в АСМ-изображении нитридизированного скола не изменялись по крайней мере в течение полуторамесячной экспозиции скола в комнатной атмосфере. Отсутствие возврата к рельефу окисленной поверхности, очевидно, свидетельствует о высокой стойкости обработанной таким образом поверхности к повторному окислению.

Сопоставление данных рис. 1 и 2 позволяет говорить о гофрировке слоя окисла на сколе периодических гетероструктур GaAlAs/GaAs, о его большей высоте над слоями GaAlAs и о его более глубоком проникновении в эти же слои по сравнению со слоями GaAs. Независимое подтверждение этому было получено в экспериментах по многократному АСМ-сканированию окисленной поверхности скола. Было обнаружено локальное удаление пленки окисла под механическим воздействием зонда атомно-силового микроскопа. На рис. 3 приведено АСМ-изображение окисленной поверхности скола гетероструктуры с отдельными выкрошившимися участками окисла. Под рисунком приведены профили изображения для областей выкрошившихся участков окисла над слоями GaAs и GaAlAs, дающие представление о характерных глубинах таких участков, соответственно  $h_0 \approx 1.0$  нм и  $h_1 \approx 2.2$  нм. Сравнение величин  $h_0$  и  $h_1$  позволяет полагать, что окисление слоев GaAlAs действительно происходит глубже, чем для слоев GaAs, и как раз на глубину, близкую к перепаду рельефа, возникающего на сколе гетероструктуры после нитридации.

На рис. 4 схематически показана гофрировка пленки окисла на сколе гетероструктуры. Наблюдаемый на рис. 2, *a* рельеф изображен на рис. 4 как нижняя граница окисла, что объясняется большей скоростью окисления и толщиной окисла в случае GaAlAs по сравнению с GaAs [1]. Формирование обратного рельефа на верхней поверхности окисла связано с относительным увеличением объема окисленных слоев, приводящим к их растяжению в сторону свободной поверхности. Более глубокое окисление слоев GaAlAs, естественно, вызовет и большее выгибание поверхности скола над этими слоями.

Таким образом, применение метода атомно-силовой микроскопии, обладающего вертикальным разрешением на уровне 1 Å, позволило впервые количественно охарактеризовать модуляцию толщины пленки окисла на сколе решетки чередующихся гетерослоев GaAs и Ga<sub>0.7</sub>Al<sub>0.3</sub>As. Толщины возникающих в комнатных условиях пленок на поверхности скола (110) слоев GaAs и Ga<sub>0.7</sub>Al<sub>0.3</sub>As оценены величинами 1 и 2 нм соответственно. Варьируя чередование слоев в гетероструктуре, можно получать на ее сколе после окисления желаемый устойчивый нанорельеф, который можно также инвертировать путем удаления окисла.

Работа была поддержана Российским фондом фундаментальных исследований (гранты 96-02-17952 и 97-02-18291) и Государственной программой "Физика твердотельных наноструктур" (грант 97-1035).

## Список литературы

- [1] W. Mönch. *Semiconductor Surfaces and Interfaces* (Springer Verlag, 1993) [Springer Ser. Surf. Sci., **26** (1993) ch 17, p. 276].
- [2] P. Moriarty, G. Hughes. *Ultramicroscopy*, **42–44**, 956 (1992).
- [3] Hirokato Ohno, Larry Akio Nagahara, Shangir Gwo, Wataru Mizutani, Hiroshi Tokumoto. *Japan. J. Appl. Phys.*, **35**, pt 2, N 4B, L512 (1996).
- [4] V.P. Ulin, V.L. Berkovits, V.M. Lantratov, T.V. L'vova. *Proc. SOTAPOCS-XXVII (1997)* [Electrochem. Soc. Proc. (1997) v. 97–27, p. 343].

Редактор Л.В. Шаронова

## Nanorelief of the oxidized cleavage surface of the grating of the alternating Ga<sub>0.7</sub>Al<sub>0.3</sub>As and GaAs heterolayers

A.V. Ankoudinov, V.P. Evtikhiev, V.E. Tokranov, V.P. Ulin, A.N. Titkov

A.F. Ioffe Physicotechnical Institute,  
Russian Academy of Sciences,  
194021 St. Petersburg, Russia

**Abstract** The morphology of the oxidized cleavage of the grating of the alternating Ga<sub>0.7</sub>Al<sub>0.3</sub>As and GaAs heterolayers has been studied by the atomic-force microscopy. It has been found that the top surface of the natural oxide film has a quasistationary nanorelief reflecting the composition of the layers in the heterostructure. The regions of oxide over GaAlAs layers are higher than those over GaAs layers by 0.5 nm. After the oxide film removing the nanorelief inverted to the oxidized surface is formed on the opened surface of cleavage. The genesis of the nanorelief on the top and bottom of the natural oxide film is explained by different oxidation depths of GaAs and Ga<sub>0.7</sub>Al<sub>0.3</sub>As and by the expansion of the semiconductor materials under oxidation.