06;12

## Наноструктурированный твердый раствор InSiAs, полученный на поверхности Si(001) методом молекулярно-пучковой эпитаксии

© Г.Э. Цырлин, Ю.Б. Самсоненко, В.Н. Петров, Н.К. Поляков, В.А. Егоров, С.А. Масалов, О.М. Горбенко, А.О. Голубок, И.П. Сошников, В.М. Устинов

Институт аналитического приборостроения РАН, С.-Петербург Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург E-mail: samsonenko@beam.ioffe.rssi.ru

Поступило в Редакцию 21 апреля 2000 г.

Сообщается о возможности создания нового наноструктурированного материала — твердого раствора InSiAs на поверхности Si(001) методом молекулярнопучковой эпитаксии (МПЭ). Показано, что при одновременном осаждении индия, кремния и мышьяка более 35 nm могут формироваться нанометровые островки с прямоугольной формой основания со сторонами, расположенными вдоль направлений  $\{110\}$ . Соотношение сторон после напыления 100 nm твердого раствора составляет  $d_{110}/d_{1-10}=1.35$  при характерном латеральном размере  $d_{1-10}\sim35\pm10$  nm.

Процессы образования наноструктур на поверхности полупроводников различного состава непосредственно во время молекулярнопучковой эпитаксии привлекают в последнее время значительный интерес [1]. Это объясняется как уникальными фундаментальными свойствами подобных наноструктур, так и их технологическими приложениями в области физики твердого тела, оптоэлектроники, биологии и
т.д. Реализация лазеров с активной областью, содержащей квантовые
точки, исследование молекул ДНК, закрепленных на поверхности с
массивом нанообъектов, открывают все новые области применения
наноструктурированных материалов. Использование технологии МПЭ
в совокупности с такими методами исследования поверности, как дифракция быстрых электронов на отражение (ДБЭО) и сканирующая
туннельная микроскопия (СТМ), позволяют не только прогнозировать
свойства получаемых морфологических особенностей поверхности, но

и синтезировать новые материалы, а также исследовать их свойства. В данной работе мы впервые сообщаем о возможности создания нового наноструктурированного материала — твердого раствора InSiAs на поверхности Si(001), который по своим структурным свойствам может найти применение в различных областях современной нанотехнологии (нанобиочипы, многоострийные катоды и т.д.).

Ростовые эксперименты проводились на установке МПЭ ЭП 1203 на подложках Si(001) *p*-типа КДБ-7.5. Прошедшие химическую обработку по описанной в [2] методике образцы механически закреплялись без применения индия на молибденовый держатель. Удаление окисного слоя производилось путем повышения температуры подложки  $(T_s)$  в ростовой камере до  $870^{\circ}$ C и выдержкой при этой температуре в течении 15 min, после чего наблюдалась типичная для Si(100) поверхностная Для контроля температуры поверхности реконструкция  $(2 \times 2)$ . помимо штатной конструкции на основе термопары типа ВР5/ВР20 дополнительно был использован инфракрасный пирометр Ircon Modline Plus. Контроль процесса удаления окисного слоя и изучение in situ морфологии поверхности образца в процессе роста осуществлялись с применением комплекса для регистрации и обработки картин ДБЭО. Комплекс состоял из видеокамеры, видеомагнитофона для дальнейшей детальной обработки динамики картин ДБЭО, компьютера для обработки видеоинформации в реальном масштабе времени и интерфейса, осуществляющего сопряжение видеокамеры с видеомагнитофоном и компьютером [3]. Далее температура образца понижалась до 420°C (для исключения возможности переиспарения InAs с поверхности) и одновременно окрывались заслонки кремния, индия и мышьяка. Толщина выращенного слоя составила 100 nm. Поток индия был откалиброван предварительно по осцилляциям зеркального рефлекса ДБЭО и составлял 0.05 монослоя в секунду для InAs при росте твердого раствора InGaAs на GaAs с молярной долей по индию ~ 15%. Поток кремния также составлял 0.05 монослоя в секунду. Соотношение потоков элементов V III групп составляло 10.

Морфология поверхности образцов исследовалась ex situ с помощью сканирующего туннельного микроскопа (СТМ). Методики и режимы СТМ измерений были идентичны использованным ранее для системы InAs/GaAs [4]. Многократно воспроизводимые и устойчивые СТМ-изображения были получены на различных участках исследуемых

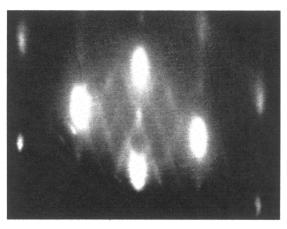
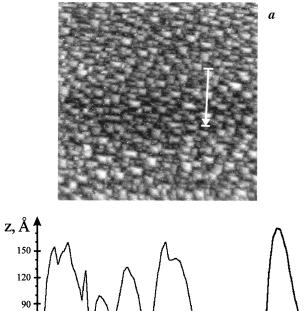
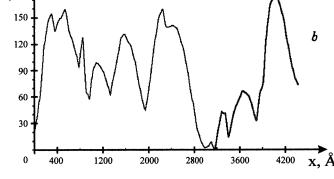


Рис. 1. Картина ДБЭО после напыления 35 nm InSiAs на поверхность Si (100).

образцов в режиме постоянного тока при положительном смещении на образце.

После выращивания кремниевого буферного слоя толщиной 20 nm картина дифракции имела стандартный вид для роста в этом направлении, отражающий реконструкцию поверхности (2 × 2) в направлениях [110] и [-110]. В процессе роста после напыления 35 nm InSiAs на дифракционном изображении одновременно с точечными рефлексами, свидетельствующими о переходе в режим трехмерного роста, в направлениях [110] и [-110] падения электронного пучка отчетливо проявились наклонные линейчатые рефлексы (рис. 1), которые сохранялись до окончания процесса роста при толщине выращенного слоя 100 nm. Появление таких линейчатых рефлексов свидетельствует об образовании атомарно-гладких поверхностей, расположенных под определенным углом к основному направлению роста (001). Сравнителный анализ точечной и линейчатой картин дифракции позволил опеределить значение индексов образующихся плоскостей как (-112) и (1-12) для направления падающего пучка [110] соответственно. Результат расчета периодичности линейчатых рефлексов в обратном пространстве согласуется с периодом объемной кубической гранецентрированной кристаллической решетки в направлениях [1-11] и [-111], лежащих в указанных плоскостях, и свидетельствует об отсутствии реконструкции





**Рис. 2.** СТМ-изображение поверхности образца, площадь сканирования  $1800 \times 1800$  nm (a). Стороны изображения параллельны [110] и [1-10]. Поперечное сечение нескольких нанообъектов поверхности (b). Направление сечения показано стрелкой, x — направление в плоскости образца, z — направление роста.

поверхности высших порядков в этих направлениях. Таким образом, из дифракционной картины можно предположить наличие пирамидальных образований на исходной ростовой поверхности (001) с довольно четкой огранкой плоскостями типа (112), которые образуют с этой поверхностью угол в  $35.3^{\circ}$ .

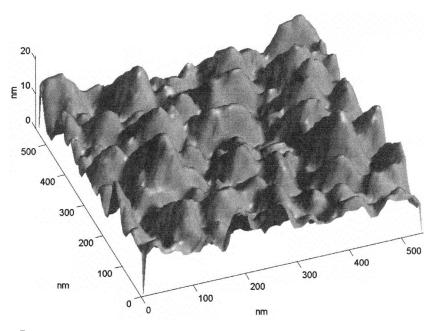
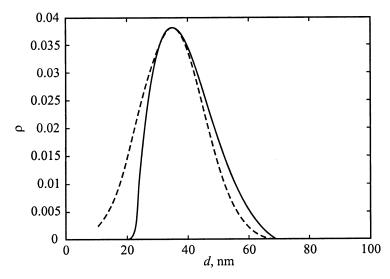


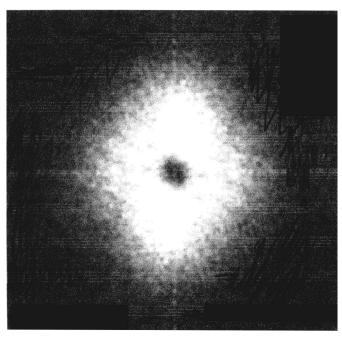
Рис. 3. Трехмерное изображение фрагмента поверхности в аксонометрии.

Эта оценка подтверждается результатами исследований методом СТМ. СТМ-изображение поверхности образца представлено на рис. 2, a. Из изображения следует, что поверхностные образования имеют близкую к прямоугольной форму основания с ориентацией в направлениях [110] и [-110]. На рис. 2, b приведено поперечное сечение нескольких таких образований на поверхности плоскостью (110), проведенной возможно к центру их горизонтальной проекции. Из этого сечения также следует пирамидальный характер поверхностных образований, причем угол, образованный боковой гранью с основанием пирамиды, составляет порядка  $30^{\circ}$  для гладкой линии сечения. В других случаях отмечается явный ступенчатый характер сечения боковой грани, а плоскость ступеней составляет такой же угол с плоскостью основания. Трехмерное изображение приведенного на рис. 2, a фрагмента поверхности представлено в аксонометрии на рис. 3. Такое представление исследуемой поверх-



**Рис. 4.** Вероятность распределения  $\rho$  нанообъектов по латеральным размерам d на поверхности (сплошная линия) и ее аппроксимация функций Гаусса (пунктирная линия).

ности позволяет продемонстрировать размеры и форму элементов ее структуры в направлении, перпендикулярном плоскости сканирования СТМ. Для обработки СТМ-изображений также был применен алгоритм статистического анализа размеров элементов изображений. Алгоритм основан на вычислении спектральной плотности изображения и позволяет получить распределение элементов изображений по размерам при однократной обработке файла с СТМ-изображением. Вычисления по усредненному сечению спектральной плотности позволили получить плотность распределения латеральных размеров нанообъектов, представленную на рис. 4. Из рисунка следует, что средний латеральный размер островков составляет  $35 \pm 10$  nm. Подробное описание примененного алгоритма представлено в [5]. Анализ СТМ-изображений также проводился с помощью дискретного Фурье-преобразования. На рис. 5 представлен пример такого Фурье-изображения, полученного в результате обработки СТМ-изображения, приведенного на рис. 2, a.



**Рис. 5.** Фурье-изображение, полученное в результате обработки СТМ-изображения, приведенного на рис. 2, a

Отметим, что использованный алгоритм включает процедуру удаления центрального пика. Полученный Фурье-образ является ромбовидным, что свидетельствует об образовании наноостровков с основанием, как правило, прямоугольной формы. Характерное соотношение размеров основания можно оценить из Фурье-изображения как  $d_{110}/d_{1-10}=1.35$ . Полученный результат хорошо согласуется с данными анализа поперечных сечений СТМ-изображения в направлениях [110] и [1–10].

Предварительные измерения локальных вольт-амперных характеристик над наноморфологическими особенностями рельефа поверхности указывают на полупроводниковый характер трехмерных островков. При этом численные значения отличаются как от I-V спектров объемного кремния, так и от квантовых точек InAs/GaAs и InAs/Si, что является подтверждением образования материала, отличного по своим свойствам

от этих полупроводниковых соединений. Анализ измеренных локальных электрических характеристик будет приведен в отдельной статье.

Таким образом, с помощью методов ДБЭО и СТМ нами экспериментально показана принципиальная возможность создания методом молекулярно-пучковой эпитаксии нового наноструктурированного материала — твердого раствора InSiAs на поверхности S(001), который по своим структурным свойствам может найти применение в различных областях современной нанотехнологии, например в микроэлектронике, биочипах и т.д. [6].

Данная работа выполнена при частичной поддержке ИНТАС (грант 96–0242), РФФИ (проект 99–02–16799) и научной программы "Перспективные технологии и устройства микро- и наноэлектроники" (проект 02.04.5.1.40.Э.46).

## Список литературы

- [1] Леденцов Н.Н., Устинов В.М., Щукин В.А., Копьев П.С., Алферов Ж.И., Бимберг Д. // ФТП. 1998. Т. 32 (4). С. 385–410.
- [2] Цырлин Г.Э., Петров В.Н., Поляков Н.К., Масалов С.А., Голубок А.О., Денисов Д.В., Кудрявцев Ю.А., Бер Б.Я., Устинов В.М. // ФТП. 1999. Т. 33 (10). С. 1158–1163.
- [3] *Петров В.Н., Демидов В.Н., Корнеева Н.П., Поляков Н.К., Цырлин Г.Э.* // Научное приборостроение. 1999. Т. 9 (1). С. 65–70.
- [4] Голубок А.О., Масалов С.А., Пономарева Н.Б., Петров В.Н., Типисев С.Я., Цырлин Г.Э. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 1998. Вып. 2. С. 70–75.
- [5] Горбенко О.М., Масалов С.А., Фридман П.А., Цырлин Г.Э., Голубок А.О. // Научное приборостроение. 2000. Т. 10 (1) (в печати).
- [6] Перспективные технологии. 2000. Т. 7 (3).