

УДК 539.2; 539.216.2; 621.385.833.28

© Д. В. Соколов

НАНООКСИДИРОВАНИЕ И НАНОТРАВЛЕНИЕ $n\text{-In}_{0.53}\text{Ga}_{0.43}\text{As}$ С ПОМОЩЬЮ АТОМНО-СИЛОВОГО МИКРОСКОПА

Детально исследована применимость нанooksидирования с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ) к слою InGaAs на InP с согласованным параметром решетки. На поверхности $n\text{-InGaAs}$ сформированы выступы оксида методом АСМ-нанooksидирования. В результате сформированы равномерные оксидные линии высотой более 6 нм и шириной менее 50 нм. Наноканавки на поверхности $n\text{-InGaAs}$ могут быть сформированы травлением в растворе HF. Показано влияние полуконтактного режима на улучшение геометрических параметров оксидных точек, а также оксидная природа образования линий и точек.

ВВЕДЕНИЕ

В последнее время разнообразные виды нанопроизводственных технологий были исследованы в попытке получить квантовые и одноэлектронные приборы (ОЭП) с хорошими характеристиками [1, 2]. В числе таких технологий — процесс сухого травления, самоорганизованный и селективный рост наноструктурированных массивов [3–5], технология оксидирования, зависящая от геометрии Si-наноструктур (PADOX)[6], и оксидирование, базирующееся на сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) [7–12].

В противоположность другим перечисленным методам СЗМ-оксидирование реализует резкую смену материала от полупроводника (или металла) к оксиду, обеспечивая резкий потенциальный барьер для носителей, что необходимо для получения сильной квантовой локализации и для применения в качестве барьеров туннелирования. Вдобавок к тому нанометровое разрешение и возможность непрерывного наблюдения за процессом также привлекательны для нанопроизводства. И в самом деле, сканирующая туннельная микроскопия (СТМ), или атомно-силовая микроскопия (АСМ), уже применялась для формирования различных видов отдельных квантовых приборов и ОЭП [7, 8].

Интенсивные исследования были проведены по СЗМ-оксидированию металлов, Si, GaAs, AlGaAs, GaSb, AlGaSb и других полупроводников [7–12]. Система материалов $\text{In}_{0.53}\text{Ga}_{0.47}\text{As}$ и $\text{In}_{0.52}\text{Al}_{0.48}\text{As}$ на InP с согласованным параметром решетки известна как лучшая система для высокотемпературных квантовых приборов и ОЭП из-за превосходных свойств электронного транспорта и большого разрыва зоны проводимости. Однако до настоящего времени нет сообщений по СЗМ-нанooksидированию системы материалов InGaAs .

Цель этой работы — показать как применимость АСМ-оксидирования для слоя InGaAs на InP

с согласованным параметром решетки, так и выяснить основные характеристики оксидирования указанного слоя, оптимальные для непосредственного формирования потенциальных барьеров квантовых приборов. Сформированы оксидные выступы в форме точек, линий и относительно больших образований квадратной формы при разнообразных условиях оксидирования. Их характеристики были исследованы с помощью АСМ в ходе процесса оксидирования. Под оксидной точкой в данной работе подразумеваются оксидные образования, полученные при фиксированном положении зонда относительно поверхности под воздействием импульса напряжения между зондом и поверхностью.

1. ЭКСПЕРИМЕНТ

В данном исследовании в качестве подложки была использована полуизоляторная подложка InP со слоем n -типа $\text{In}_{0.53}\text{Ga}_{0.47}\text{As}$ ($n = 5 \times 10^{18} \text{ см}^{-3}$), выращенного методом молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ). После формирования точечного омического In -контакта на лицевой поверхности образца он был помещен в раствор HF на 15 с для удаления естественного слоя оксида.

Экспериментальная установка для локального нанooksидирования, использованная в этом исследовании, показана схематически на рис. 1. В качестве базовой была использована система АСМ с сильно легированными зондами $p^+\text{-Si}$, покрытыми Pt пленкой толщиной около 20 нм. Для поддержания влажности окружающей среды на уровне 40 % вся система была помещена в пластиковую камеру, наполненную влажным азотом. Контроль влажности осуществлялся смешиванием непосредственно перед запуском в камеру насыщенного водными парами азота и сухого азота. Для нанooksидирования поверхности образца к зонду АСМ было приложено отрицательное напряжение,

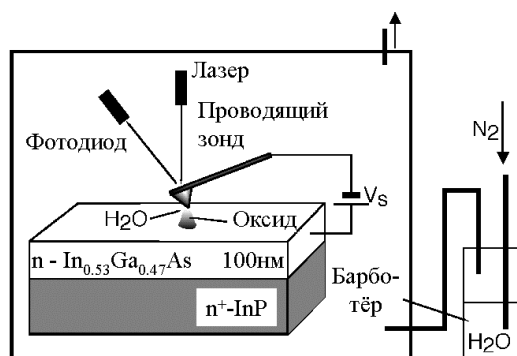


Рис. 1. Система АСМ, использованная в данном эксперименте

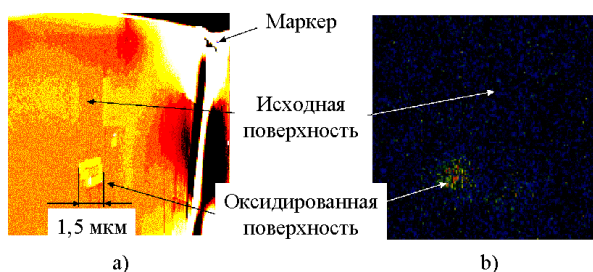


Рис. 2. АСМ-модификация поверхности.

а) — АСМ-изображение модифицированного при помощи АСМ участка поверхности размером 1.5×1.5 мкм²; б) — карта распределения кислорода по поверхности, снятая при помощи electron-probe microanalyser (EPMA). Светлое пятно на месте АСМ-модификации свидетельствует о локальном увеличении концентрации кислорода

V_{tip} , в диапазоне 1–20 В. АСМ-оксидирование было проведено в условиях темноты и облучения светом Ag^+ лазера. Свет лазера с длиной волны в 488 нм был введен в камеру посредством оптического световода.

Сначала была проверена возможность оксидирования поверхности n-InGaAs при приложении к зонду отрицательного потенциала V_{tip} , равного –15 В, при сканировании квадратного участка поверхности площадью с размерами около 1500×1500 нм². После формирования оксидных точек и линий при различных условиях были исследованы основные характеристики процесса АСМ-оксидирования.

Для формирования оксидных точек к зонду было приложено отрицательное напряжение величиной 1–10 В при фиксированном положении зонда

в течение времени оксидирования, $t_{ox} = 60$ с. Для формирования оксидных линий применялось сканирование зонда на длине 0.2–2 мкм с приложением отрицательного потенциала V_{tip} в диапазоне 5–30 В. Скорость сканирования зонда варьировалась в диапазоне 10–260 нм/с. Для характеристики результатов оксидирования и геометрических параметров оксидных формирований изображения, полученные на поверхности структур, были сняты тем же зондом, что использовался в локальном оксидировании. Также была исследована возможность переноса оксидного рисунка в глубь слоя InGaAs при травлении образца в растворе HF.

2. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЯ

2.1. АСМ-оксидирование в контактном режиме

Так же как в процессах АСМ-оксидирования Si и GaAs, оксидные выступы на поверхности были успешно сформированы методом АСМ-оксидирования даже на поверхности n-InGaAs, которая известна крайне малой скоростью оксидирования при комнатных условиях и используется в качестве защитного слоя при формировании гетероструктур.

Для подтверждения возможности локального модифицирования поверхности InGaAs и определения композиционного состава образований сначала было проведено оксидирование сравнительно большого участка поверхности. На рис. 2, а показано АСМ-изображение оксидного образования, сформированного приложением к зонду отрицательного напряжения –15 В при сканировании площадки размером около 1.5×1.5 мкм. Несмотря на то что образец пребывал на воздухе и вся поверхность была покрыта пленкой естественного окисла, на месте модификации было обнаружено увеличение концентрации атомов кислорода при помощи electron-probe microanalyser (EPMA). На рис. 2, б представлена карта распределения кислорода по поверхности InGaAs после модификации с помощью АСМ. Яркое пятно соответствует участку с повышенным содержанием кислорода. Координаты этого участка, измеренные относительно маркера, указанного на рис. 2, а, точно совпадают с оксидированным участком. Маркер сформирован скрайбированием поверхности ножом из нержавеющей стали. В силу малой скорости оксидирования поверхности образца маркер не виден на карте кислорода, но виден на изображении, сделанном на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ).

Далее был сформирован ряд линий с изменением скорости сканирования, в диапазоне 10–100 нм/с с приложенным к зонду отрицательным потенциалом в диапазоне 15–30 В.

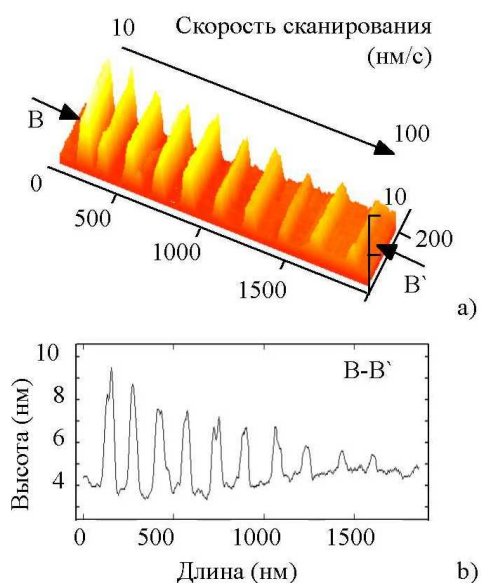


Рис. 3. Оксидные линии, сформированные при $V_{tip} = -20$ В и $v_{scan} = 10-100$ нм/с. Пространственное изображение (а) и поперечное сечение (б) оксидных линий

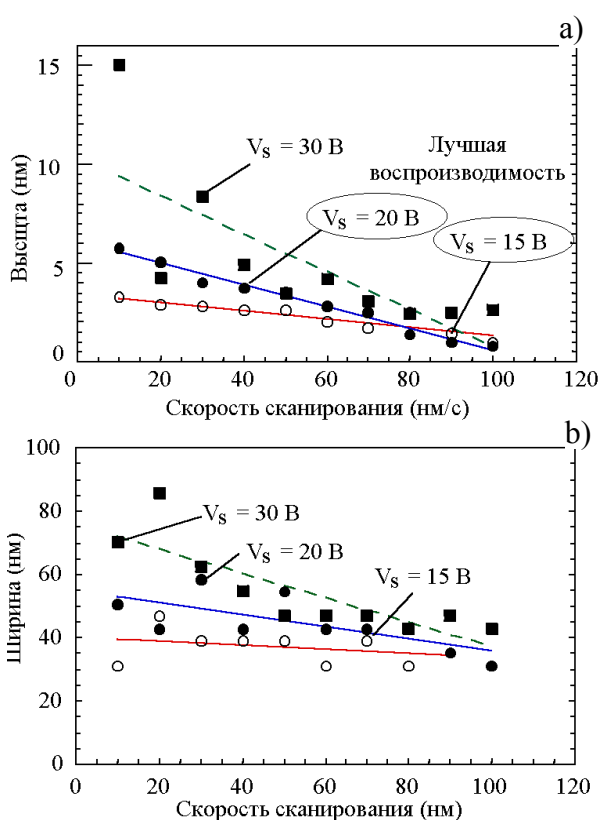


Рис. 4. Зависимости высоты (а) и ширины (б) оксидных линий от скорости сканирования v_{scan}

Пример одной из групп линий, сформированных при отрицательном потенциале зонда 20 В и влажности около 40 %, представлен на рис. 3, а. Как видно из поперечного сечения В—В' (рис. 3, б), высота линий монотонно уменьшается с увеличением скорости сканирования зонда. Семейства кривых зависимостей высоты и ширины линий от скорости сканирования для различных напряжений зонда представлены на рис. 4. Было отмечено увеличение дисперсии данных при увеличении напряжения выше 20 В, что говорит о существовании некоторого порогового напряжения, выше которого процесс оксидирования становится менее управляемым. Было отмечено также, что скорость сканирования зонда является более критичным параметром для высоты оксидных линий, чем для ширины. Таким образом, в контактном режиме сформированы линии с приемлемой дисперсией высоты и ширины, с максимальной высотой линий около 6 нм при ширине линий около 50 нм.

Важным фактором образования оксидных линий и точек является влажность окружающей среды. Для определения влияния указанного фактора был сформирован ряд линий при напряжении на зонде 15 В, скорости сканирования 10 нм/с и влажности, варьирующейся в диапазоне 20–40 % (рис. 5, а). С уменьшением влажности было обнаружено снижение воспроизводимости процесса наряду с уменьшением высоты окисных образований. Увеличение влажности сверх 40 % приводило к уменьшению геометрического фактора (отношения высоты линий к ширине) линий, что неприемлемо при производстве квантовых приборов. Таким образом, обнаружено, что 40 % влажность является оптимальной для формирования структур с приемлемым геометрическим фактором при допустимой воспроизводимости.

Другим важным фактором является сила взаимодействия зонда с поверхностью в момент формирования оксида. Увеличение силы зонда вызвало повышенный износ покрытия иглы. В связи с этим исследовался только режим отрыва иглы от поверхности образца. Для определения зависимости геометрических характеристик линий от силы контакта иглы с поверхностью была сформирована группа линий при напряжении на зонде 15 В, скорости сканирования 10 нм/с и влажности 40 %. Изначально игла находилась в состоянии равновесия, или нулевого изгиба. Затем с формированием каждой следующей линии зонд двигался от поверхности образца, сила отрыва зонда от поверхности увеличивалась, пока не произошел отрыв зонда от поверхности (рис. 5, б). Примечательно, что ширина линий практически не зависит от усилия зонда в диапазоне сил отрыва 0–40 нН (рис. 5, б). При дальнейшем росте отрывающего усилия происходит уменьшение ширины оксидной линии. Одной из предполагаемых причин уменьшения

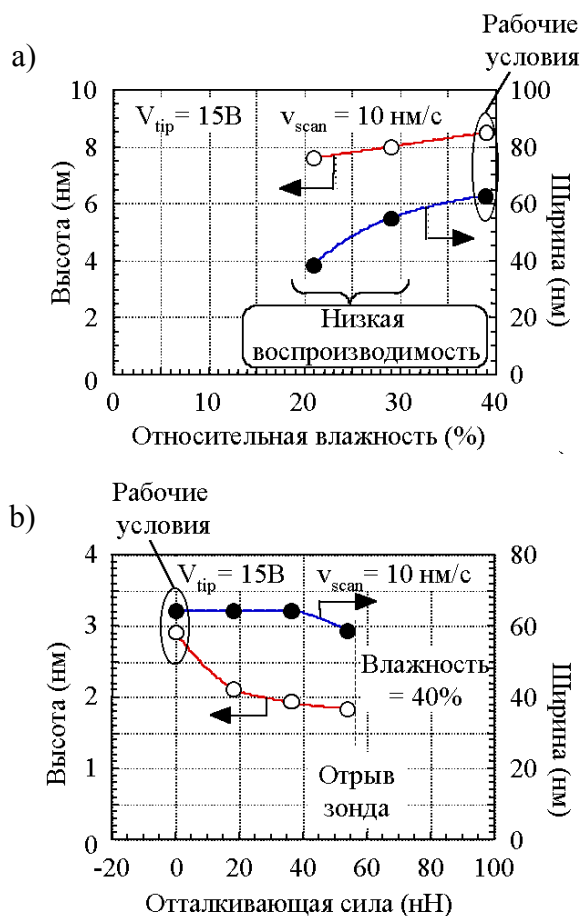


Рис. 5. Зависимость высоты (○) и ширины (●) оксидных линий от влажности рабочей атмосферы (а) и силы отрыва зонда от поверхности (б)

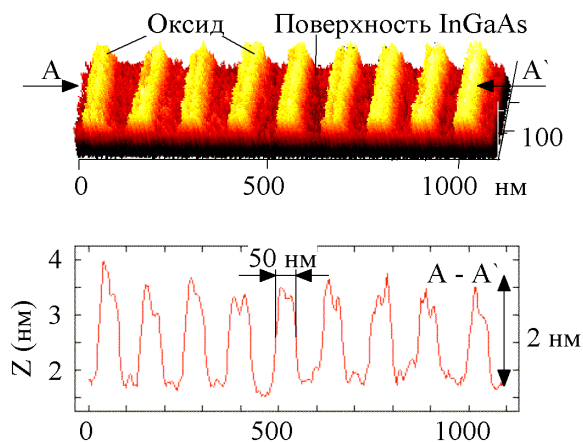


Рис. 6. АСМ-изображение матрицы однородных оксидных линий, сформированных АСМ-оксидированием. $V_{tip} = 15 \text{ В}$, $v_{scan} = 10 \text{ нм/с}$, влажность 40 %

ширины линии явилось утоньшение водного мениска вследствие начала выхода вершины зонда из непосредственного механического контакта с поверхностью. Наблюдаемый разрыв последней из сформированных линий мог произойти из-за отрыва зонда от поверхности вследствие уменьшения капиллярной составляющей сил взаимодействия зонда с поверхностью. Так как в формировании оксидного слоя участвуют ионы кислорода, поступающие большей частью из пленки воды, в ходе формирования последней из указанной серии линии предположительно произошло локальное утоньшение водного слоя, что и привело к отрыву зонда от поверхности.

Отсутствие флуктуации ширины линии может служить критерием стабильности процесса локального оксидирования при изменении нагрузки на поверхность. Из рис. 5, б видно, что при нагрузке более 20 нН процесс стабилен. Отрыв зонда произошел в диапазоне 40–60 нН, следовательно, величина капиллярной составляющей силы взаимодействия зонда с поверхностью в процессе формирования оксида составила приблизительно 50 нН. Сила контакта зонда с поверхностью образца в данном эксперименте должна составлять приблизительно 50 нН как обеспечивающая лучшее значение геометрического фактора линии при лучшей воспроизводимости процесса.

Пример успешного формирования матрицы линий представлен на рис. 6. Формирование линий производилось при напряжении на зонде 15 В, скорости сканирования 10 нм/с и влажности 40 %. На поперечном сечении А—А' видна флуктуация высот линий в пределах шероховатости поверхности при неизменной ширине линий около 50 нм.

Пример точек, сформированных методом АСМ-оксидирования в контактном режиме при влажности 40 %, показан на рис. 7, а. Точки высотой более 4 нм и шириной около 50 нм (рис. 7, б) могут быть легко сформированы при указанных условиях.

Зависимости высоты, ширины и геометрического фактора точек от приложенного к зонду напряжения (рис. 8) показали существование порогового напряжения, ниже которого формирование точек не происходило. Было обнаружено также смещение порогового напряжения в ходе нескольких десятков циклов формирования точек с последующим снятием их изображений при помощи того же зонда. Смещение порогового напряжения предположительно говорит об увеличении сопротивления пятна контакта зонда с поверхностью в связи с износом проводящего покрытия зонда. Об износе покрытия зонда говорит и смещение минимальной ширины сформированных точек в область больших значений ширины, в диапазоне 30–60 нм в данном эксперименте. Ухудшение

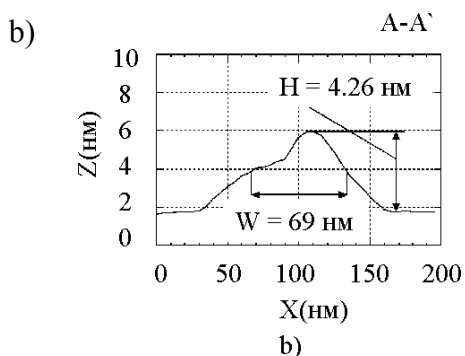
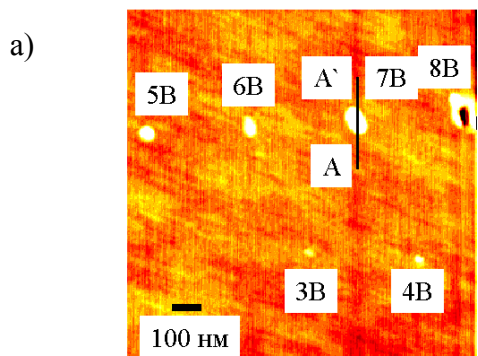


Рис. 7. АСМ-изображение точек, сформированных АСМ-оксидированием

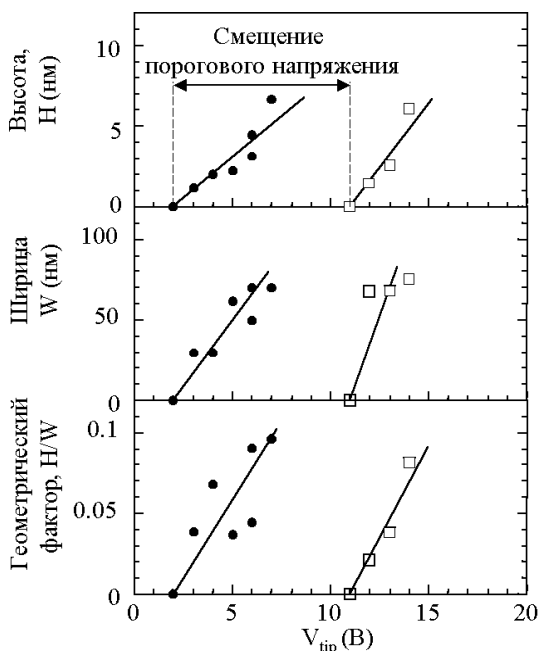


Рис. 8. Зависимости высоты, ширины и геометрического фактора оксидных точек от приложенного к зонду напряжения

геометрического фактора линий также может быть отнесено к износу зонда.

2.2. АСМ-оксидирование в полуконтактном режиме

Пример оксидных точек, сформированных методом АСМ-оксидирования в полуконтактном режиме, показан на рис. 9, б. Одна из отличительных особенностей полуконтактного режима состоит в том, что зонд АСМ колеблется с частотой в сотни кГц, касаясь поверхности лишь в нижней точке колебаний (рис. 9, а). В данном эксперименте амплитуда колебаний в процессе модификации поверхности составила 2 нм. При сканировании образца для снятия изображения полученных точек амплитуда колебаний зонда была увеличена

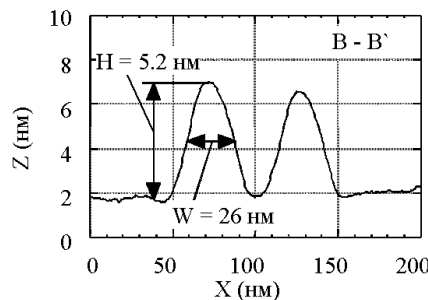
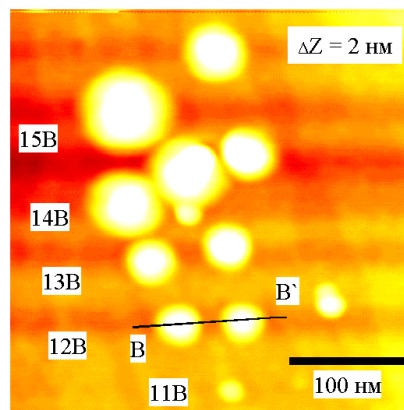
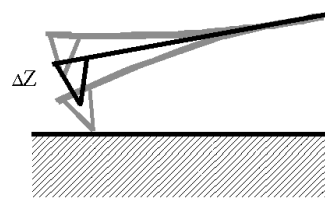


Рис. 9. Оксидные точки, сформированные методом АСМ-оксидирования в полуконтактном режиме. а) — Движение зонда в полуконтактном режиме; б) — АСМ-изображение оксидных точек; в) — поперечное сечение оксидных точек

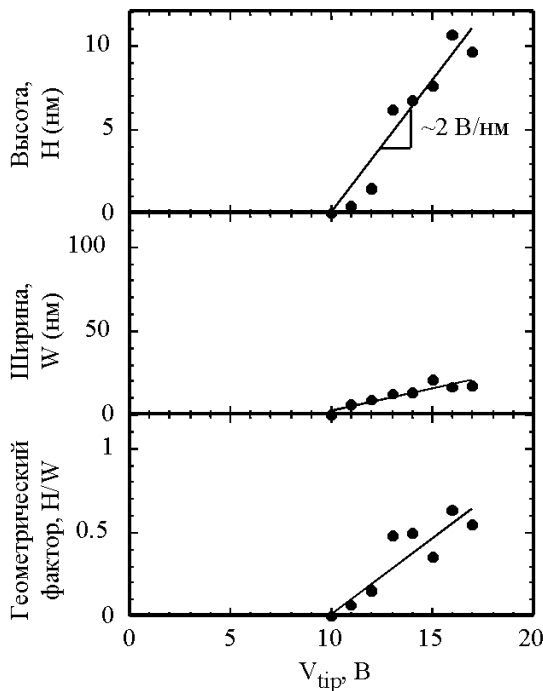


Рис. 10. Зависимости высоты, ширины и геометрического фактора оксидных точек, сформированных в полуконтактном режиме

приблизительно до 20 нм.

Как видно из поперечного сечения точек, сформированных при напряжении на зонде 12 В (рис. 9, с), применение полуконтактного режима позволило вдвое снизить ширину точек оксида при формировании точек с большей высотой. К тому же достигнуто несомненное улучшение формы точек, что свидетельствует о большей устойчивости процесса.

Зависимости высоты, ширины и геометрического фактора сформированных в полуконтактном режиме точек от приложенного к зонду напряжения представлены на рис. 10. Было отмечено увеличение порогового напряжения модификации по сравнению с контактным режимом. Наряду с существенным уменьшением минимальной ширины точек (от 30 нм в контактном до 6 нм в полуконтактном режиме) наблюдалось почти 2-кратное увеличение нормы роста оксидных точек в полуконтактном по сравнению с контактным режимом. Здесь норма роста определена как удельное увеличение толщины оксидного слоя на каждый вольт напряжения зонда.

2.3. Травление оксидных линий в растворе HF

Оксид, сформированный АСМ-оксидированием на поверхности n-InGaAs (рис. 3, а), был легко стравлен погружением образца в раствор HF на 10 с. Выбор HF в качестве травителя обусловлен высокой селективностью травления оксида InGaAs на InGaAs. На рис. 11 представлено АСМ-изображение и поперечный разрез канавок, обнаруженных на месте оксидных линий (рис. 3, а), после погружения образца в раствор HF.

Зависимости глубины и ширины канавок от скорости сканирования зонда в процессе формирования оксида представлены на рис. 12. Отмечено увеличение дисперсии глубины канавок по сравнению с дисперсией соответствующих высот оксидов. Также отмечено, что ширина линий после травления уменьшилась, а соотношение глубина канавок/высота оксидных линий составила приблизительно 1.5.

ВЫВОДЫ

1. Впервые оксидные образования сформированы АСМ-нанооксидированием на поверхностях n-InGaAs.
2. Оксидные формирования легко стравливаются в растворе HF с образованием наноканавок.
3. Полуконтактный режим показал возможность формирования оксидных образований высотой более 5 нм и шириной менее 25 нм, что показывает применимость метода для производства наноструктур.

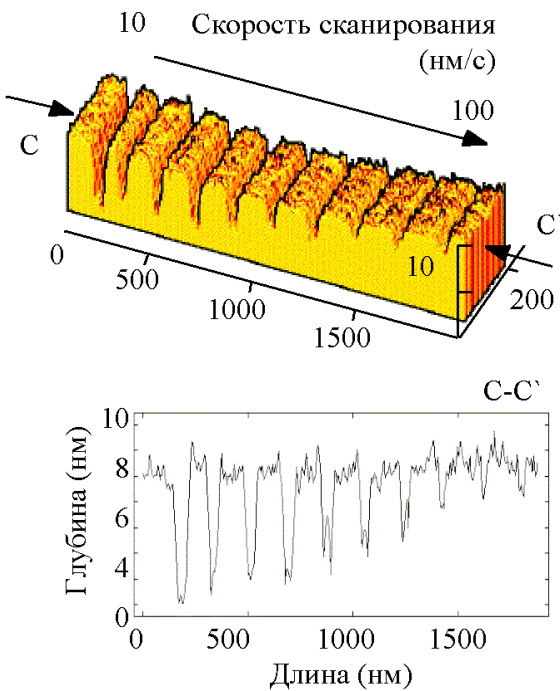


Рис. 11. АСМ-изображение и поперечный разрез канавок, обнаруженных на месте оксидных линий после погружения в раствор HF

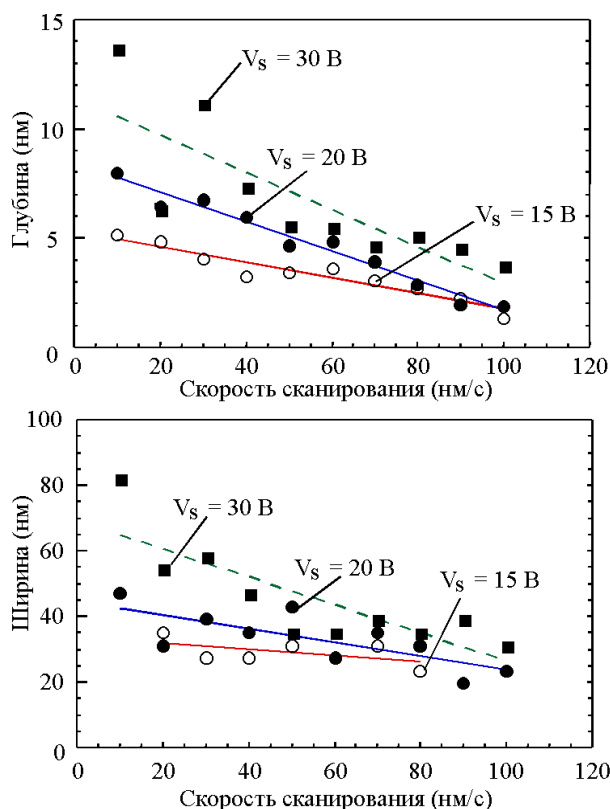


Рис. 12. Зависимости глубины и ширины канавок от скорости сканирования зонда в процессе формирования оксида

4. Полуконтактный режим показал лучшую воспроизводимость и геометрические характеристики наноструктур, что говорит о лучшей управляемости процесса нанooksидирования в полуконтактном режиме.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Okada H., Jinushi K., Wu N.-J., Hashizume T., Hasegawa H. // Jpn. J. Appl. Phys. 1995. V. 34, N. 2. P. 1315–1319.
2. Jinushi K., Okada H., Hashizume T., Hasegawa H. // Jpn. J. Appl. Phys. 1996. V. 35, N. 2. P. 1132–1139.
3. Egorov V.A., Petrov N.V., Polyakov N.K., et al. // Book of abstracts 5-th International Conference on Solid Films and Surfaces. Princeton USA, July 9–13, 2000. P. 87.
4. Moisson J. M., Houzay F., Barthe F., Leprince L. // Appl. Phys. Lett. 1994. V. 64, N. 2. P. 196–198.
5. Fujikura H., Hasegawa H. // Jpn. J. Appl. Phys. 1996. V. 35, N. 2. P. 1333–1339.
6. Takahashi Y., Fujiwara A., Yamazaki K., Namatsu H., Kurihara K., Murase K. // Jpn. J. Appl. Phys. 1999. V. 38, N. 4. P. 2457–2461.
7. Held R., Vancura T., Heinzel T., Ensslin K., Holland M., Wegscheider W. // Appl. Phys. Lett. 1998. V. 73, N. 2. P. 262–264.
8. K. Matsumoto, Y. Gotoh, T. Maeda, J. A. Dagata and J. S. Harris // Jpn. J. Appl. Phys. 1999. V. 38. P. 477–479.
9. S. Sasa, T. Ikeda, K. Anjiki and M. Inoue // Jpn. J. Appl. Phys. 1999. V. 38. P. 480–482.
10. Okada Y., Amano S., Kawabe M. // J. Appl. Phys. 1998. V. 83, N. 4. P. 1844–1847.
11. Y. Matsuzaki, K. Yuasa, J. Shirakashi, E. K. Chilla, A. Yamada and M. Konagai // J. Crystal Growth. 1999. V. 201/202. P. 656.
12. Ishii M., Matsumoto K. // Ext. Abs. of 1995-th Int. Conf. on Solid State Devices and Materials, Osaka, 1995. P. 953–955.

Институт аналитического приборостроения РАН, Санкт-Петербург

Материал поступил в редакцию 29.12.2000.

NANOOXIDATION AND NANOETCHING OF $n\text{-In}_{0.53}\text{Ga}_{0.43}\text{As}$ WITH AN ATOMIC FORCE MICROSCOPE

D. V. Sokolov

Institute for Analytical Instrumentation RAS, Saint-Petersburg

Applicability of AFM-based nanooxidation to InGaAs on InP is investigated in details. The oxide protrusions are successfully formed on n-InGaAs with AFM-nanooxidation. Oxide is easily etched in HF solution. Oxide lines with a height of more than 6 nm and width of less than 50 nm are successfully formed. The influence of the tapping mode on improvement of geometrical parameters of oxide protrusions is demonstrated. The oxide nature of lines and dots is shown.