

ФІЗИКА

УДК 621.315.592

Надточий В.А., Берестовой А.М., Екимов Е.А.

¹ доктор физ.-мат. наук, профессор, заведующий кафедрой физики, ГВУЗ «ДГПУ»

e-mail: kafedrafiziki2018@gmail.com, ORCID 0000-0001-9890-171X

² кандидат физ.-мат. наук, доцент кафедры ЕМКС, Украинская инженерно-педагогическая академия, г. Бахмут.

e-mail: etffizika@rambler.com, ORCID 0000-0001-5176-7365

³ студент 4 курса физико-математического факультета, ГВУЗ «ДГПУ»

e-mail: yevgeniy.yekimov@gmail.com, ORCID 0000-0003-1336-5298

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ОСНОВНЫЕ СВОЙСТВА НИЗКОРАЗМЕРНЫХ СТРУКТУР

В работе систематизированы наиболее часто используемые методы исследования полупроводниковых структур низкой размерности (от единиц микрометров до десятков нанометров), позволяющих количественно и качественно определять традиционные и новые их свойства. Рассмотрены явления, происходящие в приповерхностных слоях алмазоподобных кристаллов под действием низкотемпературной (ниже $0,35 T_{пл}$) деформации, ультразвукового и лазерного облучения. Установлен физический механизм низкотемпературной микропластичности в монокристаллах *Ge* и *Si*. Определены физические закономерности модификации приповерхностных слоев *GaAs* при низкоуровневом лазерном облучении. Предложен новый метод формирования наноструктур в *Ge* под действием дислокационно-поверхностной диффузии.

Ключові слова: *микропластичность, структурные дефекты, методы исследования, дислокация, кластер.*

Введение

Широкий интерес к исследованию низкоразмерных структур вызван общей тенденцией, направленной на миниатюризацию электронных устройств. Существует и фундаментальная причина, связанная с электронными свойствами наноструктур, которые отличаются от свойств объемных материалов наличием эффектов пространственного квантования. Зависимость зонной структуры объекта от его размера может быть использована для существенного расширения области применения полупроводниковых материалов в электронных и оптических схемах.

Основная часть

С наноматериалами и нанотехнологиями ученые связывают наше будущее. Широкое внедрение новых технологий, в том числе нанотехнологий, в

промышленное производство достигается опережающим развитием методов исследования и средств измерения физических характеристик материалов. Эксперименты в области полупроводников вносят огромный вклад в развитие области нанобъектов. Большой проблемой оказывается практическая сложность в отображении результатов эксперимента с достаточным разрешением, определением свойств объектов, размеры которых измеряются в единицах или десятках нанометров и проявляются квантовые закономерности в изменении энергии.

Для оценки характеристик и свойств полупроводниковых наноструктур используются методы, обладающие сверхвысоким пространственным разрешением: просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) высокого разрешения, сканирующая туннельная (СТМ) и атомно-силовая (АСМ) микроскопия с атомным разрешением. Каждый из этих методов информативен только в ограниченном диапазоне определяемых характеристик с определенными структурными и электрофизическими параметрами.

Электронная микроскопия. Морфологию и структуру поверхности полупроводниковых материалов (*Ge*, *Si*, *GaAs*, *InAs* и др.) можно визуализировать несколькими способами. Растровая электронная микроскопия (РЭМ) и просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) позволяют изучать материалы с атомным разрешением. Они дают качественно различную информацию об объекте исследования и часто применяются совместно. Известны также отражательная, эмиссионная, оже-электронная, лоренцева и другие виды электронной микроскопии, реализуемые, как правило, с помощью приставок к обычным просвечивающим и зондовым электронным микроскопам [1]. Электронная микроскопия включает также методики подготовки изучаемых объектов, обработки и анализа полученной информации.

В растровых электронным микроскопах (РЭМ) электронный луч, сжатый магнитными линзами в тонкий (1-10 нм) зонд, сканирует поверхность образца, формируя на ней растр из нескольких тысяч параллельных линий [2]. Возникающее при электронной бомбардировке поверхности вторичное излучение (вторичная эмиссия электронов, оже-электронная эмиссия и др.) регистрируется различными детекторами и преобразуется в видеосигналы, модулирующие электронный луч в электронно-лучевой трубке (ЭЛТ). Основным режим РЭМ – регистрация вторичных электронов, т.к. в этом режиме достигается максимальное разрешение. Метод позволяет проводить исследование микроструктуры по серии разнообразных изображений, охватывающих весь диапазон изменения размеров, имеющих в образце структурных элементов.

Трансмиссионная (просвечивающаяся) электронная микроскопия реализуется с помощью электронных микроскопов, в которых тонкопленочный объект просвечивается пучком ускоренных электронов с энергией 50-200 кэВ [3]. Разрешение и информативность ПЭМ-изображений во многом определяются характеристиками объекта и способом его подготовки. Сверхтонкие срезы образцов (10-100 нм) получают с помощью ультрамикротомов – приборов, в которых используются стеклянные или алмазные ножи. С помощью ПЭМ высокого разрешения (рис. 1) можно получить изображение гетероструктуры (рис. 1, а), где верхняя часть германий (*Ge*), а нижняя – кремний *Si*. По контуру Бюргера вокруг области, содержащей дислокацию, найден вектор Бюргера $b = \frac{d}{2} [110]$, где *d* – межатомное расстояние (рис. 1, в).

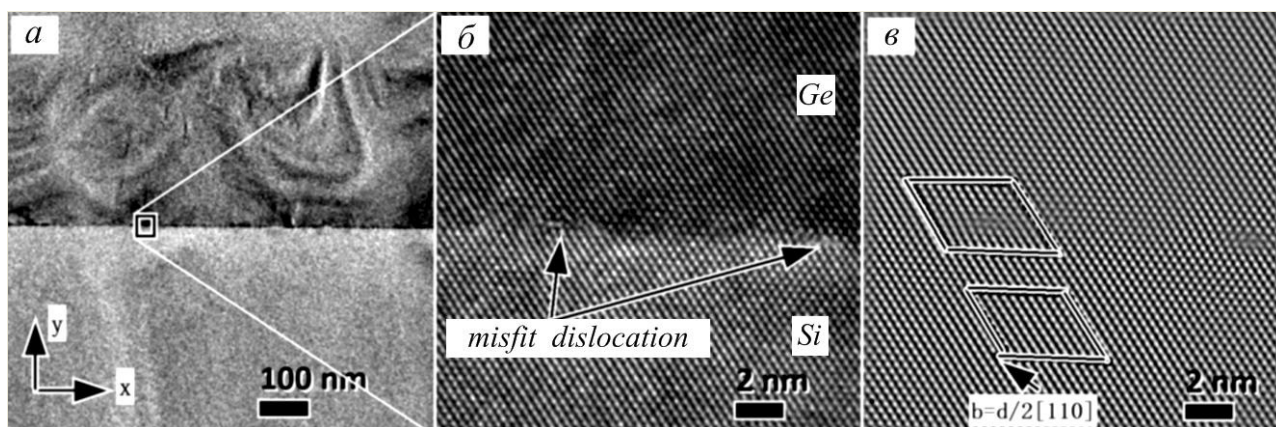


Рис. 1: а – ПЭМ-изображение границы раздела *Ge/Si* ГС, б – высокоразрешающее изображение *Ge/Si* ГС, в – определение вектора Бюргера дислокации [11]

Диагностику микро- и наноструктур можно осуществлять с помощью ПЭМ в режиме электронной дифракции, что обеспечивает получение дифракционных картин (электронограмм), позволяющих судить о кристаллической структуре объектов и с высокой точностью измерять параметры кристаллической решетки [4]. Электронная микроскопия высокого разрешения развивалась сравнительно медленно, но к 1990-м годам достигла 0,75 нм и менее. Последние выпуски ПЭМ (2000-е годы) сочетают в себе съемку изображения на очень малых участках объекта, дифракцию, рентгенографический анализ с использованием энергодисперсионной спектрометрии, а также спектрометрию энергетических потерь электронов с помощью энергодисперсионных спектрометров. Созданы монохроматоры для минимизации разброса энергии в падающем электроном пучке, которые обеспечивают СЭПЭ-спектры с энергетическим разрешением 0,15 эВ [5].

Сканирующая зондовая микроскопия. Другим мощнейшим инструментом в нанотехнологии является сканирующий туннельный микроскоп (СТМ). Сейчас известны десятки различных вариантов сканирующей зондовой микроскопии [6]. Общее у этих методов — наличие зонда (чаще всего хорошо заостренная игла с радиусом при вершине 10 нм) и сканирующего механизма, способного перемещать зонд над поверхностью образца в трех направлениях. Грубое позиционирование осуществляется моторизированными столами. Тонкое сканирование реализуется с помощью трехкоординатных пьезоактюаторов, позволяющих перемещать иглу или образец с точностью в доли ангстрема на десятки микрометров в направлениях x и y и на единицы микрометров по оси z . Все известные в настоящее время методы сканирующей зондовой микроскопии можно разбить на 3 основные группы:

- сканирующая туннельная микроскопия; между электропроводящим острием и образцом прикладывается небольшое напряжение ($\sim 0,01 - 10$ В) и в зазоре регистрируется туннельный ток, зависящий от свойств и расположения атомов на исследуемой поверхности образца. СТМ позволяет не только измерять диаметры и длину элементов, но и дает информацию о их деформации. Наилучшее пространственное разрешение приборов составляет сотую долю нанометра по нормали к поверхности. Высокая разрешающая способность обусловлена тем, что туннельный ток изменяется на три порядка при изменении ширины барьера на величину порядка размера атома [7].
- атомно-силовая микроскопия; регистрируются изменения силы притяжения иглы к поверхности от точки к точке поверхности образца. Игла расположена на конце консольной балочки (кантилевера), имеющей определенную жесткость и способной изгибаться под действием небольших ван-дер-ваальсовых сил, которые возникают между исследуемой поверхностью и кончиком острия. Деформацию кантилевера регистрируют по отклонению лазерного луча, падающего на его тыльную поверхность, или с помощью пьезорезистивного эффекта, возникающего в самом кантилевере при изгибе. Очень важно, что помимо исследовательских функций сканирующая туннельная микроскопия может выполнять еще и активные — обеспечивать захват отдельных атомов, перенос их в новую позицию, атомарную сборку проводников шириной в один атом, локальные химические реакции, манипулирование отдельными молекулами [8].
- ближнепольная оптическая микроскопия (БПО); в этом случае зондом служит оптический волновод (световолокно), сужающийся на том кон-

це, который обращен к образцу до диаметра меньше длины волны света. Световая волна при этом не выходит из волновода на большое расстояние, а лишь слегка «вываливается» из его кончика. При малом расстоянии между исследуемой поверхностью и кончиком зонда амплитуда и фаза отраженной световой волны меняются, что и служит сигналом, используемым при построении трехмерного изображения поверхности [9]. Металлографические микроскопы позволяют наблюдать и фотографировать структуры в светлом, темном поле и в поляризованном свете при увеличении до 1000-1500 раз, ограниченном дифракцией света. Поэтому метод ближнеполевой оптики (БПО) позволяет выйти за дифракционные пределы и использовать его для исследования наноструктур.

Дефекты кристаллического строения в полупроводниках оказывают влияние на многие физические свойства (механические, электрические, оптические и другие). Уже после выращивания кристаллов в них наблюдаются скопления точечных дефектов (кластеры), линейные (дислокации) и объемные (поры и микротрещины). Надежность микроэлектронной аппаратуры (МЭА) в значительной мере определяется ее защищенностью от механических воздействий. Установлено, что около 50% отказов в МЭА вызвано механическими воздействиями в процессе производства, испытаний и эксплуатации как самой МЭА, так элементов, входящих в ее состав.

Вопросом механической прочности основных элементов – интегральных схем (ИС) в настоящее время уделяется особое внимание в связи с применением кристаллов большого размера. Остаточные механические напряжения после сборки ИС иногда достигают 50% уровня разрушающего напряжения. Поэтому исследования процессов дефектообразования под действием механических напряжений в алмазоподобных кристаллах (*Ge*, *Si*, *GaAs*, *InAs*) имеют не только прикладной характер, но и теоретический. Особую важность в вопросе дефектообразования представляют физические механизмы зарождения и движения дислокаций, микропластичности, разрушения в области низких температур, меньших $0,35 T_{пл}$, при которых работают полупроводниковые приборы. Этому вопросу посвящены диссертации [12, 13]. В этих работах использованы разные методы исследований закономерностей микропластической деформации:

- индентирование поверхности кристаллов и лазерное воздействие;
- четырехзондовый метод измерения проводимости;
- структурный анализ деформированных кристаллов с помощью электронной просвечивающей (ПЭМ), растровой (РЭМ) электронной микроскопии и рентгеновской топографии.

Выполнены компьютерные расчеты напряжений в деформированных кристаллах и температурных полей в области лазерного пятна на поверхности кристалла *Ge*. Использована методика компьютерного моделирования процесса рекомбинации неравновесных носителей заряда, инжектированных в образец через промежуточный дефектный слой.

Основные результаты исследований микропластичности:

1. Впервые установлено, что под действием низкотемпературной деформации сжатием при малых и средних напряжениях (≤ 400 МПа) дислокации в *Ge* и *Si* зарождаются лишь в тонких приповерхностных слоях образцов.
2. Экспериментально установлено, что при $T \leq 0,35 T_{пл}$ и напряжениях ≤ 400 МПа основным типом дефектной структуры, образующийся при кратковременной деформации сжатием являются вакансионные и вакансионно-примесные кластеры, а при длительных испытаниях (несколько часов или суток) в приповерхностных слоях кристаллов *Ge* и *Si* зарождаются также дислокации.
3. Предложена новая модель образования линейно-периодической дислокационной структуры, которая образуется вблизи лазерного пятна на поверхности в *Ge* [12, 13].
4. Экспериментально показано, что дислокации в приповерхностных слоях в *Ge* и *Si* движутся по механизму переползания (а не скольжением, что характерно для высоких температур).

Рассмотрим теперь наноструктурные исследования.

В этой части работы установлены физические закономерности образования дефектов и низкоразмерных атомных структур в приповерхностных слоях монокристаллов *Ge* в процессе деформации в интервале температур 300-600 К.

Основные научные и практические результаты работы [14-24]:

1. Изготовлено новое устройство, позволяющее при определенном выборе условий измерения определять время жизни неосновных носителей заряда в тонком дефектном слое кристалла, в его объеме и скорость поверхностной рекомбинации, применяя необходимые методики. Устройство обладает высокой степенью локальности измерений и может быть использовано как в лабораторных, так и в производственных условиях для контроля степени дефектности полупроводниковых изделий микроэлектроники. Кроме того, измерения можно выполнять непосредственно в процессе модификации поверхностных слоев внешними воздействиями.

2. Разработан и апробирован новый структурно-чувствительный зондовый метод определения уровня дефектности в приповерхностных слоях, основанный на измерении параметров рекомбинации неравновесных носителей заряда.
3. Выполнены теоретические расчеты распределения напряжений в области действия сосредоточенной силы при трехопорном изгибе тонкой полупроводниковой пластины *Ge*. Показано также, что найденные изменения времени жизни, распределения дефектов и напряжений в приповерхностном слое качественно согласуются между собой.
4. В результате проведения структурных исследований с помощью электронной, оптической микроскопии и теоретических расчетов изучен физический механизм образования вакансионных кластеров и дислокаций в процессе деформации *Ge* при температуре $T \leq 0,35 T_{пл}$ с одновременным УЗ облучением. Рассчитана энергия миграции вакансий в приповерхностных слоях кристаллов *Ge* с учетом наличия свободной поверхности, действия напряжения сжатия и УЗ облучения. Показано также, что дислокационные петли зарождаются в областях растяжения на поверхности, а вакансионные кластеры в области сжатия. Сравнивая модули объемного сжатия для включений типа *GeOx* и матрицы *Ge*, пришли к выводу, что зарождающиеся дислокационные петли имеют межузельную природу.
5. Впервые методом оптической и атомно-силовой микроскопии выполнены исследования поверхности образцов монокристаллического германия, циклически деформированных одноосным сжатием с одновременной УЗ обработкой при температуре 310 К. Установлено, что деформирование кристаллов порождает на поверхности периодические дефектные структуры, обусловленные массопереносом при наличии градиента напряжений и возникновении направленных диффузионных потоков. Дислокационные петли в приповерхностном слое являются источниками зарождения наноструктур типа ямка-островок. При объединении островков на стадии созревания образуются гребни нанометровой высоты, источниками которых являются дислокационные петли, линейно ориентированные полями точечных дефектов. Предложен новый метод создания структур субмикронных размеров для нужд наноэлектроники.
6. С помощью спектроскопии комбинационного рассеяния света показано отсутствие остаточных напряжений в наноструктуре типа гребня на поверхности *Ge*, поскольку на частотах $\omega = 293 \text{ см}^{-1}$ и $\omega = 316 \text{ см}^{-1}$ спектральные пики интенсивности излучения не были обнаружены. При

отсутствии остаточных напряжений свойства наноструктуры могут сохраняться длительное время.

7. Впервые показана возможность получения информации об изменениях профиля поверхности монокристаллов *Ge* под действием деформации при пониженных температурах, важных для понимания процессов разрушения. Установлено, что на начальной стадии развития поверхностной диффузии в поле градиента напряжения наблюдается сглаживание и зарастание концентраторов типа царапин, ступенек, ямок травления, приводящее к снижению их плотности и увеличению разрушающих напряжений. При повышенных напряжениях, температурах и длительных выдержках кристаллов *Ge* под нагрузкой формируются дефекты в виде складок из гребней и канавок, являющихся новыми концентраторами напряжений, приводящие к обратному эффекту — снижению разрушающих напряжений.

Выводы

В результате проведения структурных исследований с помощью электронной, оптической микроскопии, рентгеновской топографии и теоретических расчетов изучен физический механизм образования вакансионных кластеров и дислокаций в процессе деформации *Ge* при температуре $T < 0,35 T_{пл}$ с одновременным УЗ облучением.

Разработан и апробирован новый структурно-чувствительный зондовый метод определения уровня дефектности в приповерхностных слоях, основанный на измерении параметров рекомбинации неравновесных носителей зарядов.

Изготовлено новое устройство, позволяющее при определенном выборе условий измерения определять время жизни неосновных носителей заряда в тонком дефектном слое кристалла, в его объеме и скорость поверхностной рекомбинации, применяя необходимые методики.

Установлено, что деформирование кристаллов порождает на поверхности периодические дефектные структуры, обусловленные массопереносом при наличии градиента напряжений и возникновении направленных диффузионных потоков. Дислокационные петли в приповерхностном слое являются источниками зарождения наноструктур типа ямка-островок. При объединении островков на стадии созревания образуются гребни нанометровой высоты, источниками которых являются дислокационные петли, линейно ориентированные полями точечных дефектов.

Предложен новый метод создания структур субмикронных размеров для нужд наноэлектроники.

В целом решена важная проблема установления физических закономерностей микропластичности и прочности алмазоподобных кристаллов Ge , Si , $GaAs$, $InAs$ при низких температурах.

Литература

1. *Неволин В.К.* Зондовые нанотехнологии в электронике / В.К. Неволин. — М.: Техносфера, 2005. — 147 с.
2. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ. Книга 2. / Гоулдстейн Дж., Ньюбери Д. и др. — М.: Мир, 1984. — 349 с.
3. *Шиммель Г.* Методика электронной микроскопии. — М.: Мир, 1972. — 300 с.
4. *Гурьянова О.М.* и др. Электронная дифракция вершинных каталитических частиц в углеродных нанотрубках // ФТТ. — 2002. — Т. 44., № 3. — С. 455-457.
5. *Хирш П.Б.* 50 лет исследованиям дислокаций с помощью просвечивающей электронной микроскопии: прошлое, настоящее, будущее : доклад лауреата Большой золотой медали РАН имени М.В. Ломоносова / П.Б. Хирш // Вестник Российской академии наук. — 2006. — Т. 76., № 10. — С. 892-898.
6. *Маслова Н.С., Панов В.И.* Сканирующая туннельная микроскопия атомной структуры, электронных свойств и поверхностных химических реакций // УФН. — 1989. — Т. 157, №1. — С. 185-195.
7. *Ревокатова И.П., Силлин А.П.* Сканирующая туннельная микроскопия атомной структуры, электронных свойств и поверхностных химических реакций // УФН. — 1984. — Т. 142, №1. — С. 159-162.
8. *Ткачев А.Г.* Аппаратура и методы синтеза твердотельных наноструктур : монография / А.Г. Ткачев, И.В. Золотухин. — М.: Издательство Машиностроение-1, 2007. — 316 с.
9. *Жданов Г.С.* Оптика внутри дифракционного предела / Г.С. Жданов, М.Н. Либенсон, Г.А. Марциновский // УФН. — 1998. — Т. 168, №7. — С. 801-804.
10. *Kailer A.* Raman microspectroscopy of nanocrystalline and amorphous phases in hardness indentations / A. Kailer, G.N. Klaus, Yu.G. Gogotsi // J. Raman Spectrosc. — 1999. — Vol. 30. — P. 939-946.
11. *Liu Q.L.* Quantative strain of misfit dislocations in a Ge/Si heterostructure interfase by geometric phase analysis / Q.L. Liu, C.W. Zhao, Y.M. Xing, S.J. Su, B.W. Cheng // Optics and Lasers in Engineering. — 2012. — Vol. 50, №5. — P. 796-799.

12. *Надточий В.А.* Микропластичность алмазоподобных кристаллов (*Si, Ge, GaAs, InAs*) : Дис. ... докт. физ.-мат. наук: 01.04.07 / Харьк. нац. ун.-т. — Харьков, — 2006. — 467 с.
13. *Москаль Д.С.* Дефектообразование в приповерхностных слоях монокристаллов *GaAs* под действием низкоуровневого пространственно-модулированного лазерного облучения : Дис. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.07 / Харьк. нац. ун.-т. — Харьков, — 2008. — 138 с.
14. *Надточий В.А.* Исследование поверхности деформированного монокристалла германия методом атомно-силовой микроскопии / В.А. Надточий, А.И. Уколов, В.П. Алехин // Деформация и разрушение материалов. — 2012. — №4. — С. 26–33.
15. *Надточий В.А.* Устройство для измерения параметров рекомбинации неравновесных носителей заряда в приповерхностных слоях монокристаллов *Ge* / В.А. Надточий, А.И. Уколов // Вісник Харківського національного ун-ту, серія «Фізика». — 2012. — №1020, в. 17. — С. 87–90.
16. *Надточий В.А.* Исследование электрических свойств *Ge* и *Si*, деформированных при низких температурах / В.А. Надточий, Н.К. Нечволод, Д.Г. Сущенко // ФТВД. — 2001. — Т. 11, №1. — С.104–110.
17. Патент 97999 Україна, МПК G01N 27/87. Спосіб визначення міри дефектності приповерхневих шарів монокристалів германію або кремнію / Надточій В.О., Уколов О.І. — опуб. 10.04.12.
18. *Надточий В.А.* Формирование наноструктур в *Ge* при условии дислокационно-поверхностной диффузии / В.А. Надточий, А.И. Уколов, Н.К. Нечволод // ФТВД. — 2012. — Т. 22, №3. — С. 54–62.
19. *Уколов А.И.* Распределение дефектов в тонких полупроводниковых пластинах при низкотемпературной деформации / А.И. Уколов, В.А. Надточий, Н.К. Нечволод // ФТВД. — 2013. — Т. 23, №4. — С. 83–91.
20. *Уколов А.И.* Свойства наноструктур, сформированных на поверхности *Ge* диффузионным массопереносом / А.И. Уколов, В.А. Надточий, А.С. Винокурова // Збірник наукових праць фізико-математичного факультету ДДПУ. — Слов'янськ, 2014. — №4. — С.79–85.
21. *Уколов О.І.* Дифузійно-дислокаційна мікропластичність монокристалів *Ge* нижче температурної межі крихкого руйнування / О.І. Уколов, В.О. Надточій, М.К. Нечволод // Фіз. і хім. твердого тіла. — 2010. — Т. 11, №3. — С. 575–579.
22. Патент 101705 Україна, МПК H01L 21/322(2006.01). Спосіб створення наноструктур на поверхні *Ge* / Надточій В.О., Уколов О.І. — опуб. 25.04.2013.

23. *Надточий В.А.* Изменение времени жизни носителей заряда и проводимости дефектного приповерхностного слоя *Ge* при термообработках / В.А. Надточий, Н.К. Нечволод, Н.Н. Голоденко // ФТВД. — 2004. — Т. 14, №3. — С. 42–48.
24. *Надточий В.А.* Квантовые точки и квантовые нити для современной полупроводниковой электроники / В.А. Надточий, И.В. Воронова, Е.Ю. Сыпчук // Збірник наукових праць фізико-математичного факультету ДДПУ. — Слов'янськ, 2020. — №10. — С.59–64.

V.A. Nadtochij, A.M. Berestovoj, E.A. Ekimov

Donbas State Pedagogical University, Sloviansk, Ukraine;

Ukrainian Engineering and Pedagogical Academy, Bakhmut, Ukraine;

Donbas State Pedagogical University, Sloviansk, Ukraine.

Methods of investigation and main features of low-sized structures

In the work it is systematized the most commonly used methods of investigation of semiconducting structures of low dimension (from micrometer units till tens of nanometers), that allow qualitatively and quantitatively to distinguish their traditional and new features. Phenomena, running in near-surface layers of diamond-like crystals under the influence of low temperature (under $0.35 T_{pl}$) deformation, ultrasonic and laser irradiation are examined. Physical mechanism of low temperature microplasticity in single crystals *Ge* and *Si* is set. Physical patterns of modification of near surface layers *GaAs* with low-level laser irradiation are identified. A new method of nanostructures formation in *Ge* under influence of dislocation-surface diffusion is offered.

Keywords: *microplasticity, structural defects, methods of investigation, dislocation, cluster.*