

02,12

Новый метод определения модуля Юнга (Ga,Mn)As нитевидных нанокристаллов с помощью растрового электронного микроскопа

© А.Д. Буравлев¹⁻³, Н.В. Сибирев^{1,2}, Д.В. Безнасюк^{1,2}, N. Lebedeva⁴, S. Novikov⁴,
H. Lipsanen⁴, Г.Э. Цырлин¹⁻³

¹ Санкт-Петербургский академический университет,
Санкт-Петербург, Россия

² Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
Санкт-Петербург, Россия

³ Институт аналитического приборостроения РАН,
Санкт-Петербург, Россия

⁴ Aalto University,
Espoo, Finland

E-mail: bour@mail.ioffe.ru

(Поступила в Редакцию 10 апреля 2013 г.)

Методом молекулярно-пучковой эпитаксии выращены массивы (Ga,Mn)As нитевидных нанокристаллов. При изучении морфологии поверхности полученных образцов методом растровой электронной микроскопии обнаружено возникновение механических колебаний одиночных нитевидных нанокристаллов. Для описания этих колебаний была создана модель, которая позволила определить модуль Юнга (Ga,Mn)As нитевидных нанокристаллов.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ, различными научными программами Президиума РАН, грантами РФФИ и программами FP7 SOBONA и FUNPROB.

Введение

Обширный интерес проявляемый в последнее время к квазиодномерным наноструктурам таким как полупроводниковые нитевидные нанокристаллы (ННК) вызван не только разносторонностью их свойств, но и многообразием их потенциальных применений. На сегодняшний день было показано, что практически все существующие приборы полупроводниковой нано- и оптоэлектроники такие, как транзисторы, фотоэлектрические преобразователи, лазеры, биосенсоры и т.д., могут быть созданы на основе ННК. Благодаря своим размерам и уникальной форме ННК представляют собой перспективные объекты также для создания микро- и наноэлектромеханических (МЭМС и НЭМС соответственно) сенсоров, датчиков и других подобных устройств. Однако измерение механических свойств одиночных ННК представляет определенную проблему вследствие сложностей, связанных с применением стандартных методик [1]. Тем не менее, уже были предложены различные методы для определения механических свойств ННК, основанные как на возбуждении механических колебаний при приложении электрического поля, так и на использовании атомно-силовой микроскопии (АСМ). Например, были определены значения модуля Юнга SiC [2] и GaAs [3] ННК при их упругом изгибе под давлением зонда АСМ с одновременной регистрацией нагрузочно-разгрузочных зависимостей. В свою очередь, для определения параметров механических колебаний ННК на основе бора (В) был использован растровый электронный микроскоп (РЭМ) [4,5]. Возбуждение колебаний в ННК,

закрепленных на острие зонда АСМ, осуществлялось как механически путем приложения напряжения непосредственно к зонду, так и с помощью переменного электрического поля поданного между АСМ-зондом и дополнительным электродом близко расположенном к ННК. Подобная методика, основанная на возбуждении колебаний под действием переменного электрического поля, была также использована для изучения свойств GaN [6], ZnO [7], SiC [8,9], SiO₂ [10] ННК.

Настоящая работа посвящена новому методу определения модуля Юнга (Ga,Mn)As ННК, основанному на возбуждении и непосредственной регистрации их механических колебаний с помощью растрового электронного микроскопа.

1. Методы

Для роста (Ga,Mn)As ННК использовалась установка молекулярно-пучковой эпитаксии VG100H. Подробное описание ростовых процессов приведено в [11]. Синтез осуществлялся на подложках GaAs с кристаллографической ориентацией типа (111)В при температуре роста $T = 660^\circ\text{C}$.

Исследование поверхностной морфологии полученных образцов проводилось методом растровой электронной микроскопии на микроскопе Zeiss Supra 40.

2. Результаты и обсуждения

При исследовании морфологии массивов ННК, выращенных методом МПЭ, с помощью РЭМ было обна-

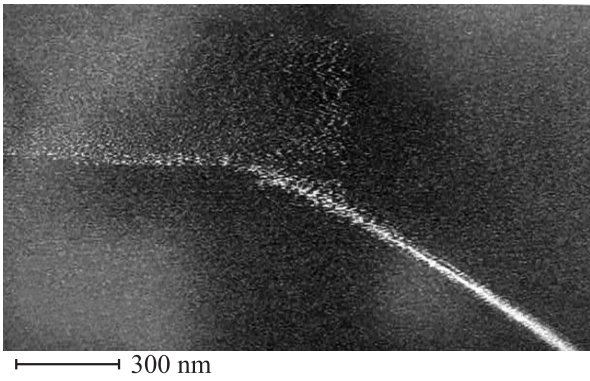


Рис. 1. РЭМ изображение колебаний одиночного (Ga,Mn)As ННК под воздействием электронного пучка.

ружено, что при определенных скоростях сканирования наблюдается размытие изображений ННК. Детальное изучение положений конкретных (Ga,Mn)As ННК показало, что ННК совершают колебания (см. рис. 1). Перемещение луча РЭМ при сканировании изображения, по-видимому, может приводить к зарядке-разрядке вершины ННК и, как следствие, к кулоновскому взаимодействию между ННК и пучком электронов. В этом случае возможно возникновение колебаний ННК по аналогии с возбуждением собственных механических колебаний ННК под действием переменного электрического поля, описанных в работах [6–10].

Кроме того, в нашем случае также иногда наблюдались медленные колебания ННК (см. рис. 2). При этом (Ga,Mn)As ННК отображался в виде бегущих прямоугольных волн (рис. 2, *a*) или вращающихся эллипсов (рис. 2, *b*). Наблюдение подобных эффектов, вероятно, может быть связано с тем, что частота собственных механических колебаний ННК при определенных условиях становится кратной частоте сканирования луча микроскопа, аналогично условиям возникновения фигур Лиссажу на экране осциллографа.

Для определения частот собственных механических колебаний, эпитаксиально выращенный ННК можно рассматривать как стержень с одним свободным и одним заделанным концом. Известно, что такие колебания для однородного стержня с круглым сечением описываются уравнением (1) с граничными условиями (2) [12]

$$\frac{\partial^4 X}{\partial z^4} = -\frac{4\rho}{ER^2} \frac{\partial^2 X}{\partial t^2} \quad (1)$$

$$X(0, t) = 0, \quad \frac{\partial}{\partial z} X(0, t) = 0,$$

$$\frac{\partial^2}{\partial z^2} X(L, t) = 0, \quad \frac{\partial^3}{\partial z^3} X(L, t) = 0, \quad (2)$$

где R — радиус стержня, L — длина стержня, E — модуль Юнга, ρ — плотность материала стержня, $X(z, t)$ — поперечное смещение точек стержня, t — время, z — координата на оси, направленной вдоль

стержня в положении равновесия. Частота собственных колебаний n -ой гармоники ν_n такого стержня определяется формулой [12]

$$\nu_n = \frac{R}{4\pi} \frac{\alpha_n^2}{L^2} \sqrt{\frac{E}{\rho}}, \quad (3)$$

здесь α_n собственные значения, которые могут быть найдены из уравнения $\cos(\alpha_n) \cosh(\alpha_n) = -1$. Следовательно: $\alpha_0 = 1.875$, $\alpha_1 = 4.694$, $\alpha_2 = 7.854$ и т.д. Для более высоких гармоник ($k > 2$) можно воспользоваться приближенной формулой: $\alpha_k = (k + 1/2)\pi$.

Следует отметить, что в нашем случае форма колебаний напоминает меандр (см. рис. 2, *a*). Поэтому наши колебания не являются чисто гармоническими и в уравнения надо ввести слагаемое, описывающее ангармоничность нашей системы. Это слагаемое может возникать вследствие процессов связанных с зарядкой и разрядкой ННК, а также взаимодействия ННК с подложкой. Тогда уравнение, описывающее зависимость колебаний от времени, примет вид

$$\frac{\partial^2 X}{\partial t^2} = -\frac{ER^2}{4\rho} \left(\frac{\partial^4 X}{\partial z^4} - \gamma X^3 \right), \quad (4)$$

где γ — коэффициент ангармоничности, являющийся подгоночным параметром.

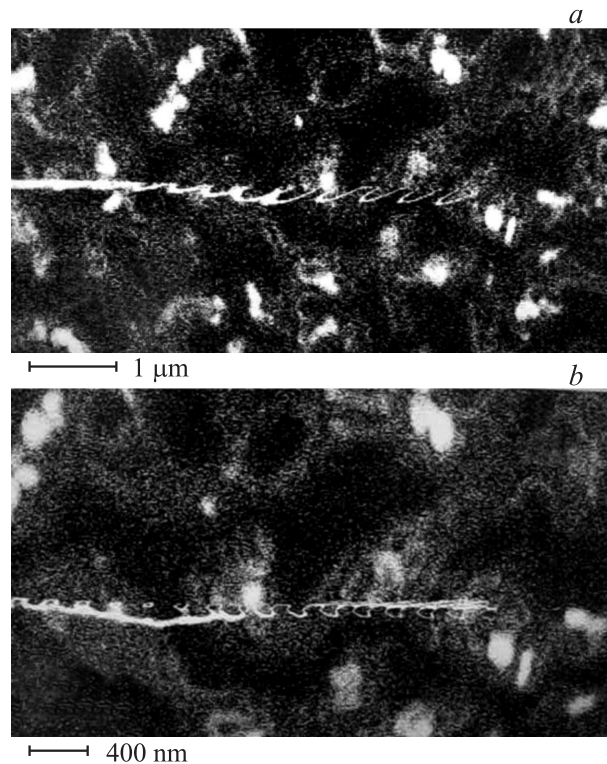


Рис. 2. РЭМ изображение колебаний одиночного (Ga,Mn)As ННК, обладающего (а) — длиной порядка 6.55 μm и диаметром порядка 100 нм; (б) — длиной порядка 4 μm и диаметром порядка 80 нм.

При возникновении колебаний стержень будет находиться существенно большее время в крайних положениях, чем в положении равновесия. Данная ситуация часто наблюдается при качании на качелях или колебаниях физического маятника. С возрастанием γ время нахождения стержня в крайних положениях должно увеличиваться.

Поэтому, при регистрации колебаний ННК с помощью РЭМ их огибающая будет намного ярче промежуточных положений ННК. А при соблюдении условий кратности частот колебаний ННК и РЭМ огибающие распадутся на яркие отрезки, соединенные тонкими линиями между собой, что, скорее всего, и наблюдалось в наших экспериментах (см. рис. 2, а).

Для моделирования экспериментальных изображений была написана программа, которая находила координаты ННК и положение луча РЭМ. Для определения положения ННК и его формы в каждый момент времени решалась численно система уравнений (2)–(4). В случае совпадения этих координат программа записывала их. Плотность ННК считалась заданной и равной $\rho = 5.317 \text{ g/cm}^3$ [13]. Для всех образцов считалось, что возбуждена только 0-гармоника, так как

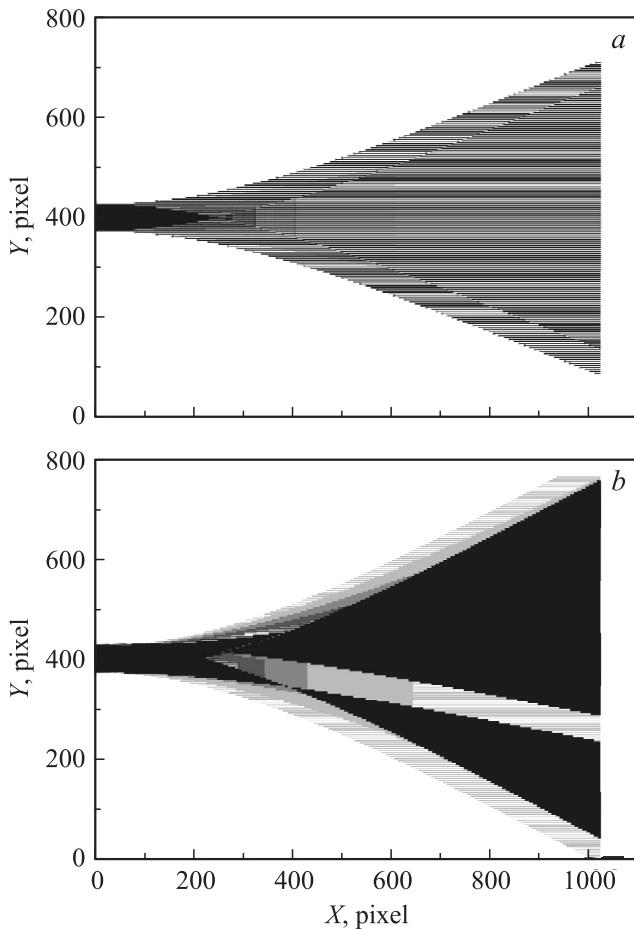


Рис. 3. Модельные изображения колебаний ННК с $E = 40 \text{ GPa}$, $L = 3.951 \mu\text{m}$, $R = 100 \text{ nm}$, $\sigma = 0^\circ$, полученные для значений фазы $\varphi = 0$ (а) и $\varphi = \pi/2$ (b).

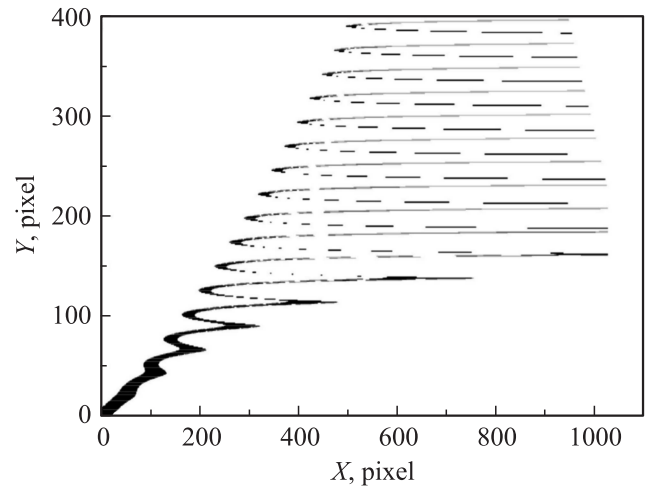


Рис. 4. Модельное изображение колебаний ННК с $E = 40 \text{ GPa}$, $L = 6.844 \mu\text{m}$, $R = 50 \text{ nm}$, $\varphi = 0$, $\sigma = 25^\circ$.

для возбуждения подобных колебаний требуется наименьшее количество энергии. Поэтому в формуле (3) для собственных частот колебаний ННК использовалось только наименьшее значение $\alpha_0 = 1.875$.

На рис. 3 и 4 приведены типичные картины, полученные для кратных частот сканирования РЭМ и колебаний ННК. Следует отметить, что в программе была предусмотрена возможность задать отклонение ННК от положения равновесия в первоначальный момент времени и амплитуду колебаний, т.е. задать значение фазы колебаний ННК φ в момент начала развертки изображения на мониторе РЭМ. Кроме того, в программе можно было ввести угол между направлением строчной развертки и проекции оси роста ННК на подложку σ . На рис. 3, а и 3, б показано отличие модельных изображений при разных значениях фазы колебаний. При этом если частоты колебаний ННК и РЭМ не в точности попадают в резонанс, а мало отличаются друг от друга, то на мониторе микроскопа наблюдался бы плавный переход от рис. 3, а к рис. 3, б и обратно. Модельное изображение, продемонстрированное на рис. 3, а, может соответствовать экспериментальному РЭМ изображению колебаний ННК, показанному на рис. 1.

Рис. 4 представляет собой результат моделирования при не нулевом значении σ . Видно, что в этом случае могут возникать фигуры с разрывами. Тем не менее, использование данной программы для описания причин возникновения колец (см. рис. 2, б) не дало положительного результата. Вероятнее всего это связано с существованием двух различных частот колебаний по разным направлениям, возникающим вследствие наличия кривизны у ННК и отличия формы поперечного сечения ННК от круга.

Как уже было отмечено выше, в случае кратности частот собственных колебаний ННК и сканирования луча РЭМ на экране должны наблюдаться медленно меняющиеся или стационарные изображения, подобные

представленным на рис. 1–2. В нашем случае частота кадровой развертки РЭМ была равна 25 Hz, что явно на порядок меньше чем частота собственных колебаний ННК. Поэтому численное моделирование может дать большое количество близких значений резонансов, при которых наблюдаются стационарные или медленно меняющиеся изображения колебаний. На рис. 5 приведены результаты моделирования колебаний ННК для соседних резонансов. Видно, что они отличаются друг от друга. Таким образом, в зависимости от параметров, используемых для моделирования колебания можно получить совершенно разные модельные изображения. Поэтому на основании результатов выбора наиболее похожего изображения можно определить значения частоты колебаний ННК при учете его геометрических характеристик.

На рис. 2, *a* представлено изображение колебаний одиночного (Ga,Mn)As ННК, обладающего длиной порядка 6.55 μm и диаметром около 100 nm. Наблюдаемый тип колебаний (напоминающий меандр), как показало численное моделирование, не может быть объяснен только гармоническими колебаниями ННК. Поэтому для их описания, как уже было сказано выше, был введен коэффициент ангармоничности γ . На рис. 6 приведены

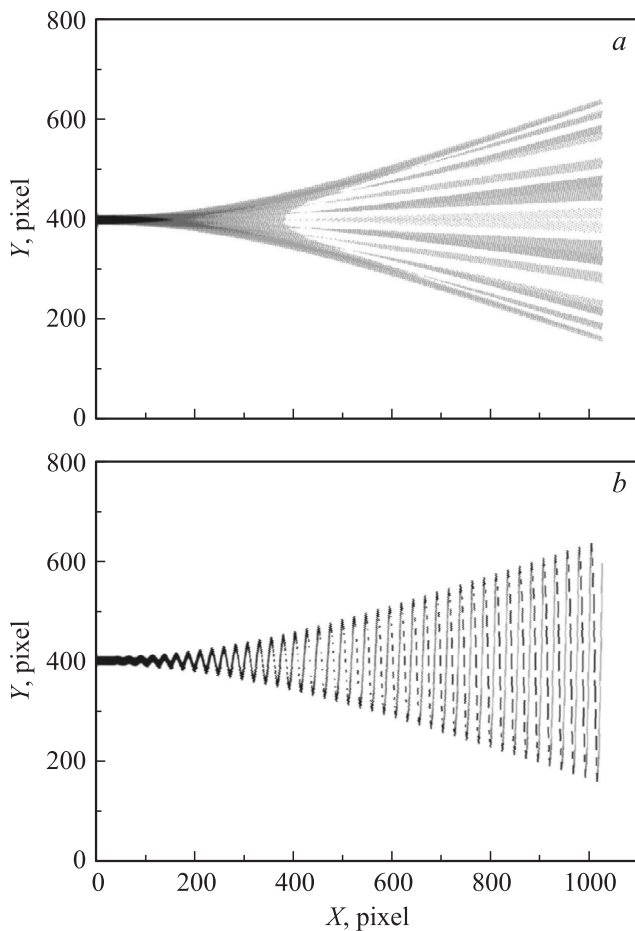


Рис. 5. Вид резонансных колебаний ННК для разных кратности частот, вычисленных для ННК с $E = 40$ GPa, $R = 50$ nm, $\varphi = 0$, $\sigma = 25^\circ$ и $L = 6.7$ μm (*a*); 6.844 μm (*b*).

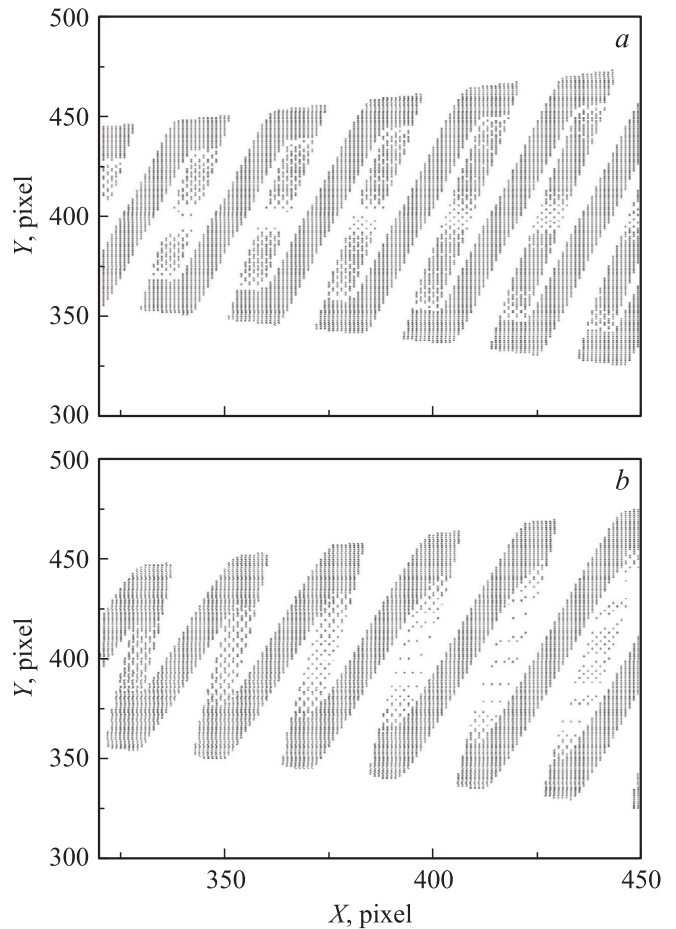


Рис. 6. Модельные изображения колебаний ННК с $E = 40$ GPa, $L = 6.545$ μm, $R = 50$ nm, $\varphi = 0$, $\sigma = 90^\circ$, полученные с учетом ангармоничности (*a*) и без (*b*).

модельные изображения колебаний ННК как с учетом коэффициента ангармоничности (см. рис. 6, *a*) так и без него (см. рис. 6, *b*). Следует отметить, что для получения прямоугольных волн требуется, чтобы коэффициент ангармоничности был достаточно большим $\sim 10^{-4} \text{ nm}^{-2}$, при этом плоскость колебаний ННК совпадала с плоскостью сканирования луча микроскопа.

Видно, в этом случае форма ангармонических колебаний больше напоминает экспериментальные данные (см. рис. 2, *a*). Определив на основании результатов численного моделирования частоту колебаний ННК, мы можем по формуле (3) найти модуль Юнга исследуемого ННК. Полученное значение модуля Юнга для исследуемого (Ga,Mn)As составило $E = 40$ GPa.

Заключение

Таким образом, был предложен новый способ измерения модуля Юнга ННК, основанный на возбуждении собственных механических колебаний ННК под действием луча РЭМ. Полученное экспериментально значение модуля Юнга для (Ga,Mn)As ННК состави-

ло 40 GPa. Кроме того, были определены условия для возникновения разного типа механических колебаний одиночных ННК.

Н.В.С. благодарит Совет по грантам Президента РФ за финансовую поддержку.

Список литературы

- [1] Z. Stanimirović, I. Stanimirović. Mechanical Properties of MEMS Materials, Micro Electronic and Mechanical Systems. InTech (2009).
- [2] E.W. Wong, P.E. Sheehan, C.M. Lieber. Science **277**, 1971 (1997).
- [3] П.А. Алексеев, М.С. Дунаевский, А.В. Стовпяга, М. Lepsa, А.Н. Титков. ФТП **46**, 659 (2012).
- [4] W. Ding, L. Calabri, X. Chen, K.M. Kohlhaas, R.S. Ruoff. Comp. Sci. Tech. **66**, 1112 (2006).
- [5] L. Calabri, N. Pugno, W. Ding, R.S. Ruoff. J. Phys.: Condens. Matter **18**, S2175 (2006).
- [6] C.-Y. Nam, P. Jaroenapibal, D. Tham, D.E. Luzzi, S. Evoy, J.E. Fischer. Nano Lett. **6**, 153 (2006).
- [7] C.Q. Chen, Y. Shi, Y.S. Zhang, J. Zhu, Y.J. Yan. Phys. Rev. Lett. **96**, 075 505 (2006).
- [8] S. Perisanu, V. Gouttenoire, P. Vincent, A.Ayari, M. Choueib, M. Bechelany, D. Cornu, S.T. Purcell. Phys. Rev. **77**, 165 434 (2008).
- [9] P. Vincent, S. Perisanu, A. Ayari, M. Choueib, V. Gouttenoire, M. Bechelany, A. Brioude, D. Cornu, S.T. Purcell. Phys. Rev. B **76**, 085 435 (2007).
- [10] D.A. Dikin, X. Chen, W. Ding, G. Wagner, R.S. Ruoff. J. Appl. Phys. **93**, 226 (2003).
- [11] А.Д. Буравлев, Г.Э. Цырлин, В.В. Романов, Н.Т. Баграев, Е.С. Брилинская, Н.А. Лебедева, С.В. Новиков, H. Lipsanen, В.Г. Дубровский. ФТП **46**, 188 (2012).
- [12] Л.Д. Ландау, Е.М. Лифшиц. Теория упругости. Наука, М. (1987).
- [13] M.E. Straumanis, C.D. Kim. Acta Cryst. **19**, 256 (1965).