

12

Применение структурированных атомными ступенями поверхностей 6H-SiC (0001) для калибровки наноперемещений в сканирующей зондовой микроскопии

© М.С. Дунаевский, И.В. Макаренко, В.Н. Петров,
А.А. Лебедев, С.П. Лебедев, А.Н. Титков

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург
E-mail: Alexander.Titkov@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 1 июля 2008 г.

Методами атомно-силовой и сканирующей туннельной микроскопии исследовались Si-поверхности 6H-SiC (0001), подвергнутые ступенчатому высокотемпературному отжигу в вакууме. Найдена процедура отжига, приводящая к структурированию поверхности регулярными атомно-гладкими ступенями высотой 0.75 или 1.5 nm. Предлагается использовать получаемые структурированные поверхности в качестве тестовых объектов для z -калибровки сканирующих зондовых микроскопов.

PACS: 68.55.J, 68.37.Ps

В сканирующей зондовой микроскопии [1] важной операцией является точная градуировка сканера, осуществляющего перемещение зондирующей иглы относительно изучаемой поверхности. При этом перемещения иглы могут происходить в диапазоне от долей нанометров до нескольких микрон. К сожалению, керамические сканеры, осуществляющие перемещения при приложении к ним электрического напряжения, изменяют свои размеры с увеличением поля не линейно. Поэтому требуются отдельные градуировки на каждый диапазон измерений и соответственно отдельные тестовые структуры. В настоящее время можно говорить о необходимости создания дополнительных тестовых структур для определения точности перемещений сканера в важном диапазоне единиц нанометров. В этом диапазоне известна, фактически, одна тестовая структура — структурированная атомными

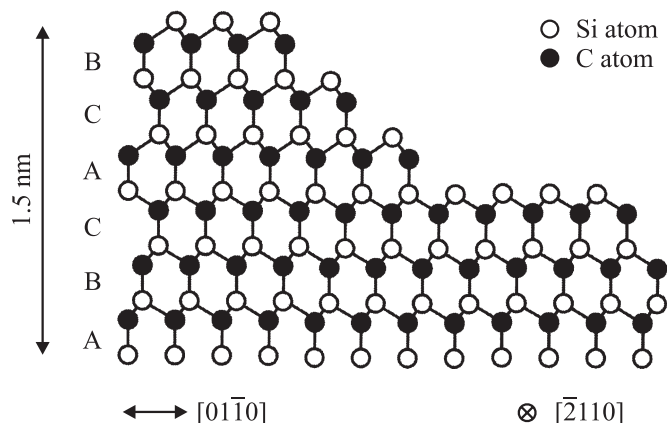


Рис. 1. Кристаллы политипа 6H-SiC состоят из периодически следующих друг за другом двойных слоев Si–C, уложенных в последовательности ABCACBABC... Высота шести слоев ABCACB задает размер элементарной ячейки в направлении $[0001]$ и составляет 1.5 nm.

ступенями поверхность кристаллов Si (111) с высотой отдельных ступеней 0.314 nm [2]. В целях калибровки более удобными представляются ступени высотой 1 nm или несколько более высокие. Тестовые структуры с такой высотой ступеней могли бы быть реализованы на базе слабо разориентированных поверхностей кристаллов 6H-SiC (0001), имеющих значение постоянной решетки в направлении $[0001]$, равное 1.5 nm (рис. 1). Ранее было показано, что при термическом травлении поверхностей 6H-SiC (0001) в атмосфере водорода [3] или паров HCl [4] на них могут получаться эшелоны ступеней высотой в одну постоянную решетки. Насколько известно авторам, применение таких поверхностей для калибровки наноперемещений ранее не обсуждалось.

В настоящей работе рассмотрены возможности таких применений, а также использования краев ступеней для оценки остроты окончаний зондирующих игл. Объектами исследования являлись Si-поверхности подложек 6H-SiC (0001), которые многоступенчато отжигались с увеличением температуры отжига до 1300°C. При этом одновременно происходит сублимация верхнего слоя атомов Si и на поверхность выходит слой атомов C. Такие поверхности весьма практичны, так как менее загрязняются из атмосферы и демонстрируют большую сопро-

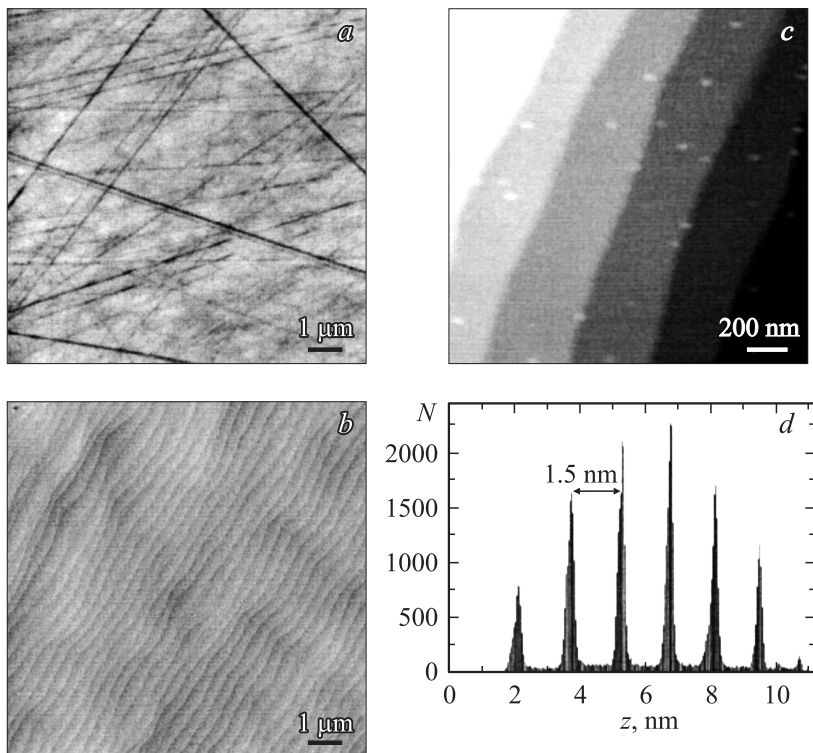


Рис. 2. АСМ-топографические изображения Si-поверхности подложки 6H-SiC (0001) до (a) и после (b и c) всех стадий высокотемпературного отжига. На (d) приведена гистограмма распределения высот на АСМ-топографии на (c).

тивляемость окислению. В результате, они могут быть использованы для калибровки как атомно-силовых микроскопов (АСМ), где регистрируются силы взаимодействия зондирующей иглы с поверхностью, так и сканирующих туннельных микроскопов (СТМ), где регистрируется туннельный ток между иглой и поверхностью и требуется наличие проводимости поверхности.

Исследовавшиеся структурированные поверхности были получены трехстадийным отжигом полированных подложек 6H-SiC (0001) в вакууме 10^{-5} mm Hg при температурах 900, 1200 и 1300°C. АСМ-

топографии Si-поверхности образца $6H\text{-SiC}$ (0001) до отжига и после завершения всех его стадий показаны на рис. 2. При 900°C происходит удаление поверхностного окисла. На второй стадии отжига при 1200°C происходит „расплывание“ царапин, возникших на поверхности в результате предварительной полировки, и начинается формирование поверхностных ступеней в промежутках между царапинами. Время отжига при температуре 1200°C было подобрано 5 min. Отжиг на третьей стадии при 1300°C приводит к полному исчезновению царапин и появлению на поверхности подложки регулярных атомно-гладких ступеней, высота которых изменяется в зависимости от времени отжига. При прогреве подложки в течение 5 min высота формирующихся ступеней составляла 0.75 nm, что отвечает чередованию слоев ABC и ACB в элементарной ячейке кристалла $6H\text{-SiC}$, показанному на рис. 1. При увеличении времени прогрева до 10 min происходило попарное объединение ступеней с формированием более высоких ступеней 1.5 nm (рис. 2, *b, c*). Таким образом, высокотемпературный отжиг может приводить к образованию на исходно-грубой и окисленной Si-поверхности подложки $6H\text{-SiC}$ (0001) регулярной ступенчатой структуры с высотой ступенек в одну постоянную решетки кристалла $6H\text{-SiC}$ в направлении [0001]. При этом для получения поверхности, однородно структурированной ступенями определенной высоты, существенно соблюдение температурного режима ее отжига. Полученное постоянство высот ступенек по поверхности особенно хорошо видно из приведенной на рис. 2, *d* гистограммы распределений высот на поверхности. На гистограмме видны шесть пиков, отвечающие шести ступеням на рис. 2, *c*. Расстояния между пиками соответствуют средней высоте ступеней относительно соседней. Высоты всех отдельных ступеней с хорошей точностью составляют 1.5 ± 0.1 nm. Среднее значение ширин получаемых ступеней равняется примерно 300 nm. Возникновение наблюдаемой структуры поверхности можно объяснить наличием начальной слабой разориентации поверхности от направления [0001], т.е. ее вицинальным характером. Происходящая при высокотемпературном отжига огранка поверхности ступенями обусловлена уменьшением поверхностной энергии при развитии ступенчатой структуры [5,6]. Измеренные высоты и ширины ступеней позволяют оценить угол начальной разориентации поверхности на уровне 0.2° , что соответствует допустимой точности поддержания ориентации при нарезании подложек. По условиям реза разориентация поверхности подложки может иметь место в направлениях $[2\bar{1}10]$ или $[01\bar{1}0]$.

Получаемое структурирование поверхности представляется весьма удобным для применения этих поверхностей в качестве тестовых структур для калибровки вертикальных наноперемещений зондирующих игл. Действительно, расположение пиков на гистограмме на рис. 2, *d* с периодом 1.5 nm и их резкость показывают возможность с высокой точностью контролировать перемещение иглы в важном диапазоне в несколько нанометров. Уширение пиков на гистограмме вызвано шероховатостью наблюдаемых ступеней и не превышает 10–15% от высот ступеней. Удобным для проведения тестирования является и ширина ступенек, обеспечивающая достаточно плотное их расположение и одновременно достаточно большая для определения уровня отсчета высот.

Дополнительный интерес вызывает возможность использования краев ступенек для характеристики остроты непосредственно окончаний зондирующих игл. При сканировании вертикальной ступеньки высотой h иглой со сферическим окончанием с радиусом R должно происходить латеральное уширение изображений края ступеньки на величину $L = \sqrt{2Rh}$. Для зонда радиусом $R = 10$ nm и ступеньки высотой $h = 1.5$ nm уширение должно составлять величину около $L = 5$ –6 nm. Решая обратную задачу, можно находить радиус закругления окончания иглы путем точного определения величин h и L из АСМ- и СТМ-топографических изображений. Наши АСМ-измерения на ступенях высотой 1.5 nm при использовании коммерческих игл NSG11 с заявляемыми значениями $R = 10$ nm [2] давали размытие краев ступеней от 15 до 80 nm. Одной из причин расхождения с приведенной выше оценкой, очевидно, является то, что ступени не являются абсолютно резкими. В работах [3,7] методами просвечивающей электронной микроскопии исследовалась форма краев ступеней высотой в 1.5 nm и было показано, что их край размывается на 6–8 nm. Размытие края определяется последовательным смещением относительно друг друга образующих ступеньку шести двойных слоев Si–C. Еще одной причиной уширения края ступеньки может являться его шероховатость вдоль длины ступеньки. На рис. 3 показано изображение ступеньки, полученное нами в сверхвысоком вакууме (СВВ) СТМ-методом. При получении СТМ-изображения образец дополнительно не прогревался. Видно наличие наношероховатости поверхности на уровне 0.1 nm и несколько большей для края ступени. Белой линией показан профиль края ступени, усредненный по участку ступени длиной 4 nm. Характерное уширение ступени составило 8 nm при том, что ступень имела

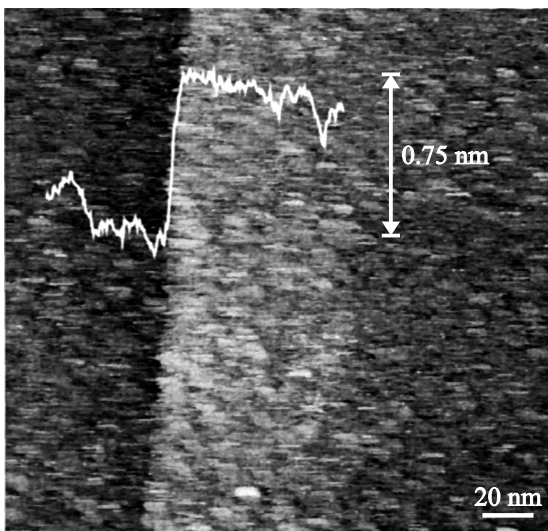


Рис. 3. СВВ-СТМ-изображение Si-поверхности подложки 6H-SiC (0001) после высокотемпературного отжига при 1300°C в течение 5 min. На изображении наблюдается ступенька высотой 0.75 nm и приведен ее усредненный профиль.

высоту только 0.75 nm. СТМ-измерения характеризуются, как правило, существенно более высоким латеральным разрешением по сравнению с АСМ-измерениями. Поэтому мы считаем, что наблюдаемое уширение в 8 nm в большей степени характеризуется именно шероховатостью края ступеньки.

Возвращаясь к ступенькам высотой 1.5 nm, можно полагать, что наблюдаемые в АСМ-измерениях уширения на уровне 15–20 nm разумно объясняются сочетанием двух факторов: собственного уширения ступенек и конечности радиуса зондирующей иглы при его значении на уровне 10 nm. Большие регистрируемые уширения уже должны рассматриваться как указание на ухудшение остроты игл.

В заключение отметим, что слабо разориентированные Si-поверхности подложки 6H-SiC (0001), прошедшие высокотемпературный отжиг и структурированные ступенями высотой 1.5 nm, представляются весьма перспективными для использования в качестве тестовых структур для калибровки перемещений на единицы нанометров в скани-

рующей зондовой микроскопии. Эти подложки могут использоваться также и для контроля появления износа и его степени у наиболее часто используемых игл с остротой окончания на уровне $R = 10 \text{ nm}$ и всех менее острых игл, например с металлическими и иными покрытиями.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 07-02-00636а и проекта 3-38 программы „Квантовые наноструктуры“ президиума РАН.

Список литературы

- [1] *Миронов В.Л.* // Основы сканирующей зондовой микроскопии. Н. Новгород: Изд-во Института физики микроструктур РАН, 2004.
- [2] <http://www.ntmdt.com>. Сайт компании НТ-МДТ, производящей АСМ/СТМ приборы.
- [3] *Nakajima A., Yokoya H., Furukawa Y., Yonezu H.* // J. of Appl. Phys. 2005. V. 97. P. 104919.
- [4] *Shun-ichi Nakamura, Kimoto T., Matsunami H., Tanaka S., Teraguchi N., Suzuki A.* // Appl. Phys. Lett. 2000. V. 76 (23). P. 3412.
- [5] *Heine V., Cheng C., Needs R.J.* // J. Am. Ceram. Soc. 1991. V. 74 (3). P. 2630.
- [6] *Chien F.R., Nutt S.R., Yoo W.S.* // J. Mater. Res. 1994. V. 8 (2). P. 940.
- [7] *Nakagawa H., Tanaka S., Suemune I.* // Phys. Rev. Lett. 2003. V. 91 (22). P. 226107.