

高分辨场发射俄歇电子探针研究纳米锗硅量子点结构的表面组分分布

薛菲, 刘俊亮

(宝山钢铁股份有限公司研究院, 上海 201900)

[摘要] 纳米结构单体组分分布的研究对基础研究及应用探索具有非常重要的意义。应用高分辨场发射俄歇电子能谱和扫描电子束对在 550℃ 和 640℃ 生长温度下分别沉积在硅单晶衬底上的纳米锗硅量子点结构的形貌和表面组分分布进行观察, 结果表明: 表层分布元素不是纯锗、硅或均匀单一的锗硅合金, 而是不均匀分布的锗硅混合物。纳米结构内, 元素呈不均匀分布, 锗元素富集在中心部位。640℃ 生长温度下的相同形貌的纳米点结构显示不同的元素分布性质。组分分布的巨大差异是由不同温度下硅向锗中不均匀偏析所致。

[关键词] 俄歇元素面分布扫描; 纳米结构; 量子点; 元素分布

[中图分类号] O582; TB383

[文献标识码] A

[文章编号] 1001-3660(2008)05-0024-02

Study on the Surface Composition Distribution of GeSi Nanostructures by High Resolution FE-AES and SEM

XUE Fei, LIU Jun-liang

(Baosteel Institute of Baoshan Iron & Steel Co., Ltd., Shanghai 201900, China)

[Abstract] High-resolution schottky field emission Auger electron spectroscopy (FE-AES) and scanning electron microscopy (SEM) were used to investigate the surface topography and distribution of the lateral composition of Ge QDs grown by molecular beam epitaxy on Si(001) substrate. Two types of samples grown at 550℃ and 640℃ were investigated respectively. Results demonstrate that the dot lateral composition is neither pure Ge nor Si nor homogeneous $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$, but the mixture of Si and Ge. The composition distribution is asymmetric in one dome-shaped dot, showed lower Ge concentration in the periphery part and higher Ge concentration in the center part. Domes grown at 640℃ show different composition distribution features even in same shaped domes. This noticeable difference can be attributed to the different degrees of Si alloying into the Ge QDs at different growth temperatures.

[Key words] Auger mapping; Nanostructures; QDs; Composition distribution

0 引言

自组装量子点作为一种近来发现的很有价值的纳米结构, 尺寸一般为 10~200nm, 在低维光电器件中的应用越来越广泛。用锗硅材料制作的纳米结构由于与现有的半导体工艺相兼容, 以及在光电磁等方面潜在的应用, 因而近几年来一直是研究的焦点。对纳米结构单体组分分布全面的研究对基础研究及其应用探索都是非常重要的。透射电子显微镜、X 射线衍射等多种技术被广泛应用于纳米结构的相关研究^[1-4], 但焦点主要集中在纳米结构群体的各项平均性质。

高分辨场发射俄歇电子能谱是目前最重要和最常用的表面分析和界面分析方法之一, 能探测材料表面 0.5~2nm 区域的元素成分信息和元素的化学环境信息, 与常规电子显微手段^[5-6]相比, 商业化俄歇探针具有优秀的空间分辨率(8nm 左

右)和很高的表面检测灵敏度(1~10nm), 并能对样品表面微特征结构进行点、线和选区面积的显微电子能谱分析, 是材料表面界面分析中非常有力的手段。到目前为止, 未见利用高分辨场发射俄歇电子能谱和扫描电子束对不同生长温度下的单个锗硅纳米点结构进行元素面分布观察的报道。

1 试验方法

试验所用样品由超高真空固相分子束外延(Riber Eva-32)蒸发沉积在 P 型 Si(001) 基体上。沉积前, 使用 Shiraki 方法^[7]清洗处理基体, 用化学方法去除表面各种轻重杂质离子, 同时对衬底进行化学抛光, 然后送入生长室加热至 1 000℃ 保持 10min, 以去除表面的硅氧化层。基体温度降至 650℃ 后生长 50nm 厚的硅缓冲层, 然后样品 A 在 550℃ 温度下沉积 1.7nm 厚的锗层, 生长完毕后立即降至室温; 样品 B 在 640℃ 温度下沉积 0.85nm 厚的锗层, 再在 640℃ 温度下保持 5min, 降至室温。

纳米点结构形貌及元素分布信息由 Ulvac-PHI 公司生产的商业型筒镜型场发射俄歇电子能谱仪及其自带的扫描电子系统测得。俄歇面扫描及观察过程中使用电子中和枪消除样品表面

[收稿日期] 2008-06-25

[作者简介] 薛菲(1980-), 女, 汉族, 江苏南通人, 硕士, 主要从事冶金表面显微分析。

荷电效应。分析前,低能氦离子溅射 10s 去除样品表面的碳污染层。进行俄歇分析、中和、溅射时的真空度分别优于 4×10^{-7} Pa, 4×10^{-7} Pa 和 4×10^{-6} Pa。分析条件为:电子束加速电压 10kV,电流 10nA,电子束直径 10nm。

2 结果及讨论

图 1a、图 1b 是样品 B 的 AFM 形貌图和 SEM 像,图 2 和图 3 分别是样品 A 和样品 B 的锗硅元素面分布图及单个点结构对应的元素分布剖面图。

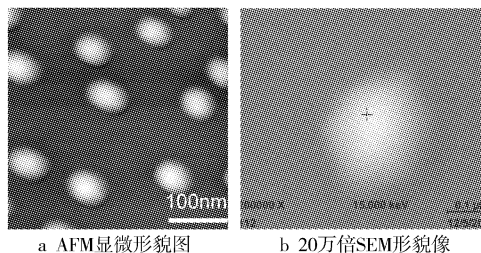


图 1 样品 B 形貌图

Figure 1 Topographic images of sample B

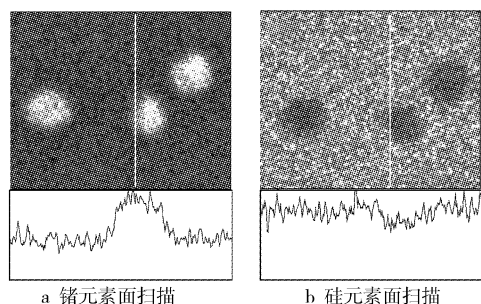


图 2 样品 A 俄歇元素面扫描及剖面图

Figure 2 Auger mapping and profiling of sample A

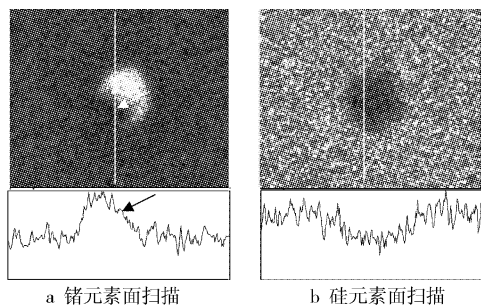


图 3 样品 B 俄歇元素面扫描及剖面图

Figure 3 Auger mapping and profiling of sample B

从 SEM 二维形貌像可以看出,量子点结构均呈椭圆形(在三维形貌图中称之为穹形点结构),与 AFM 图中形貌较为吻合(见图 1a)。较低温度(550℃)下生长的样品 A 的点结构平均尺寸为 100nm,较高温度(640℃)下生长且保温 5min 的样品 B 表面为均匀性较差的点结构,尺寸为 100 ~ 300nm,从高倍 SEM 图(图 1b)中可以观察到点结构边缘有小面形成,这表明在 5min 的保温过程中,单个点结构局部发生了物质的输运过程。

俄歇面扫描结果及单个点结构元素分布曲线结果显示,纳米点结构的表面组分既不是纯硅或纯锗,也不是单一均匀的 $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$,而是锗与硅的不均匀混合物。在图 2 中,穹状点结构

的表面组分分布呈各向异性,锗含量在点的某些边缘部分偏低,在点的中心部位偏高。图 3 中俄歇电子能谱面扫描剖面结果显示,在 640℃ 较高温度下生长的锗纳米结构在同样的形貌下呈现迥异含量分布的性质,该结果与我们之前选择性腐蚀和导电原子力显微镜的试验结果一致^[8]。

同样形貌的纳米点结构在表面成分含量分布上存在巨大差异是因为在不同的生长温度下,硅原子与锗量子点结构的互混合合金化程度不一样所导致的。550℃ 温度下生长的点结构在锗层沉积后立刻冷却到室温,所以只有很少量的硅互混到锗点结构中。640℃ 温度下生长的点结构在锗层沉积后,在生长温度保温了 5min 再冷却到室温,在此热处理条件下,有相当量的硅扩散至锗点结构中并与点结构中的锗互混,并且其互混程度在整个点结构中并不均匀。

3 结 论

1) 本研究运用高分辨俄歇电子能谱及自带扫描电子束显微系统对纳米锗量子点结构表面形貌及元素分布进行观察,随着沉积温度的上升,点结构的尺寸和元素分布发生了显著的变化。

2) 高分辨俄歇电子能谱是定性分析纳米点结构元素分布的有效分析工具,观察结果显示:纳米点结构的表面组分既不是纯硅或纯锗,也不是单一均匀的 $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$,而是锗与硅的不均匀混合物。穹状点结构的表面组分分布各向异性,锗含量在点的某些边缘部分偏低,在点的中心部位偏高,较高温度下生长的锗纳米结构在同样的形貌下呈现迥异含量分布的性质,这是硅原子与锗量子点结构的互混合合金化程度不一样所导致的。

[参 考 文 献]

- [1] Denker U, Stoffel M, Schmidt O G. Probing the lateral composition profile of self-assembled islands[J]. Physics Review Letter, 2003, 90: 196102
- [2] Malachias A, Kycia S, Medeiros-Ribeiro G, et al. 3D composition of epitaxial nanocrystals by anomalous X-ray diffraction: observation of a Si-rich core in Ge domes on Si(100) [J]. Physics Review Letter, 2003, 91: 176101
- [3] Capellini G, Seta M D, Evangelisti F. SiGe Intermixing in GeSi islands [J]. Applied Physics Letter, 2001, 78: 303-305
- [4] Liao X Z, Zou J. Alloying elemental enrichment and interdiffusion during the growth of GeSi Si(001) quantum dots [J]. Physics Review B, 2002, 65: 153306
- [5] 王赫莹, 李德高. 镁及镁合金表面电镀镍工艺的研究[J]. 表面技术, 2004, 33(5): 48-54
- [6] 张建新, 杨迎新. 6063 铝型材表面斑点腐蚀的成因分析[J]. 电镀与涂饰, 2002, 21(6): 38-40
- [7] Akitoshi Ishizaka, Yasuhiro Shiraki. Low temperature surface cleaning of silicon and its application to silicon MBE [J]. Journal of the Electrochemical Society, 1986, 133: 666-671
- [8] Xue F, Qin J, Cui J et al. Studying the lateral composition in Ge quantum dots on Si(001) by conductive atomic force microscopy [J]. Surface Science, 2005, 592: 65-71