

**Е. Е. Родякина**<sup>1,2</sup>, **С. В. Ситников**<sup>1</sup>, **А. В. Латышев**<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> *Институт физики полупроводников им. А. В. Ржанова СО РАН  
пр. Акад. Лаврентьева, 13, Новосибирск, 630090, Россия*

<sup>2</sup> *Новосибирский государственный университет  
ул. Пирогова, 2, Новосибирск, 630090, Россия*

*rodyakina@isp.nsc.ru*

## **ЭФФЕКТ ЭЛЕКТРОМИГРАЦИИ НА ПОВЕРХНОСТИ КРЕМНИЯ (001) В УСЛОВИЯХ ГОМОЭПИТАКСИИ \***

Методами *in situ* сверхвысоковакуумной отражательной электронной микроскопии и *ex situ* атомно-силовой микроскопии исследованы начальные стадии объединения атомных ступеней в эшелоны в условиях электромиграции на поверхности кремния (001) при гомоэпитаксиальном росте и сублимации при температуре 1100 °С. Получены степенные временные зависимости среднего расстояния между эшелонами атомных ступеней и ширины террас между эшелонами. Установлено, что показатели степени при росте и сублимации различны и меньше величины 0,5, ранее экспериментально измеренной при длительном времени эшелонирования. Обнаружено, что при увеличении потока атомов на поверхность рост амплитуды флуктуации ступеней препятствуют объединению ступеней на начальных стадиях эшелонирования.

*Ключевые слова:* поверхность кремния, электромиграция, эпитаксиальный рост, атомные ступени.

### **Введение**

Трансформации морфологии поверхности кремния (Si) при внешних воздействиях вызывает интерес как с фундаментальной, так и практической точки зрения [1]. Особое внимание в литературе уделяется влиянию электрического тока, нагревающего кристалл, на распределение атомных ступеней на поверхности. При протекании через образец кремния электрического тока наблюдается дрейф адатомов, вызванный электрическим полем, что при направлении тока перпендикулярно ступеням приводит к самоорганизации изначально эквидистантно расположенных атомных ступеней в скопления (эшелоны), разделенные широкими террасами [2; 3]. Некоторые теоретические

исследования и результаты численного моделирования движения ступеней показывают, что на начальных стадиях эшелонирования временная зависимость увеличения числа ступеней в эшелонах не соответствует полученной в эксперименте для длительного интервала времени [2]. Экспериментальные исследования также показывают, что внешний поток атомов кремния влияет на эшелонирование атомных ступеней на поверхности кремния (111) в условиях электромиграции [4; 5]. Для поверхности Si(001) подобные экспериментальные исследования отсутствуют, а результаты численного моделирования движения ступеней из-за дрейфа адатомов при электромиграции во внешнем потоке атомов на поверхность приведены для сильно разориентированной поверх-

---

\* Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 16-32-60199 «мол\_а\_дк»).

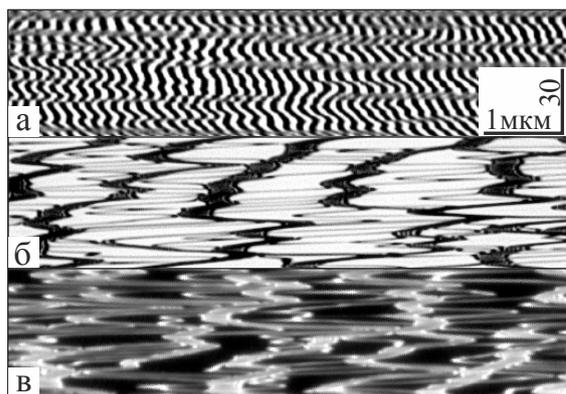


Рис. 1. ОЭМ-изображения участка поверхности Si(001) при  $T = 1100$  °C при различных направлениях электрического тока: *а* – переменный; *б* – в сторону вышележащих террас; *в* – в сторону нижележащих террас

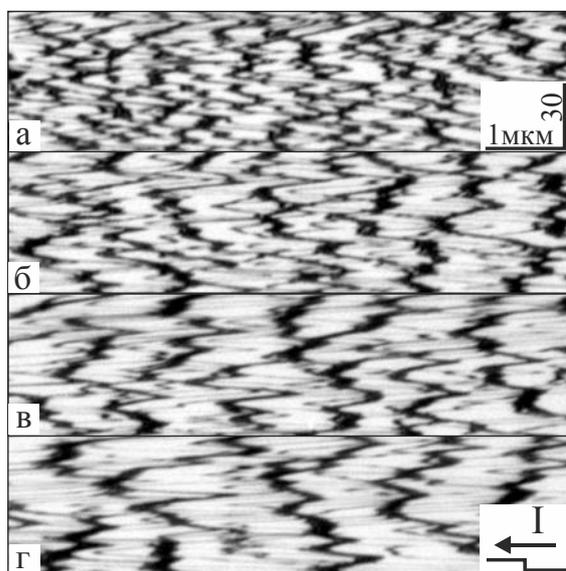


Рис. 2. ОЭМ-изображения одного и того же участка поверхности Si(001) при  $T = 1100$  °C при сублимации в разные моменты времени после включения постоянного электрического тока: *а* – 1,5 мин; *б* – 5 мин; *в* – 10 мин; *г* – 20 мин

ности, когда наблюдается изгиб ступеней в фазе, приводящий к формированию участков эшелонов параллельных направлению электрического тока [6]. Следует отметить, что поверхность Si(001) после отжига при высоких температурах представляет собой террасы, поочередно покрытые сверхструктурными реконструкциями  $1 \times 2$  или  $2 \times 1$ , и вследствие анизотропии диффузии на соседних террасах эшелонирование на Si(001) наблюдается при обоих направлениях элек-

трического тока в отличие от поверхности Si(111) [2; 3]. На начальном этапе образуются пары ступеней, и поверхность становится покрыта преимущественно одним из типов сверхструктур в зависимости от направления электрического тока, далее ступени в паре двигаются с одинаковой скоростью, и при сближении пар ступеней формируются эшелоны. В данной работе экспериментально исследовалось влияние внешнего потока атомов кремния на начальные стадии эшелонирования ступеней в условиях электромиграции на поверхности Si(001).

### Эксперимент

Образцы размером  $8 \times 1,1 \times 0,3$  мм<sup>3</sup> вырезались из кремниевой шайбы разориентированной от направления (001) менее чем  $0,1^\circ$ , что соответствует расстоянию порядка 90 нм между эквидистантными ступенями. После стандартной химической очистки образцы закреплялись в танталовом держателе и помещались в сверхвысоковакуумную камеру отражательного электронного микроскопа [7]. С целью очищения поверхности от естественного оксида для всех исследуемых образцов проводился термический отжиг при температуре выше  $1250$  °C посредством резистивного нагрева пропусканием переменного электрического тока с последующим отжигом при температуре  $1100$  °C. Отсутствие центров торможения атомных ступеней при их смещении в процессе сублимации свидетельствовало о высокой степени очистки поверхности от загрязнений. Использование отражательного электронного микроскопа позволило проводить *in situ* диагностику морфологических перестроек на поверхности образца при нагреве кристалла вплоть до температур  $1200$  °C. Внешний поток атомов обеспечивался испарением атомов за счет сублимации с поверхности образца кремния шириной 2 мм, расположенного на расстоянии порядка 2,5 см от исследуемого образца, путем нагрева пропусканием электрического тока. Это позволило реализовать скорость роста на поверхности исследуемого образца до одного монослоя в секунду (МС/с), при температуре  $1100$  °C. Процесс смещения ступеней записывался с помощью CCD камеры (TVIPS FastSan-F114) с частотой 5 кадров в секунду. Изображения формировались в сверхструктурном рефлексе  $1 \times 2$ , в результа-

те темные участки на ОЭМ-снимках соответствуют сверхструктуре  $2 \times 1$ , светлые –  $1 \times 2$  (рис. 1). Граница между светлым и темным контрастом является моноатомной ступенью. Суммарный поток  $R_{\Sigma}$ , равный разнице между потоком атомов, падающим на поверхность с источника, и потоком атомов, улетающих с поверхности за счет сублимации, оценивался по скорости перемещения пар ступеней между эшелонами. Таким образом, при сублимации  $R_{\Sigma} < 0$ , и ступени двигаются в сторону вышележащего эшелона; при росте  $R_{\Sigma} > 0$ , и ступени двигаются в сторону нижележащего эшелона. Последующий анализ профиля поверхности образцов проводился *ex situ* с помощью атомно-силового микроскопа (MultiMode8, Bruker, США) при атмосферных условиях, методика исследования поверхности Si(001) описана в работе [8].

### Результаты

Вициальная поверхность Si(001) после отжига пропусканием переменного тока при высоких температурах представляет собой разделенные ступенями высотой 0,136 нм террасы, поочередно покрытые сверхструктурными реконструкциями  $1 \times 2$  или  $2 \times 1$  (см. рис. 1, а). Из-за особенностей формирования электронно-микроскопического контраста в методе ОЭМ [7], изображение сжато в несколько десятков раз вдоль направления падения пучка электронов. После отжига путем пропускания постоянного электрического тока образуются эшелон ступеней (широкие линии темного контраста), между которыми образуются широкие террасы, разделенные узкими террасами, ограниченными парой ступеней (тонкие линии на ОЭМ изображениях на рис. 1, б, в). Если ток направлен вверх по ступеням, поверхность покрыта преимущественно сверхструктурой  $1 \times 2$  (см. рис. 1, б) и  $2 \times 1$ , если ток направлен вниз (см. рис. 2, в).

Эволюция распределения эшелон ступеней при сублимации и увеличение среднего расстояния между эшелонами ступеней со временем продемонстрированы на рис. 2, где показаны последовательные ОЭМ-снимки одного и того же участка поверхности, полученные при температуре  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$  в разные моменты времени. Схематическое представление профиля ступеней относительно изображения и направление

электрического тока указаны на рис. 2, з. Отличить отдельные пары ступеней от эшелонов позволяет сравнение нескольких последовательных кадров, на которых видна смена положения только пар ступеней из-за более высокой скорости движения пары по сравнению со скоростью эшелона. Число отдельных пар ступеней между эшелонами мало, и образование эшелонов на начальных этапах происходит как за счет движения пар ступеней, так и за счет объединения меньших эшелонов в более крупные.

Из-за характерного сжатия ОЭМ-изображения определение формы эшелонов и пар ступеней затруднено, поэтому после 20 минут отжига образцы быстро охлаждались ( $800\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{c}$ ) до комнатной температуры и исследовались методом контактной атомно-силовой микроскопии (АСМ) в атмосферных условиях. Характерные АСМ-изображения участков поверхности кремния, полученные в результате отжига при направлении тока вверх по ступеням (рис. 3, а, б) и вниз по ступеням (рис. 3, в, г), показывают влияние роста (суммарный поток атомов на поверхность порядка  $0,035 \pm 0,002\text{ MC}/\text{c}$ ) на распределение ступеней. Толстые темные линии соответствуют эшелонам ступеней, попарно сближенные тонкие серые линии – моноатомным ступеням высотой 0,136 нм.

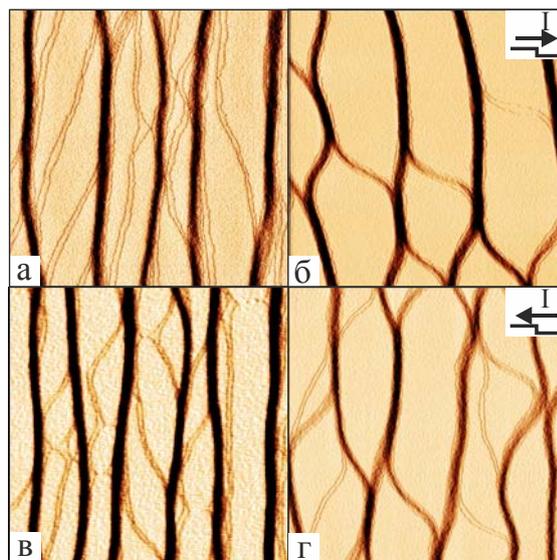


Рис. 3. АСМ-изображения (фазовый контраст) участков поверхности Si(001) размером  $10 \times 10\text{ мкм}^2$ , полученные после 20 минут отжига при температуре  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$  в условиях сублимации (а, в) и роста (б, г)

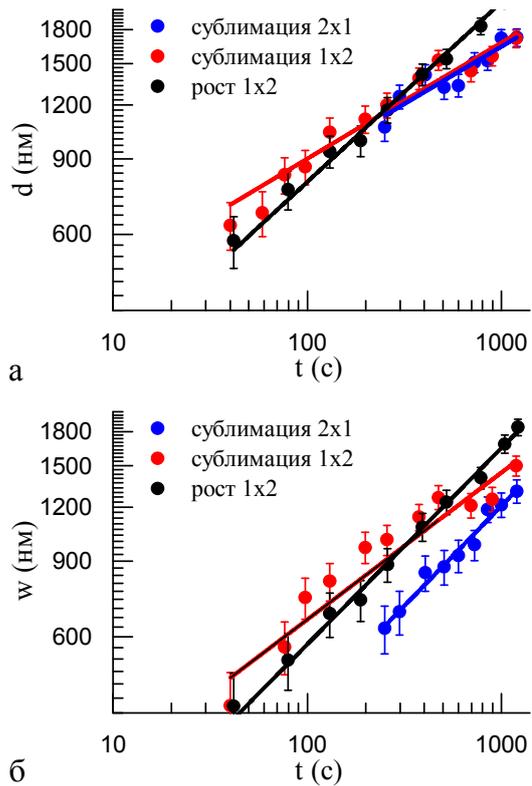


Рис. 4. Графики зависимости увеличения среднего расстояния между эшелонами ступеней от времени отжига при  $T = 1100$  °С и направлении постоянного электрического тока вверх по ступеням для различных суммарных потоков атомов кремния  $R_{\Sigma}$  на поверхность Si(001)

При *in situ* исследованиях было определено, что при направлении тока вверх по ступеням поверхность преимущественно покрыта сверхструктурой  $1 \times 2$ , вниз по ступеням –  $2 \times 1$  как при росте, так и при сублимации. Следует отметить, что из-за естественного окисла, образующегося при извлечении образца на воздух, различия в сверхструктуре на АСМ-изображениях не видны. В условиях роста форма эшелонов становится изогнутой, а среднее расстояние между отдельными парами ступеней больше, чем при сублимации, при обоих направлениях электрического тока. Полученные результаты качественно соответствуют наблюдаемым эффектам на поверхности Si(111) при эпитаксиальном росте в условиях эшелонирования и теоретическим работам для этой поверхности [5; 9]. Стоит отметить, что при направлении электрического тока в сторону нижележащих террас формирование эшелонов начинается с временной задержкой относительно экспериментов при на-

правлении тока в сторону вышележащих террас.

Для количественной оценки изменений в распределении ступеней на начальных стадиях эшелонирования по ОЭМ-изображениям были измерены временные зависимости среднего расстояния между эшелонами ступеней  $d$  (рис. 4, а) и размер террасы между эшелонами  $w$  (рис. 4, б) для разных условий отжига. Величина  $d$ , разделенная на начальное расстояние между эквидистантными ступенями (порядка 180 нм), примерно равна среднему числу ступеней в эшелонах, так как число ступеней между эшелонами мало и средний угол разориентации поверхности постоянен. Измерение среднего расстояния при быстром (более 0,2 МС/с) росте и токе вверх по ступеням, а также при любой скорости роста и нагреве током вниз по ступеням в рамках проведенного эксперимента затруднено, так как из-за увеличения амплитуды флуктуаций отдельных участков ступеней происходит задержка начала формирования эшелонов по времени сразу на большом расстоянии друг от друга, и только несколько эшелонов помещается на ОЭМ-изображении.

Зависимости расстояния  $d$  и  $w$  от времени  $t$  имеют степенной вид  $d \sim t^a$  и  $w \sim t^b$ , где  $a = 0,41 \pm 0,03$  и  $b = 0,46 \pm 0,02$  при росте на поверхности с преобладанием сверхструктуры  $1 \times 2$  (ток вверх по ступеням),  $a = 0,27 \pm 0,04$  и  $b = 0,34 \pm 0,02$  при сублимации на поверхности с преобладанием сверхструктуры  $1 \times 2$ ,  $a = 0,27 \pm 0,03$  и  $b = 0,46 \pm 0,02$  при сублимации на поверхности с преобладанием сверхструктуры  $2 \times 1$  (ток вниз по ступеням). В пределах погрешности при отрицательной величине суммарного потока темпы эшелонирования совпадают, тогда как при положительном значении потока темп увеличивается. Стоит отметить, что полученные значения  $a$  и  $b$  меньше наблюдаемых экспериментально и теоретически при длительном времени эшелонирования [2; 9], но близко по величине 0,38, полученной методом численного моделирования [10]. Это факт можно объяснить тем, что при длительном эшелонировании увеличение числа ступеней в эшелонах происходит за счет перераспределения ступеней между эшелонами. На начальных этапах в *in situ* экспериментах помимо встраивания ступеней в эшелоны наблюдается движение и объединение небольших эшело-

нов. Кроме того, результаты численного моделирования эффекта изгиба ступеней в фазе при увеличении скорости сублимации показывают увеличение темпов эшелонирования [6]. В работе [11] продемонстрировано уменьшение показателя степени  $b$  при уменьшении величины электрического поля, инициирующего эшелонирование при сублимации в неравновесных условиях (при повышенных температурах) на Si(111), при этом для равновесных условий получена аналитическая зависимость с показателем  $b = 0,5$ . Можно предположить, что рост приводит систему эшелонов в более равновесное состояние, об этом также косвенно свидетельствует меньший разброс экспериментальных точек относительно аппроксимирующих прямых (черные линии на рис. 4). Также при численном моделировании показано, что число пар ступеней между эшелонами мало – в полном соответствии с нашим экспериментом [10].

Стоит отметить, что моделирование и теоретические расчеты для поверхности с ориентацией (001) затруднены из-за анизотропии диффузии на соседних террасах, и для условий одновременного роста и электромиграции данные в литературе отсутствуют. Увеличение показателя степени при росте в условиях нагрева постоянным электрическим током наблюдалось экспериментально впервые и соответствует результатам расчетов и низкотемпературных экспериментов при росте без электрического тока [6]. Отличие в показателях степени при различных направлениях электрического тока для величины  $w$  связано с тем, что для поверхности с преобладанием сверхструктуры  $2 \times 1$  направление быстрой диффузии и основного массопереноса перпендикулярно электрическому току, и ток слабо влияет на равновесие системы. При этом в эшелонах все террасы близки по ширине, и поэтому число ступеней в эшелонах не зависит от направления электрического тока – показатели степени одинаковы. Таким образом, в нашей работе показано, что рост существенным образом влияет на эшелонирование ступеней, и полученные данные могут быть использованы для развития теорий эффекта электромиграции на поверхности Si(001) в условиях эпитаксиального роста.

## Заключение

В данной работе показано влияние эпитаксиального роста на начальные стадии формирования эшелонов атомных ступеней на поверхности Si(001), обусловленного дрейфом адатомов при нагреве образца постоянным электрическим током. Получены степенные зависимости среднего расстояния между эшелонами атомных ступеней и террас между эшелонами от времени с показателем степени меньше 0,5. Меньшие темпы эшелонирования на начальных стадиях свидетельствуют о влиянии взаимодействия между ступенями, препятствующего образованию эшелонов. Показано, что рост приводит к увеличению показателя степени и стабилизации процесса эшелонирования. *In situ* исследования при температуре 1100 °C методом сверхвысоковакуумной отражательной электронной микроскопии показали, что при суммарном потоке более 0,5 МС/с расстояние между ступенями при движении в парах из-за флуктуации существенно возрастает. Это приводит к временной задержке образования эшелонов, и начальное минимальное расстояние между эшелонами увеличивается.

## Список литературы

1. Misbah C., Pierre-Louis O., Saito Y. Crystal surfaces in and out of equilibrium: A modern view // Rev. Mod. Phys. 2010. Vol. 82. No. 1. P. 981–1040.
2. Latyshev A. V., Litvin L. V., Aseev A. L. Peculiarities of step bunching on Si(001) surface induced by DC heating // Appl. Surf. Sci. 1998. Vol. 130–132, P. 139–145
3. Nielsen J.-F., Pettersen M. S., Pelz J. P. Anisotropy of mass transport on Si(001) surfaces heated with direct current // Surf. Sci. 2001. Vol. 480. P. 84–96.
4. Родякина Е. Е., Косолюбов С. С., Латышев А. В. Электромиграция адатомов кремния на поверхности кремния (111) // Вестн. Новосиб. гос. ун-та. Серия: Физика. 2011. Т. 6, вып. 2. С. 65–76.
5. Gibbons B. J., Nofsinger J., Pelz J. P. Influence of Si deposition on the electromigration induced step bunching instability on Si(111) // Surf. Sci. 2005. Vol. 575, P. L51–L56.

6. Sato M., Uwaha M., Saito Y. Evaporation and impingement effects on drift-induced step instabilities on a Si(001) vicinal face // Phys. Rev. B. 2005. Vol. 72, P. 045401.

7. Latyshev A. V., Krasilnikov A. B., Aseev A. L. In situ REM study of monoatomic step behaviour on the Si(111) surface during sublimation // Ultramicroscopy. 1993. Vol. 48. P. 377–380.

8. Rodyakina E. E., Kosolobov S. S., Sheglov D. V., Nasimov D. A., Se Ahn Song, Latyshev A. V. Atomic steps on sublimating Si(001) surface observed by atomic force microscopy // Phys. Low Dim. Str. 2004. Vol. 1/2, P. 9–18.

9. Krug J., Tonchev V., Stoyanov S., Pimpinelli A. Scaling properties of step bunches induced by sublimation and related mechanisms // Phys. Rev. B. 2005. Vol. 71. P. 045412.

10. Sato M., Uwaha M., Hirose Y. Effect of two-dimensionality on step bunching on a Si(001) vicinal face // J. Phys. Soc. Jpn. 2006. Vol. 74. No. 4. P. 043601.

11. Sato M., Uwaha M., Growth of step bunches formed by the drift of adatoms // J. Surf. Sci. 1999. Vol. 442. P. 318–328.

*Материал поступил в редколлегию 23.12.2017*

**E. E. Rodyakina, S. V. Sitnikov, A. V. Latyshev**

<sup>1</sup> *Institute of Semiconductor Physics SB RAS  
13 Academician Lavrentiev Ave., Novosibirsk, 630090, Russian Federation*

<sup>2</sup> *Novosibirsk State University  
2 Pirogov Str., Novosibirsk, 630090, Russian Federation*

*rodyakina@isp.nsc.ru*

## **ELECTROMIGRATION EFFECT ON SILICON (001) SURFACE UNDER HOMOEPITAXY CONDITIONS**

In situ ultrahigh vacuum reflection electron microscopy and ex situ atomic force microscopy were applied to investigate initial stages of drift induced step bunching instabilities on silicon (001) surface at 1100 °C with homoepitaxial growth and sublimation. The power low time dependences of mean distance, mean terrace width between atomic step bunches were obtained. It was found powers have been different under sublimation and growth conditions and were less than 0.5 that have been previously experimentally measured for long time dependence. Our observation showed that growth rate increasing have suppressed combining steps in the bunch due to increasing of step fluctuation amplitude at initial stage of bunching.

*Keywords:* silicon surface, electromigration, epitaxial growth, atomic steps.