

УДК 539.211.537.533

DOI 10.25205/2541-9447-2018-13-4-60-66

Перераспределение атомных ступеней на поверхности кремния (001) при сублимации в условиях нагрева постоянным электрическим током

Е. Е. Родякина^{1,2}, С. В. Ситников¹, Д. И. Рогило¹, А. В. Латышев^{1,2}

¹Институт физики полупроводников им. А. В. Ржанова СО РАН

²Новосибирский государственный университет
Новосибирск, Россия

Аннотация

Методами *in situ* сверхвысоковакуумной отражательной электронной микроскопии и *ex situ* атомно-силовой микроскопии исследовано объединение атомных ступеней в эшелоны (группы близкорасположенных ступеней) в условиях электромиграции, инициированной нагревом образца путем пропускания постоянного электрического тока, на поверхности кремния (001) при сублимации в интервале температур 950–1150 °С. Показано, что изменение среднего расстояния между эшелонами атомных ступеней во времени зависит степенным образом, с показателем степени порядка 0,3. Получены данные о температурной зависимости числа эшелонов ступеней на единицу длины, образующихся за одно и то же время отжига в процессе сублимации. Обнаружена слабая зависимость от температуры при токе вниз по ступеням. Соответствующая эффективная энергия активации процесса эшелонирования при электрическом токе вверх по ступеням составила порядка 0,24 эВ.

Ключевые слова

поверхность кремния (001), электромиграция, сублимация, атомные ступени

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 16-32-60199 «мол_а_дк») с использованием оборудования ЦКП «Наноструктуры» ИФП СО РАН

Для цитирования

Родякина Е. Е., Ситников С. В., Рогило Д. И., Латышев А. В. Перераспределение атомных ступеней на поверхности кремния (001) при сублимации в условиях нагрева постоянным электрическим током // Сибирский физический журнал. 2018. Т. 13, № 4. С. 60–66. DOI 10.25205/2541-9447-2018-13-4-60-66

Rearrangement of Atomic Steps on the Silicon (001) Surface at Sublimation under Heating by Direct Electric Current

Е. Е. Rodyakina^{1,2}, S. V. Sitnikov¹, D. I. Rogilo¹, A. V. Latyshev^{1,2}

¹Institute of Semiconductor Physics SB RAS

²Novosibirsk State University
Novosibirsk, Russian Federation

Abstract

The combining atomic steps into bunches (groups of closely spaced steps) under conditions of electromigration, induced by direct current sample heating, on silicon surface (001) during sublimation in the temperature range 950–1150 °C is studied using *in situ* reflection electron microscopy and *ex situ* atomic force microscopy. It is shown that changes in the average distance between the atomic steps bunches in time depend in a power-law manner, with an exponent of about 0.3. The data on the temperature dependence of the number of steps bunches per unit length, formed during the same time of annealing in the process of sublimation, has been obtained. It has been found that the temperature dependence is weak with step-down current. The corresponding effective activation energy of the bunching process is about 0.24 eV with step-up current.

Keywords

silicon surface, electromigration, sublimation, atomic steps

© Е. Е. Родякина, С. В. Ситников, Д. И. Рогило, А. В. Латышев, 2018

ISSN 2541-9447

Сибирский физический журнал. 2018. Том 13, № 4
Siberian Journal of Physics, 2018, vol. 13, no. 4

Acknowledgements

This work was supported by the Russian Foundation for Basic Research (grant 16-32-60199 “mol_a_dk”) using the equipment of СКР ISP SBRAS “Nanostructures”

For citation

Rodyakina E. E., Sitnikov S. V., Rogilo D. I., Latyshev A. V. Rearrangement of Atomic Steps on the Silicon (001) Surface at Sublimation under Heating by Direct Electric Current. *Siberian Journal of Physics*, 2018, vol. 13, no. 4, p. 60–66. (in Russ.) DOI 10.25205/2541-9447-2018-13-4-60-66

Введение

Широкое использование подложек кремния (Si) (001) в микроэлектронике обеспечивает и практическую, и фундаментальную актуальность исследования трансформации морфологии их поверхности при внешних воздействиях, в частности при нагреве образца постоянным электрическим током [1]. Известно, что при протекании через образец кремния электрического тока наблюдается электромиграция адсорбированных атомов, вызванная электрическим полем, что приводит к перераспределению изначально эквидистантно расположенных атомных ступеней в скопления (эшелоны), разделенные широкими террасами. Процесс эшелонирования на поверхности Si(001) исследовался как экспериментально [2–7], так и теоретически [8–12], однако данных по температурным и временным зависимостям характерных величин, таких как среднее расстояние между эшелонами и между ступенями в эшелонах, недостаточно для верификации результатов численного моделирования. Отметим, что теоретическое описание морфологических перестроек осложнено тем, что вицинальная грань Si(001) после отжига представляет собой разделенные ступенями высотой 0,136 нм террасы, поочередно покрытые сверхструктурными реконструкциями 1×2 или 2×1 , образованными попарно сближенными атомами поверхности (димерами) [13]. При этом коэффициенты диффузии вдоль и поперек димерных рядов могут отличаться в тысячи раз, свободная энергия и форма ступеней также зависят от типа сверхструктуры вышележащей террасы [14; 15]. В данной работе исследовались морфологические трансформации ступенчатой поверхности кремния при нагреве постоянным электрическим током в широком интервале температур.

Эксперимент

Образцы размером $8 \times 1,1 \times 0,4$ мм³ вырезались из кремниевой шайбы, разориентированной от направления (001) менее чем на $0,1^\circ$, что соответствует расстоянию более 90 нм между эквидистантными ступенями. После стандартной химической очистки образцы закреплялись в танталовом держателе и помещались в сверхвысоковакуумную камеру отражательного электронного микроскопа (СВВ ОЭМ) [16]. С целью очищения поверхности от естественного оксида проводился термический отжиг при температуре выше 1250°C посредством резистивного нагрева пропусканием переменного электрического тока с последующим отжигом при заданной температуре в интервале $950\text{--}1150^\circ\text{C}$ постоянным электрическим током в двух противоположных направлениях: в сторону вышележащих относительно ступени террас (“up”) или нижележащих террас (“down”). При этом угол между направлением тока и ступенями составлял $10\text{--}20^\circ$. Отсутствие центров торможения атомных ступеней при их смещении в процессе сублимации свидетельствовало о высокой степени очистки поверхности от загрязнений. Использование метода ОЭМ позволило проводить *in situ* диагностику морфологических перестроек на поверхности образца при нагреве кристалла вплоть до температуры порядка 1200°C , при которой происходит переход порядок-беспорядок, сверхструктурные рефлексы на дифракционной картине исчезают и ступени перестают визуализироваться [17]. ОЭМ-изображение формировалось в сверхструктурном рефлексе 2×1 , что позволяет однозначно определять тип сверхструктуры на террасах. Последующий анализ профиля поверхности образцов проводился *ex situ* с помощью атомно-

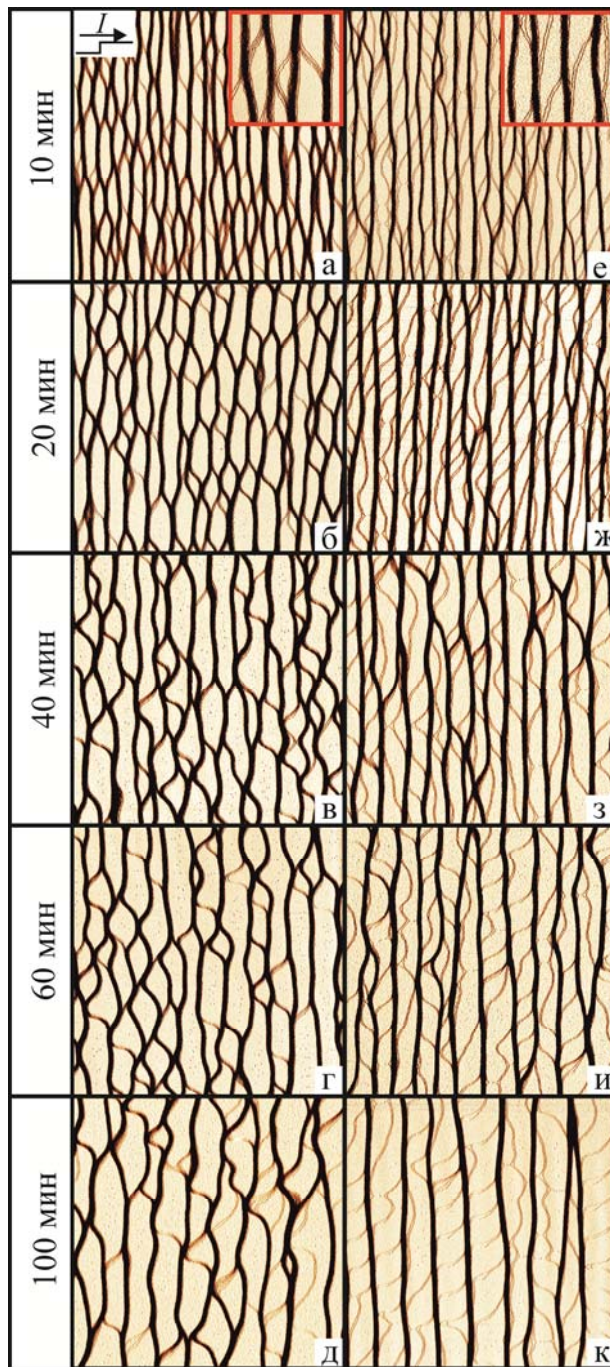


Рис. 1. АСМ-изображения (фазовый контраст) участков поверхности Si(001) размером $25 \times 25 \text{ мкм}^2$, полученные после отжига при температуре 1000 °C (а–д) и 1100 °C (е–к) при различном времени отжига при постоянном электрическом токе, протекавшем в направлении “up”

Fig. 1. AFM images (phase contrast) Si (001) surface areas $25 \times 25 \text{ μm}^2$ in size obtained after annealing at temperature of 1000 °C (a–d) and 1100 °C (e–k) at different annealing time and electric current flowing in “up” direction

силового микроскопа (АСМ) (MultiMode8, Bruker, США) при атмосферных условиях после быстрого охлаждения до комнатной температуры, АСМ-методика исследования поверхности Si(001) описана в работе [18].

Результаты и обсуждение

Процессу образования эшелонов на поверхности Si(001) предшествует образование пары ступеней, при этом тип преобладающей сверхструктуры зависит от направления постоянного электрического тока: 1×2 – при токе “down”, 2×1 – при токе “up” [2]. Затем пары ступеней формируют эшелоны, соответственно эшелонирование наблюдается при обоих направлениях электрического тока в отличие от поверхности кремния (111), на которой при высоких температурах сверхструктура отсутствует и диффузия адатомов при нулевом электрическом поле изотропна [19]. Со временем расстояние между эшелонами увеличивается как за счет слияния небольших эшелонов, так и за счет обмена парами ступеней между соседними эшелонами.

Фазовые АСМ-изображения участков поверхности, полученные для серии образцов, отожженных при разных временах и токе, направленном в сторону вышележащих террас, для двух температур показаны на рис. 1, где широкие вертикальные темные линии соответствуют эшелонам, а более светлые линии между эшелонами – парам ступеней. Отдельные ступени в парах четко визуализируются на вставках на рис. 1, а, е (размер участков на изображениях $5 \times 5 \text{ мкм}^2$). Видно, что расстояние между эшелонами увеличивается со временем. При этом на образцах, отожженных при 1000 °C , эшелоны извилистые, и число пар ступеней между эшелонами мало, тогда как при 1100 °C эшелоны более ровные, но увеличивается число пар ступеней между ними. Можно предположить, что при более низких температурах основным механизмом увеличения числа ступеней в эшелонах является их изгиб и объединение между собой, а при повышенных – обмен парами ступеней.

Как указывалось выше, эшелонирование наблюдается при обоих направлениях постоянного электрического тока, при этом, согласно литературным данным, форма и количественные характеристики различны вследствие разницы коэффициентов диффузии на террасах между эшелонами. Поэтому была проведена серия экспериментов по отжигу образцов в течение одного и того же времени в более широком температурном интервале и при двух противоположных направлениях нагревающего тока. Результаты представлены на АСМ-изображениях (рис. 2), демонстрирующих, что форма эшелонов изогнута и пары ступеней отсутствуют независимо от направления тока при температурах до 1050 °С. При более высоких температурах эшелоны выпрямляются и начинают обмениваться парами ступеней. При этом от направления тока зависит среднее расстояние между эшелонами во всем исследуемом температурном интервале.

Для количественного анализа наблюдаемых эффектов были построены соответствующие температурные и временные зависимости среднего количества эшелонов N на 100 мкм длины в направлении перпендикулярном линии изначально эквидистантных ступеней (рис. 3). Для расчета N по АСМ-изображениям (использовался фазовый контраст изображений участков размером 100×100 мкм²) была написана программа в среде Labview, измеряющая расстояние между центрами соседних эшелонов в каждой из 2000 строчек АСМ-снимка. Поскольку число ступеней между эшелонами мало по сравнению с числом ступеней в эшелонах N_s , то N обратно пропорциональна N_s , которое является критерием в экспериментальных и теоретических работах.

Зависимости числа эшелонов на единицу длины (рис. 3, а) от времени t имеют степенной вид $N \sim t^a$, где если ток “up”, то $a = -0,34 \pm 0,02$ при 1000 °С и $a = -0,31 \pm 0,03$ при 1100 °С, а если ток “down”, то $a = -0,27 \pm 0,02$ при 1100 °С. В пределах погрешности темпы эшелонирования совпадают. Полученные значения a меньше наблюдаемых экспериментально ранее $a = -0,5$ [2] и определенных в теоретических работах [8–10; 20; 21], но совпадают со значениями, полученными для начальных стадий эшелонирования

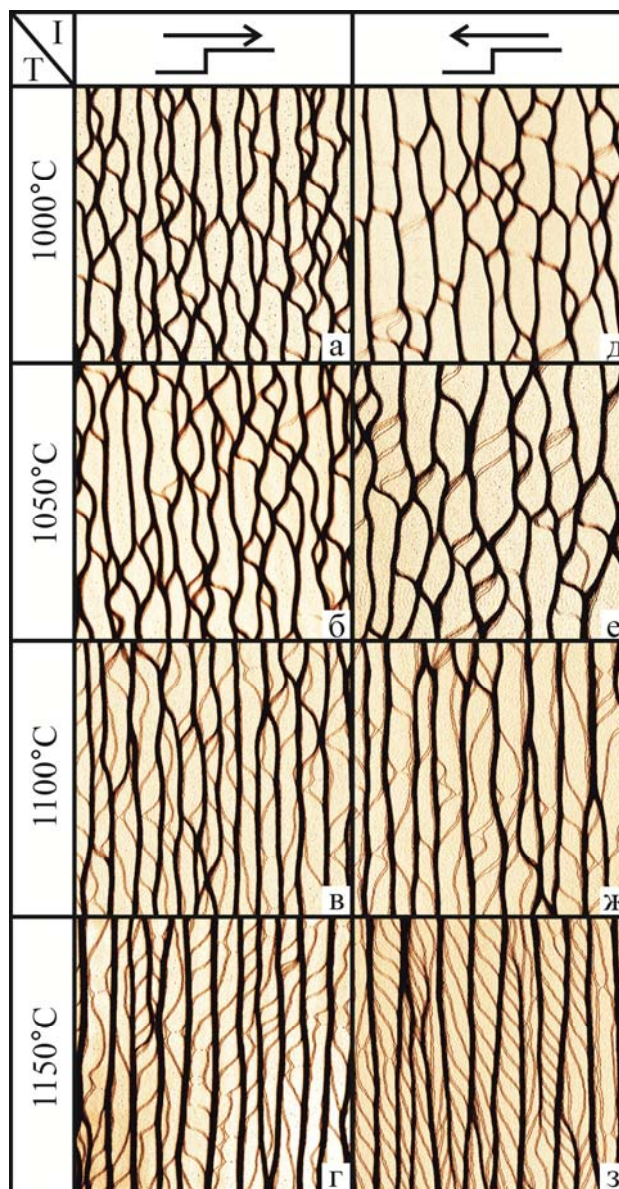


Рис. 2. АСМ-изображения (фазовый контраст) участков поверхности Si(001) размером 25×25 мкм², полученные после отжига при различных температурах после быстрого охлаждения образцов, отожженных в течение 40 минут при различных температурах и постоянном электрическом токе, протекавшем в направлении “up” (а–д) и “down” (е–з)

Fig. 2. AFM images (phase contrast) Si (001) surface areas $25 \times 25 \mu\text{m}^2$ in size, obtained after quenching of samples annealed during 40 minutes at various temperatures and constant electric current flowing in the direction “up” (a–d) and “down” (e–z)

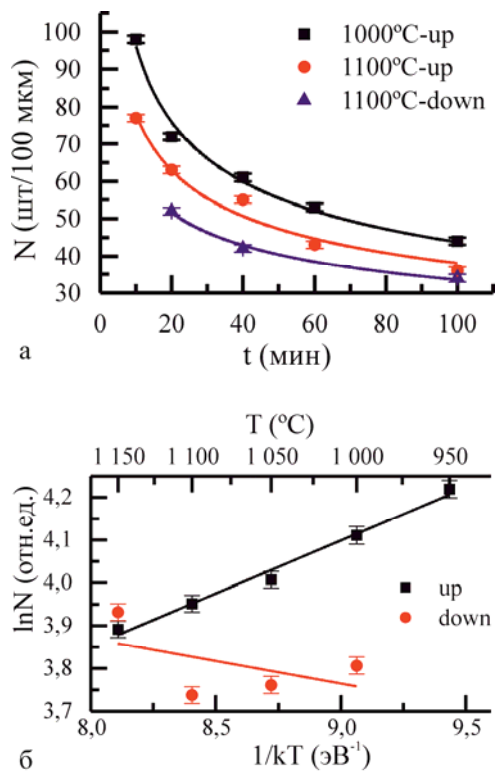


Рис. 3. Графики временных (а) и температурных (б) зависимостей, характеризующих процесс эшелонирования при различных параметрах отжига

Fig. 3. Plots of time (a) and temperature (b) dependencies, characterized the step bunching process at different annealing parameters

венно и количественно показано, что температура отжига существенно влияет на процессы эшелонирования, что требуется учитывать при теоретическом описании процессов.

Заключение

В данной работе показано влияние температуры отжига на формирование эшелонов атомных ступеней на поверхности Si(001), обусловленное электромиграцией адсорбированных атомов при нагреве образца постоянным электрическим током. Для двух противоположных направлений электрического тока и двух температур получены степенные зависимости изменения среднего расстояния между эшелонами атомных ступеней от времени с показателем степени меньше значения, полученного ранее в ряде работ. Меньшие темпы эшелонирования, по-видимому, обусловлены более низкой температурой эксперимента, чем в других работах. Получена эффективная энергия активации процесса эшелонирования при токе в сторону вышележащих террас, составившая $0,24 \pm 0,02$ эВ. Предполагается, что эта энергия может быть обусловлена температурной зависимостью соотношения коэффициентов диффузии адсорбированных атомов вдоль и поперек димерных рядов.

Список литературы / References

1. Misbah C., Pierre-Louis O., Saito Y. Crystal surfaces in and out of equilibrium: A modern view. *Reviews of Modern Physics*, 2010, vol. 82, no. 1, p. 981–1040.

ния [7], и близки по величине к $a = -0,38$, полученной методом численного моделирования [8; 11]. Отличие показателя степени, экспериментально измеренного в работе [2], возможно, объясняется тем, что отжиг и измерения проводились при температуре, близкой к переходу порядок-беспорядок, когда существенным становится генерация вакансий по всей площади поверхности [17], которые увеличивают темпы массопереноса и соответственно эшелонирования. Кроме того, в теоретической работе [8] показано, что при увеличении скорости сублимации показатель степени растет. Верификация данного вывода требует проведения дополнительных экспериментов.

Температурная зависимость числа эшелонов на единицу длины в арениусовских координатах представлена на рис. 3, б. Для направления тока вниз по ступеням зависимость слабая, вплоть до 1100 °С. При температуре 1150 °С число эшелонов приблизительно одинаково для обоих направлений тока. Это может быть связано с тем, что разница между коэффициентами диффузии становится несущественна, а также с влиянием обсуждаемых ранее генерируемых поверхностью вакансий. Эффективная энергия активации эшелонирования при направлении тока вверх по ступеням составила $0,24 \pm 0,02$ эВ. Она близка по величине к разнице энергий активации диффузии вдоль и поперек димерных рядов 0,3 эВ [22]. Полученный результат соответствует теоретической работе Сато и др. [11], где показано, что темп эшелонирования напрямую зависит от данной величины. Таким образом, нами качественно и количественно показано, что температура отжига существенно влияет на процессы эшелонирования, что требуется учитывать при теоретическом описании процессов.

2. **Latyshev A. V., Litvin L. V., Aseev A. L.** Peculiarities of step bunching on Si(001) surface induced by DC heating. *Applied Surface Science*, 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. *Surface Science*, 2001, vol. 480, no. 1–2, p. 84–96.
4. **Nishimura H., Minoda H., Tanishiro Y., Yagi K.** DC heating-induced step instability on Si(001) vicinal surfaces. *Surface Science*, 1999, vol. 442, no. 2, p. L1006–L1012.
5. **Stoyanov S., Ichikawa M.** Size-scaling exponents of current-induced step bunching on silicon surfaces. *Physical Review B*, 1999, vol. 60, no. 23, p. 16006–16012.
6. **Doi T., Koguchi M.** Investigation of Si(001) stable surfaces in alternating current heating. *Surface Science*, 2016, vol. 653, p. 226–236.
7. **Родякина Е. Е., Ситников С. В., Латышев А. В.** Эффект электромиграции на поверхности кремния (001) в условиях гомоэпитаксии // Сибирский физический журнал. 2017. Т. 12, вып. 4. Р. 73–78. DOI 10.25205/2541-9447-2017-12-4-73-78
Rodyakina E. E., Sitnikov S. V., Latyshev A. V. Electromigration Effect on Silicon (001) Surface under Homoepitaxy Conditions. *Siberian Journal of Physics*, 2017. vol. 12, no. 4, p. 73–78. (in Russ.) DOI 10.25205/2541-9447-2017-12-4-73-78
8. **Sato M., Mori T., Uwaha M., Hirose Y.** Growth of step bunches on a Si(001) vicinal face with drift of adatoms. *Journal of the Physical Society of Japan*, 2004, vol. 73, no. 7, p. 1827–1832.
9. **Sato M., Uwaha M., Mori T., Hirose Y.** Step bunching with alternation of structural parameters. *Journal of the Physical Society of Japan*, 2003, vol. 72, no. 11, p. 2850–2855.
10. **Natori A., Fujimura H., Fukuda M.** Step structure transformation of Si(001) surface induced by current II. *Applied Surface Science*, 1992, vol. 60–61, p. 85–91.
11. **Sato M., Uwaha M., Hirose Y.** Effect of two-dimensionality on step bunching on a Si(001) vicinal face. *Journal of the Physical Society of Japan*, 2006, vol. 75, no. 4, p. 4–7.
12. **Sato M., Uwaha M., Saito Y.** Evaporation and impingement effects on drift-induced step instabilities on a Si(001) vicinal face. *Physical Review B*, 2005, vol. 72, no. 4, p. 045401.
13. **White S. J., Woodruff D. P.** The surface structure of Si(100) surfaces using averaged LEED. *Surface Science*, 1977, vol. 64, no. 1, p. 131–140.
14. **Mo Y. W., Kleiner J., Webb M. B., Lagally M. G.** Activation energy for surface diffusion of Si on Si(001): A scanning-tunneling-microscopy study. *Physical Review Letters*, 1991, vol. 66, no. 15, p. 1998–2001.
15. **Zandvliet H. J. W., Elswijk H. B.** Morphology of monatomic step edges on vicinal Si(001). *Physical Review B*, 1993, vol. 48, no. 19, p. 14269–14275.
16. **Latyshev A. V., Krasilnikov A. B., Aseev A. L.** Application of ultrahigh vacuum reflection electron microscopy for the study of clean silicon surfaces in sublimation. epitaxy. and phase transitions. *Microscopy Research and Technique*, 1992, vol. 20, no. 4, p. 341–351.
17. **Metois J. J., Wolf D. E.** Kinetic surface roughening of Si(001) during sublimation. *Surface Science*, 1993, vol. 298, no. 1, p. 71–78.
18. **Rodyakina E. E., Kosolobov S. S., Sheglov D. V., Nasimov D. A., Song S. A., Latyshev A. V.** Atomic steps on sublimating Si (001) surface observed by atomic force microscopy. *Phys. Low-Dim. Struct.*, 2004, vol. 1–2, p. 9–18.
19. **Latyshev A. V., Aseev A. L., Krasilnikov A. B., Stenin S. I.** Transformations on clean Si(111) stepped surface during sublimation. *Surface Science*, 1989, vol. 213, no. 1, p. 157–169.
20. **Sato M., Deura K.** Effect of alternation of kinetic coefficients on step instabilities on Si(001) vicinal face. *Journal of Crystal Growth*, 2008, vol. 310, no. 7–9, p. 1371–1375.

21. **Sato M., Uwaha M., Takahashi T.** Motion of step pairs during drift-induced step bunching on a Si(001) vicinal face. *Journal of Crystal Growth*, 2007, vol. 303, no. 1, p. 85–89.
22. **Jeong S., Oshiyama A.** Adsorption and Diffusion of Si Adatom on Hydrogenated Si(100) Surfaces. *Physical Review Letters*, 1997, vol. 79, no. 22, p. 4425–4428.

Материал поступил в редколлегию

Received

09.12.2018

Сведения об авторах / Information about the Authors

Родякина Екатерина Евгеньевна, кандидат физико-математических наук, Институт физики полупроводников им. А. В. Ржанова СО РАН (пр. Академика Лаврентьева, 13, Новосибирск, 630090, Россия); Новосибирский государственный университет (ул. Пирогова, 2, Новосибирск, 630090, Россия)

Ekaterina E. Rodyakina, Candidate of Science (Physics and Mathematics), A. V. Rzhanov Institute of Semiconductor Physics SB RAS (13 Academician Lavrentiev Ave., Novosibirsk, 630090, Russian Federation); Novosibirsk State University (2 Pirogov Str., Novosibirsk, 630090, Russian Federation)

rodyakina@isp.nsc.ru

Ситников Сергей Васильевич, кандидат физико-математических наук, Институт физики полупроводников им. А. В. Ржанова СО РАН (пр. Академика Лаврентьева, 13, Новосибирск, 630090, Россия)

Sergey V. Sitnikov, Candidate of Science (Physics and Mathematics), A. V. Rzhanov Institute of Semiconductor Physics SB RAS (13 Academician Lavrentiev Ave., Novosibirsk, 630090, Russian Federation)

sitnikov@isp.nsc.ru

Рогило Дмитрий Игоревич, кандидат физико-математических наук, Институт физики полупроводников им. А. В. Ржанова СО РАН (пр. Академика Лаврентьева, 13, Новосибирск, 630090, Россия)

Dmitriy I. Rogilo, Candidate of Science (Physics and Mathematics), A. V. Rzhanov Institute of Semiconductor Physics SB RAS (13 Academician Lavrentiev Ave., Novosibirsk, 630090, Russian Federation)

rogilo@isp.nsc.ru

Латышев Александр Васильевич, доктор физико-математических наук, академик РАН, профессор, Институт физики полупроводников им. А. В. Ржанова СО РАН (пр. Академика Лаврентьева, 13, Новосибирск, 630090, Россия); Новосибирский государственный университет (ул. Пирогова, 2, Новосибирск, 630090, Россия)

Aleksandr V. Latyshev, Doctor of Science (Physics and Mathematics), Academician of RAS, Professor, A. V. Rzhanov Institute of Semiconductor Physics SB RAS (13 Academician Lavrentiev Ave., Novosibirsk, 630090, Russian Federation); Novosibirsk State University (2 Pirogov Str., Novosibirsk, 630090, Russian Federation)

latyshev@isp.nsc.ru