

УДК 53.08,538.9,539.2

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОДУЛЯ ЮНГА ВЮРЦИТНЫХ НАНОПРОВОДОВ $A^{III}B^V$ МЕТОДАМИ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ

© 2019 г. М. С. Дунаевский<sup>1, \*</sup>, П. А. Алексеев<sup>1</sup>, Р. Geydt<sup>2</sup>, Е. Lahderanta<sup>2</sup>, Т. Haggren<sup>3</sup>, Н. Lipsanen<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, 194021 Санкт-Петербург, Россия

<sup>2</sup>Lappeenranta University of Technology, P.O. Box 20, Lappeenranta FI-53851, Finland

<sup>3</sup>Aalto University, P.O. Box 15100, Espoo FI-00076, Finland

\*E-mail: Mike.Dunaeffsky@mail.ioffe.ru

Поступила в редакцию 12.03.2018 г.

После доработки 14.03.2018 г.

Принята к публикации 22.03.2018 г.

Разработан СЗМ-метод, позволяющий измерять модуль Юнга тонких и гибких нанопроводов, который заключается в измерении профилей прогиба в режиме прецизионного контроля силы. Этот метод достаточно универсален и может быть применен к любым тонким и гибким одномерным либо двумерным объектам. С помощью данного подхода удалось измерить модуль Юнга тонких конических нанопроводов InP с вюрцитной структурой и структурой цинковой обманки. Обнаружено, что нанопровода с вюрцитной структурой обладают более высоким модулем Юнга по сравнению с нанопроводами, содержащими чередование фаз “вюрцит–цинковая обманка”.

**Ключевые слова:** сканирующая зондовая микроскопия, полупроводниковые нанопровода, модуль Юнга, вюрцитная кристаллическая структура.

DOI: 10.1134/S0207352819010050

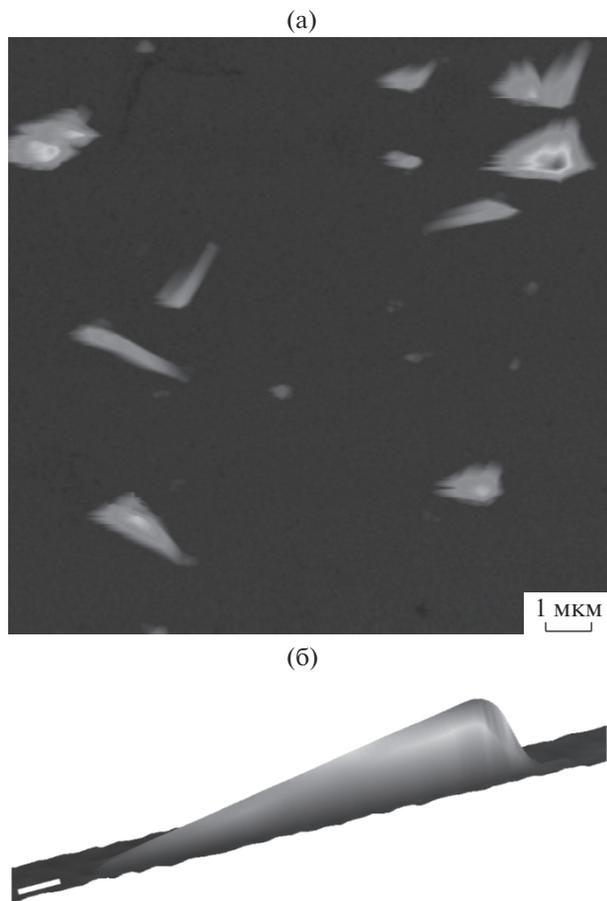
### ВВЕДЕНИЕ

В последнее время актуальны исследования полупроводниковых нанопроводов, на базе которых планируется создание перспективных приборов сенсорики, наноэлектроники, фотовольтаических устройств [1, 2]. При построении приборных структур на основе нанопроводов важно знать не только их электрофизические свойства, но также и механические свойства. Тонкие нанопровода в силу высокого соотношения длины к радиусу обладают малым коэффициентом изгибной жесткости. Это может приводить к большим изгибам нанопроводов и даже их поломке. Поэтому важно обладать информацией о величине эффективного модуля Юнга нанопроводов. В ряде работ было показано, что модуль Юнга тонких нанопроводов [3, 4] может в разы отличаться от табличных значений объемного модуля Юнга. В данной работе изучался размерный эффект зависимости упругих свойств нанопроводов InP от их диаметра. Стоит особо отметить, что тонкие InP нанопровода с радиусом менее 30 нм могут обладать вюрцитной структурой [5]. Физические свойства ряда  $A^{III}B^V$ -материалов, обладающих структурой цинковой обманки (GaAs, InP, InAs и др.) исследованы достаточно подробно. Однако свойства тех же материалов  $A^{III}B^V$  в вюрцитной

фазе практически не изучены. Так, например, неизвестны модули Юнга вюрцитных InP, InAs и ряда других  $A^{III}B^V$ -материалов. Целью данной работы было развитие экспериментальных методов определения модуля Юнга тонких нанопроводов и измерение модуля Юнга вюрцитного InP.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Исследовались образцы с коническими InP-нанопроводами, отличающимися как геометрическими параметрами (длиной  $L$ , средним радиусом  $R_{mid}$ , углом конусности  $\alpha$ ) так и кристаллической структурой (цинковая обманка и вюрцит). Характерная длина нанопроводов составляла 2–3 мкм, средний радиус – от 15 до 40 нм, угол конусности равнялся  $1^\circ$ – $1.5^\circ$ . Образцы были выращены методами газофазной эпитаксии по механизму пар–жидкость–кристалл под каталитическими каплями золота на Si-подложке при температуре  $T = 450^\circ\text{C}$ . Геометрические параметры нанопроводов определялись с помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ) и сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ). Тип кристаллической структуры InP-нанопроводов определялся по данным электронной дифракции.



**Рис. 1.** СЗМ-изображение (а) массива наклонных InP-нанопроводов; 3D СЗМ-изображение (б) одного из InP-нанопроводов.

Для решения проблемы малой изгибной жесткости нанопровода в данной работе применялся режим Peak Force [6]. Этот режим специально создан для минимизации силы воздействия зонда на поверхность и дает возможность исследовать “очень мягкие среды”, в том числе и нанопровода с малой изгибной жесткостью. В эксперименте у нас была возможность уменьшить силу воздействия зонда на поверхность до 0.05 нН и поддерживать ее в ходе сканирования с высокой степенью точности. Работа со сверхмалыми силами позволила получать незашумленные изображения наклонных нанопроводов InP без их прогиба (рис. 1а, 1б). Это был важный этап, необходимый для дальнейшего точного измерения прогибов нанопроводов.

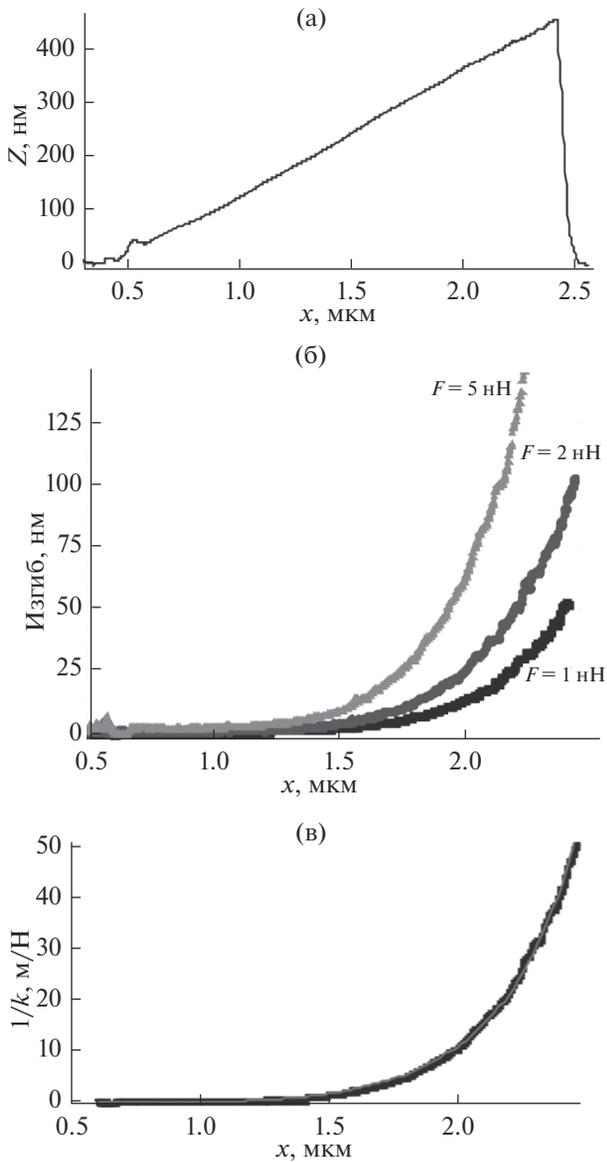
В данной работе нами применялся метод измерения профилей прогиба на наклонных нанопроводах InP при разных силах воздействия  $F_{\text{peak}}$  зонда на нанопровод. С увеличением значений величины пиковой силы воздействия ( $F_{\text{peak}} = 0.05, 1, 2, 5, 10$  нН) возрастает прогиб нанопровода  $w(x)$ , что приводит к изменению регистрируемой при ска-

нировании топографии наклонного нанопровода (рис. 2а, 2б). Можно считать, что прогиб нанопровода близок к нулю при работе со сверхмалой силой 0.05 нН. Поэтому при вычитании из топографического профиля наклонного нанопровода, полученного при силе 5 нН, профиля, полученного при силе 0.05 нН, мы получим профиль прогиба  $w(x)$  при силе 5 нН. В ходе наших измерений мы наблюдали линейное увеличение профилей прогиба с увеличением значений пиковой силы  $w \sim F_{\text{peak}}$ . Это означает, что в диапазоне прилагаемых сил имеет место линейный изгиб нанопровода, для которого справедлив закон Гука. После того, как вдоль нанопровода измерен набор профилей прогиба  $w(x)_{F_1}, w(x)_{F_2}, \dots, w(x)_{F_i}$ , эти полученные профили делятся на величины соответствующих сил и получаются профили обратной жесткости  $1/k(x) = w(x)/F$  (рис. 2в). Стоит отметить, что эти профили для различных сил относительно совпадают, так как, было сказано выше, имеет место линейный изгиб нанопровода, для которого прогиб пропорционален силе  $w \sim F_{\text{peak}}$ . Затем для уменьшения влияния приборных шумов мы усредняем профили обратной жесткости, полученные для разных сил. Полученный экспериментальный профиль обратной жесткости  $1/k(x)$  мы анализируем с помощью формулы для конической балки, и это позволяет нам в дальнейшем получить информацию о модуле Юнга InP-нанопровода.

Стоит отметить, что удобнее анализировать именно профиль обратной жесткости  $1/k(x)$ , так как он обращается в ноль при приближении к основанию нанопровода. Если же пытаться анализировать профиль жесткости  $k(x)$ , то при приближении к основанию нанопровода жесткость будет обращаться в бесконечность, что создаст лишние проблемы для анализа. Стоит подчеркнуть также, что метод измерения профилей прогиба  $1/k(x)$  в режиме прецизионного контроля силы Peak Force универсален и может быть применен к любым тонким и гибким одномерным объектам (НП, тонкие фибриллы, трубки асбеста, нанотрубки, и т.д.), а также тонким и гибким двумерным мембранам (графен).

В данной работе исследовались нанопровода конической формы, поэтому в рамках континуальной теории упругости (путем решения уравнения Эйлера–Бернулли) нами была получена формула, связывающая величину обратной жесткости  $1/k(x)$  конического нанопровода и модуль Юнга  $E$ :

$$\frac{1}{k(x)} = \frac{4}{3\pi} \frac{1}{E} \frac{1}{R_{\text{mid}}^4} \frac{x^3}{(1 + a(2x - L))(1 - aL)^3}. \quad (1)$$



**Рис. 2.** Профиль сечения наклонного InP-нанопровода, измеренный при силе воздействия на поверхность 0.05 нН (а). Профили прогиба InP-нанопровода при силах воздействия на поверхность 1, 2 и 5 нН (б). Профиль обратной жесткости  $1/k(x)$  (в).

Здесь  $R_{mid}$  – средний радиус нанопровода;  $L$  – длина нанопровода;  $a = \alpha/2R_{mid}$  – коэффициент конусности, связанный с углом конусности  $\alpha$ ;  $x$  – координата положения зонда при воздействии на нанопровод. Стоит отметить, что формула (1) переходит в формулу для балки постоянного круглого сечения при  $a \rightarrow 0$ . В дальнейшем мы будем выполнять подгонку экспериментальных данных обратной жесткости с помощью формулы (1) и в результате подгонки будем получать величину модуля Юнга  $E$  и величину коэффициента конусности  $a = \alpha/2R_{mid}$ .

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1а приведено изображение массива наклонных нанопроводов (рис. 1а). На рис. 1б показано изображение одного из нанопроводов при сканировании его с минимальной силой  $F_{peak} = 0.1$  нН, а на рис. 2а показан профиль его сечения  $h(x)_{0.1 \text{ нН}}$ . Как следует из рис. 1, длина данного наклонного нанопровода составляет  $\sim 2$  мкм. На рис. 2в приведен профиль обратной жесткости  $1/k(x)$ , измеренный на данном нанопроводе, и также плавная кривая подгонки, полученная с помощью формулы (1) для конической балки.

В ходе подгонки мы получаем величину  $ER_{mid}^4$  и величину  $\alpha/2R_{mid}$ . Зная эти величины, и измеряя  $R_{mid}$  с помощью РЭМ, можно затем получить значение модуля Юнга.

В ходе работы с помощью вышеуказанного метода были вычислены модули Юнга для 13 нанопроводов разного радиуса и с различной кристаллической структурой (цинковая обманка (ZB) и вюрцит (WZ)). Обнаружено, что модуль Юнга нанопроводов большого радиуса ( $R_{mid} > 30$  нм) составляет 65 ГПа (что соответствует “объемному” значению модуля Юнга для ZB InP), при этом с уменьшением радиуса нанопроводов наблюдалась довольно сильное возрастание измеряемого модуля Юнга до значений 130 ГПа. По-видимому, данный эффект связан с влиянием вюрцитной фазы на увеличение модуля Юнга. Действительно, нанопровода с большим радиусом ( $R_{mid} > 30$  нм) обладают ZB-структурой, а нанопровода с меньшими радиусами ( $R_{mid} < 20$  нм) обладают WZ-структурой. Переходная область между ними, по-видимому, отвечает НП со смешанной структурой, сочетающей WZ и ZB-фазы. Таким образом, установлено, что вюрцитные InP НП обладают модулем Юнга около 130 ГПа.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, в данной работе была разработана специальная СЗМ-процедура для измерения модулей Юнга тонких и гибких нанопроводов. Метод заключается в измерении профилей прогиба  $1/k(x)$  в режиме прецизионного контроля силы Peak Force. Для анализа профилей прогиба тонких InP-нанопроводов конической формы была получена формула, связывающая величину обратной жесткости  $1/k(x)$  конического нанопровода и модуль Юнга  $E$ . С помощью данного подхода удалось измерить модуль Юнга конических InP-нанопроводов с вюрцитной и цинк-бленд структурой. Значение эффективного модуля Юнга цинк-бленд нанопровода оказалось близким к модулю Юнга для объемных материалов, а модуль Юнга вюрцитных InP нанопровода составил около 130 ГПа.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Tao A., Kim F., Hess C., Goldberger J., He R., Sun Y., Xia Y., Yang P.* // Nano Lett. 2003. V. 3. P. 1229.
2. *Cui Y., Zhong Z., Wang D., Wang W.U., Lieber C.M.* // Nano Lett. 2003. V. 3. P. 149.
3. *Alekseev P.A., Dunaevskii M.S., Stovpyaga A.V., Lepsa M., Titkov A.N.* // Semiconductors. 2012. V. 46. P. 641.
4. *Chen C.Q., Shi Y., Zhang Y.S., Zhu J., Yan Y.J.* // Phys. Rev. Lett. 2006. V. 96. P. 075505.
5. *De Luca M., Zilli A., Fonseka H.A., Mokkapati S., Mirametro A., Tan H.H., Smith L.M., Jagadish C., Capizzi M., Polimeni A.* // Nano Lett. 2015. V. 15. P. 998.
6. *Young T.J., Monclus M.A., Burnett T.L., Broughton W.R., Ogin S.L., Smith P.A.* // Meas. Sci. Technol. 2011. V. 22. P. 125703.

## Determination of the Young's Modulus of Wurtzite A<sup>III</sup>B<sup>V</sup> Nanowires by the Methods of Scanning Probe Microscopy

**M. S. Dunaevskiy, P. A. Alekseev, P. Geydt, E. Lahderanta, T. Haggren, H. Lipsanen**

Scanning probe microscopy method has been developed that allows measuring the Young's modulus of thin and flexible nanowires, which consists in measuring the deflection profiles in the regime of precise force control. This method can be applied to any thin and flexible one-dimensional or two-dimensional objects. Using this approach, the Young's modulus of thin InP conical nanowires with wurtzite structure and the zinc blende structure was measured. It was found that nanowires with pure wurtzite structure has a higher Young's modulus value than the nanowires with mixed "wurtzite/zinc blende" structure.

**Keywords:** scanning probe microscopy, semiconductor nanowires, Young's modulus, wurtzite crystal structure.