文章编号:1001-2486(2004)02-0017-04

InSb 纳米颗粒的制备与原子力显微镜^{*}

何焰兰 孙 全 吕志辉

(国防科技大学理学院 湖南 长沙 410073)

摘 要:为进一步研究半导体纳米材料的物理特性,用真空沉积的方法在SiO₂基片上制备了纳米InSb颗粒膜。用原子力显微镜扫描样品表面的分析显示,纳米InSb颗粒均匀地分布在SiO₂基片表面。实验结果表明通过改变镀膜时间,可以得到具有不同颗粒尺寸的InSb纳米颗粒。

关键词:纳米 InSb 颗粒: 真空蒸发沉积: 原子力显微镜

中图分类号:TB333 文献标识码:A

InSb Nano-pellet Preparation and the Atomic Force Microscope

HE Yan-lan , SUN Quan , LU Zhi-hui

(College of Science , National Univ. of Defense Technology , Changsha 410073 , China)

Abstract In order to further research the physics characteristics of nano-semiconductor, we get the nanometer size InSb particle films deposited on the SiO_2 substrate by using vacuum evaporation. The atomic force microscope was applied to survey the surface morphology of the films. The results show that the films are composite of nano-particles of InSb. From the analysis of the scanning images of these samples, the result of the experiment proves that by changing the plating time, different sizes of InSb particle can be formed.

Key words InSb nano-pellet vacuum evaporation deposition atomic force microscope

随着大规模集成微电子和光电子技术的发展,功能元器件越来越微细,人们有必要考察物质的维度 下降会带来什么新的现象,这些新的现象能提供哪些新的应用。20世纪80年代起,低维材料已成为倍 受人们重视的研究领域。低维材料一般分为以下三种(1)二维材料,包括薄膜、量子阱和超晶格等,在 某一维度上的尺寸为纳米量级(2)一维材料,或称量子线,线的粗细为纳米量级(3)零维材料,或称量 子点,是尺寸为纳米量级的超细微粒,又称纳米微粒。由于在半导体材料中,导带和价带中的能级是连 续的,当它吸收了能量等于或大于带隙能的光子后,电子 e⁻¹从价带跃迁到导带,并在价带留下了空穴 h⁺ 电子与空穴由于静电作用束缚在一起,一般称这种束缚的电子空穴对 e⁻¹-h⁺ 为激子。当半导体纳 米超微粒的尺寸与其激子波尔半径可比时,电子和空穴被限域在小尺寸的势阱中,导致原来连续的能级 的量子化,产生具有分子特性的分立能级结构,并且由于动能的增加使得能隙增大。由于半导体纳米材 料的导带和价带态密度介于体材料的连续态密度和分子分离态密度之间,能级分裂,并出现了新的跃迁 规律,产生许多不同于体材料的特殊性能,如量子尺寸效应,表面效应和介电限域效应及特殊的光电化 学性质等。

由于量子限域的程度取决于半导体颗粒的尺寸与其自由激子的波尔半径之比,如果颗粒尺寸远小 于波尔半径,将会有强的量子限域效应;反之,量子限域效应则不明显。

对于 III – V 族半导体,由于它们具有较小的载流子有效质量和较大的介电常数,因而具有较大的自由激子波尔半径。如 InSb 半导体,自由激子波尔半径为 34nm。而 III – V 族半导体的能隙是在半导体材料中最小的一组,而 InSb 在 III – V 族半导体中又具有最小的能隙(0.17eV),最小的载流子有效质量(m_e = 0.014 m_0 , m_b = 0.016 m_0 , m_0 为自由电子质量,和最大的介电常数(17.88),从而具有最大的自由激子波

尔半径。根据半导体的自由激子波尔半径公式($a_B = \frac{\epsilon h^2}{4\pi^2 \mu_{eh}^2}$,其中 ϵ 为半导体材料的介电常数 ,h为普朗克常数)计算得到 InSb 的激子波尔半径为 130nm ,这就是说 ,InSb 颗粒可以在很大的尺寸范围内满足量子限域条件 ,这对于制备合适的样品也是极为有利的。

常规合成纳米颗粒的方法主要分为物理方法、化学方法和机械方法,这些方法多用于单质、合金或 氧化物、碳化物的制备,半导体纳米材料的合成也可用其中的许多种方法。本文首次报道了用真空沉积 方法在 SiO₂ 基片上纳米 InSb 颗粒薄膜的制备,并用原子力显微镜对样品表面形貌进行了分析,研究了 镀膜时间对纳米颗粒尺寸影响的规律。

1 实验

InSb-SiO₂ 纳米颗粒镶嵌薄膜的制备采用真空沉积的方法。基片选用尺寸同为 ∮10 × 1mm 的双面抛 光石英玻璃 通过改变蒸发时间来控制沉积在 SiO₂ 基片上的 InSb 厚度及纳米颗粒的尺寸。将固体 InSb 单晶体放在真空度约为 6.0×10⁻⁵托的真空腔内的蒸发舟中,蒸发时分别将四片石英薄片放在沉淀腔 内的工作台上,使沉淀腔内的温度保持在 250℃,控制其中 1 # 样品蒸发时间为 15s 2 # 样品蒸发时间为 5s 3 # 样品蒸发时间为 3s ,4 # 样品蒸发时间为 1.5s。四片样品均在沉淀完成后,在真空腔内保持 450℃,退火 2h 后,直接关炉,自然冷却到室温。在真空中经上述条件热处理后,沉淀形成的薄膜中的 InSb 结晶,在 SiO₂ 介质表面上形成纳米晶颗粒膜。得到四片加工后的薄膜样品,其中,图 1 左边的 1 # 样品薄膜较厚,成灰黑色,有金属光泽,图 1 右边的 2 # 样品薄膜较薄,成透明状,有金属光泽 3 # 和 4 # 样品薄膜几乎完全透明,有略微金属光泽。



图 1 1 # 和 2 # 石英基片镀膜后的外观图 Fig. 1 The pictures of 1 # and 2 # film

在退火过程中,薄膜样品中的 In 原子、Sb 原子和 InSb 分子及原子团结晶重构,并随着退火时间的 延长结晶逐步长大,当退火时间足够长,受膜厚条件的限制,颗粒不再长大。同时,温度越高,完成此过 程的时间越短。由于 InSb 中的 Sb 易挥发,热处理时温度不宜高于 450℃,否则 InSb 薄膜中的 Sb 会大量 流失,从而使膜失效^{2,31}。在实验中必须严格控制蒸发温度,并尽量保持在 450℃以下,但为了减少退火 的时间,可选择退火温度为 450℃,退火时间为 2h。

2 结果与讨论

为了研究用真空镀膜法制成的四片样品表面结构形貌 ,应用 SPA400 型原子力显微镜在大气中对四 片基片上的 InSb 薄膜进行了 AFM 形貌测量 ,AFM 测量方式为恒力方式 ,扫描范围为 2μm × 2μm ,扫描精 度为 256 行/扫描范围。得到的 AFM 形貌扫描图如图 2 所示:

图 2 中(a)(b)(c)(d)分别是 1~4 # 样品镀膜表面的 AFM 形貌图 (e)是未镀膜的洁净的 SiO₂ 基 片表面的 AFM 形貌图。由四幅样品的形貌与洁净 SiO₂ 基片表面的图像对比可以看出四个样品都形成





了 InSb 的纳米级的颗粒结构。



图 3 1 # 和 2 # 样品扫描图的对应三维视图 Fig.3 The three-dimensional pictures correspond to the surface scanning pictures of 1 # and 2 # film

由图 (a)1 # 样品表面形貌的 AFM 扫描图和图 3(a)1 # 样品扫描图对应的三维视图 ,可以清楚看到 样品形成了均匀分布在 SiO₂ 衬底上的 InSb 颗粒,颗粒尺寸约为 100~200nm ,与未覆盖薄膜的 SiO₂ 基片 的形貌图对比,可以看出 SiO₂ 晶体的微观形貌与 InSb 纳米颗粒的微观形貌在尺寸上存在很明显的区别。InSb 颗粒比 SiO₂ 晶粒大很多,达到数十纳米级的颗粒尺寸,且颗粒尺寸较均匀,表明用真空镀膜法可以在 SiO₂ 基片上形成具有纳米结构的 InSb 薄膜。

由图 χ b)2 # 样品的薄膜表面的 AFM 扫描图和图 3(b)2 # 样品扫描图对应的三维视图可以看到, 所得到的分布在 SiO₂ 基片上的 InSb 薄膜也是由均匀的纳米级颗粒构成的,颗粒尺寸约为 50nm,颗粒尺 寸比 1 # 样品小得多,而且颗粒尺寸也比 1 # 更均匀。

由图 2 中可以看到 3 # 和 4 # 样品所形成的颗粒较 1 # 和 2 # 样品尺寸小得多 ,从图 (< c) 3 # 样品的 AFM 扫描图可以看到在 SiO₂ 基片上形成了一层 InSb 纳米颗粒组成的薄膜 ,颗粒尺寸大小约为 30nm ,且 许多颗粒堆积在一起形成了一些较大的颗粒。而从图 (< d) 4 # 样品的 AFM 扫描图中只能找到很少的一 些分散的 InSb 颗粒 ,颗粒的尺寸为 10~30nm。

从对图 2 中各样品的扫描图的观察与分析可以得出,在一定的热处理条件下,薄膜中颗粒的大小与 镀膜时间有关,也就是与镀在基片上的 InSb 的厚度有关,镀膜时间越短,InSb 厚度越小,相同的热处理 条件下得到的 InSb 颗粒的尺寸也越小。

3 结论

(1)通过真空镀膜的方法可以在 SiO_2 基片上制备 InSb 纳米薄膜。通过 AFM 观察表明,在 SiO_2 基片 上形成了均匀的纳米级 InSb 颗粒膜。

(2)得到了薄膜中 InSb 颗粒大小的形成规律,发现颗粒的尺寸与 InSb 沉积的厚度成正比。

参考文献:

[1] 朱开贵, 等. 镶嵌在 SiO2 薄膜中的纳米 InSb 颗粒的制备[J]. 科学通报, 1998(7):1389.

[2] 关艳霞,等.热处理条件对溅射法制得的 InSb 薄膜特性的影响[J]. 仪表技术与传感器 2000(9):15.

[3] 孙承松,等. 溅射法制备 InSb 薄膜工艺探索[J]. 仪表技术与传感器 2001(7)35.