

# AFM制备纳米氧化点的研究

王加科<sup>1</sup>, 董正超<sup>1</sup>, 程显东<sup>2</sup>

(1.长春理工大学 光电工程学院, 长春 130022; 2.吉林省高等教育自学考试委员会办公室, 长春 130000)

**摘要:** 结合压力传感器氧化绝缘纳米结构的制作,研究了基于AFM的纳米阳极氧化加工过程中偏置电压与环境温度、湿度等对氧化点尺寸的影响。实验结果表明,氧化点的尺寸随偏置电压和环境湿度的增大而增大,但过高的偏置电压和环境湿度将会造成氧化点表面产生台阶现象;环境温度22℃,偏置电压8V,环境湿度50%,氧化时间8s,对于n型Si(100)的氧化加工而言是相对合适的加工参数。

**关键词:** AFM; 氧化点; 纳米工艺; 偏置电压; 环境湿度

**中图分类号:** TN305.5

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1672-9870(2013)06-0104-04

## The Research of the Oxide Nano-dots Fabrication by AFM

WANG Jiake<sup>1</sup>, DONG Zhenchao<sup>1</sup>, CHENG Xiandong<sup>2</sup>

(1.School of Optoelectronic Engineering, Changchun University of Science and Technology, Changchun 130022;

2.Office of Higher Education Self-Taught Examination Council Of Jilin Province, Changchun 130000)

**Abstract:** Combining the pressure sensor's oxidation insulating nanostructure fabrication this paper studied the impact of bias voltage, ambient temperature and humidity on the size of oxide dots during the AFM-based anodic oxidation nano-fabrication. Experimental results show that the size of oxide dots increases with the increasing bias voltage and ambient humidity, but too high bias voltage and ambient temperature will cause staircase phenomena on the surface of oxide dot; ambient temperature 22℃, bias voltage 8V, humidity 50% and oxidation time 8s are relatively suitable processing parameters for the oxidation fabrication of n-type Si(100).

**Key words:** AFM; anodic oxidation; nanoscale; bias voltage; ambient humidity

自从原子力显微镜(AFM)问世以来,一直被作为一种新型的表面分析仪器,为人们在纳米尺度上研究物质的结构及其相互作用提供了有力的手段<sup>[1,2]</sup>。随着现代科学技术的发展,对纳米加工工艺提出了更高的要求,基于AFM的阳极氧化加工技术成为了一个研究热点,例如加工纳米点和纳米隙,特别是如单电子晶体管、点接触量子器件以及超快速光导开关这类的纳米电子器件。因此,本文采用该方法在n型Si(100)基底上制得压力传感器氧化绝缘纳米结构,并针对偏置电压及环境湿度对氧化点尺寸的影响进行了研究。

## 1 原理

基于AFM的阳极氧化加工类似于传统的电化学阳极氧化,即AFM的导电探针通过电场诱导和样品表面之间发生化学反应形成纳米尺度氧化结构。

在氧化过程中,扫描探针的针尖作为电化学单元氧化反应的阴极<sup>[3]</sup>,样品表面作为反应的阳极,吸附在样品表面的水分子则作为电解液。以Si的加工为例,如图1所示。

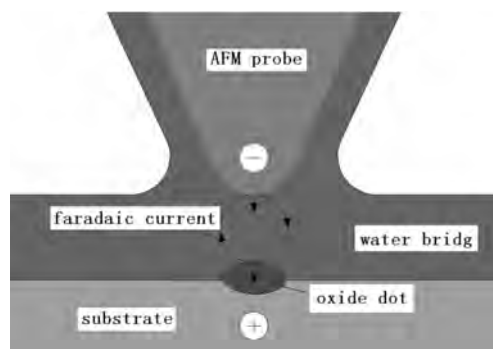


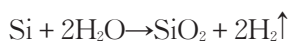
图1 AFM制备纳米阳极氧化点示意图

当探针接近Si表面时,两者间的水膜接触形成水桥,在样品表面施加正偏压,电子从针尖的费米能

收稿日期: 2013-09-18

作者简介: 王加科(1983-),男,博士研究生, E-mail: wangjk@cust.edu.cn。

级跃迁到水膜中,使得针尖-样品表面的水分子减少,生成了 $H^+$ 和 $OH^-$ ,在电场作用下,流动到Si表面并发生反应:



得到的 $SiO_2$ 的尺寸为宽度10~100nm、高度为1~10nm,进而在针尖的移动下即可形成相应的微结构图形。

## 2 实验过程

实验采用的是中国本原纳米仪器有限公司的CSPM5500多功能SPM系统,探针为俄罗斯NT-MDT公司的NSG11/WuC导电探针。采用n型Si(100)作为实验基底,电阻率为5~7 $\Omega \cdot cm$ ,表面 $R_a \leq 0.5nm$ 。将Si片浸泡在2%的HF溶液中5min,使其钝化,降低其亲水性,减少表面吸附水分子的数量,降低由于水分子的毛细作用所带来的干扰<sup>[4-7]</sup>。

AFM腔体内的环境湿度由外接湿度控制器实现,控制范围为40%~70%,最小变化湿度为1%。环境湿度的检测由AFM自带湿度传感器完成,测量范围为0~100%,精度为0.5%。实验选取的环境湿度分为40%、45%、50%、55%、60%、65%和70%;外接偏置电压分别为6.5V、7V、7.5V、8V、8.5V、9V和9.5V。实验始终保持接触模式,温度保持在22 $^{\circ}C$ ,扫描速度为5 $\mu m/s$ 。为了保证实验的精度,氧化加工在Si片的不同位置进行,而并未更换基底,以对比各点的氧化效果。

## 3 结果与分析

### 3.1 偏置电压的影响

根据Cabrera与Mott的薄膜氧化理论<sup>[8]</sup>,可知氧化点高度 $h$ 与偏置电压 $V$ 的关系为:

$$h = \frac{qa/KT}{\lg\left(\frac{h_L^2 v KT}{u W_{ox} qa}\right) - \lg V} V \quad (1)$$

其中, $h$ 为实际测得氧化点高度; $h_L$ 为电场作用下氧化最大高度; $v$ 为扫描速度; $K$ 为波兹曼常熟; $a$ 为势垒宽度的一半; $T$ 为温度; $q$ 为电子电荷量; $W_{ox}$ 为空隙离子克服扩散所需的能量; $u$ 为随温度的改变量; $V$ 为偏置电压。

从式(1)中可知,氧化点高度 $h$ 随偏置电压 $V$ 线性增加,即氧化点的生长速度取决于偏置电压。

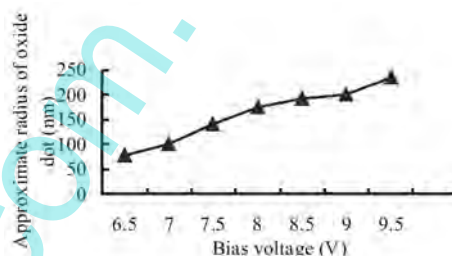
在验证偏置电压与氧化点尺寸关系的实验中,保持环境温度22 $^{\circ}C$ ,环境湿度50%,氧化时间8s不变时,不同偏置电压(每次变化0.5V)下得到氧化点

尺寸大小如表1所示。

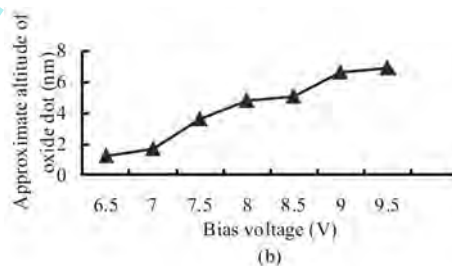
表1 不同偏置电压得到的氧化点尺寸

偏置电压(V)	氧化点半径近似值(nm)	氧化点高度近似值(nm)
9.5	235	6.9
9.0	202	6.6
8.5	193	5.1
8.0	175	4.8
7.5	140	3.6
7.0	101	1.7
6.5	78	1.2

如表1所示,氧化点的半径和高度正比于偏置电压。图2为氧化点尺寸随偏置电压的变化曲线,同样可以看出这一趋势。



(a)为氧化点半径与偏置电压的关系



(b)为氧化点高度与偏置电压的关系

图2 偏置电压和氧化点尺寸的关系

不同偏置电压条件下得到的氧化点表面形貌如图3所示。

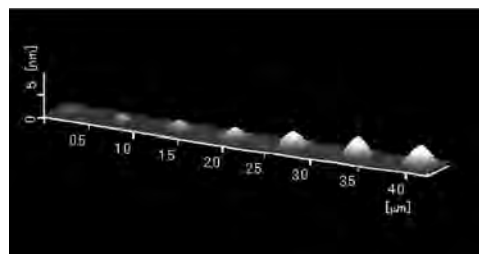


图3 不同偏置电压条件下形成的氧化点表面形貌

实验结果与预期吻合,即氧化点尺寸随偏置电压的增加而增加。

### 3.2 环境湿度的影响

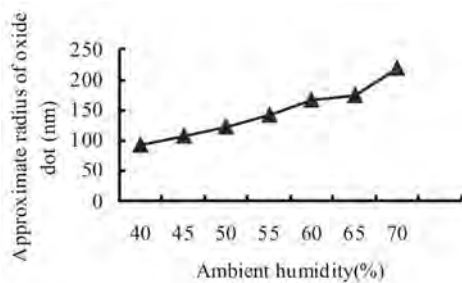
为了得到环境湿度对氧化点尺寸的影响,保持环境温度22 $^{\circ}C$ ,偏置电压8V,氧化时间8s不变时,不同环境湿度(每次变化5%)下得到的氧化点尺寸

大小如表2所示。

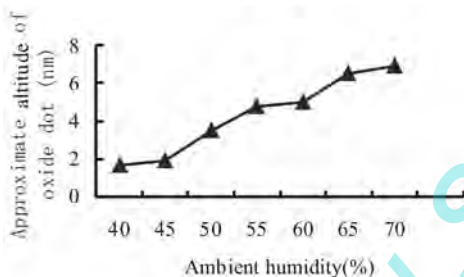
表2 不同环境湿度得到的氧化点尺寸

环境湿度(%)	氧化点半径近似值(nm)	氧化点高度近似值(nm)
70	218	6.9
65	174	6.5
60	168	5.0
55	143	4.8
50	121	3.5
45	107	1.9
40	92	1.7

由表2可知,氧化点的半径和高度与环境湿度成正比。这一关系同样可以由图4观察得知,图4为氧化点尺寸随环境湿度的变化曲线。



(a)为氧化点半径与环境湿度的关系



(b)为氧化点高度与环境湿度的关系

图4 环境湿度与氧化点尺寸的关系

不同环境湿度条件下得到的氧化点表面形貌如图5所示。

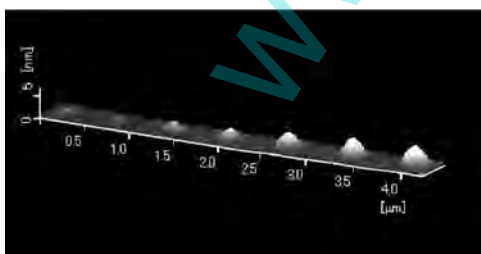


图5 不同环境湿度条件下形成的氧化点表面形貌

### 3.3 实验参数优化

基于AFM的纳米阳极氧化加工技术应该有一个相对适当的试验参数,而并非为了得到更大的氧化尺寸而一味的增加偏置电压和环境湿度。为了验证这一结论,作者在环境温度22℃,偏置电压9.5V,

环境湿度70%,氧化时间8s下进行氧化加工,得到的氧化点表面形貌如图6所示。

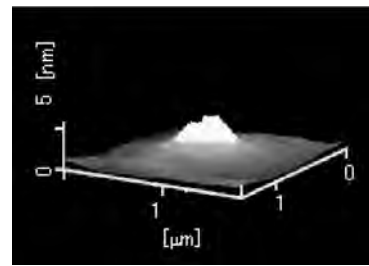


图6 室温22℃,偏置电压9.5V条件下的氧化点表面形貌图

很明显,很高的偏置电压和环境湿度的确可增大氧化点的尺寸,但也会产生顶端的台阶现象。同时,氧化点尺寸还取决于样品的材料、探针形状和加工速度等因素。综合以上分析,在环境温度22℃,偏置电压8V,环境湿度50%,氧化时间8s条件下制得的压力传感器氧化绝缘纳米结构,如图7所示。

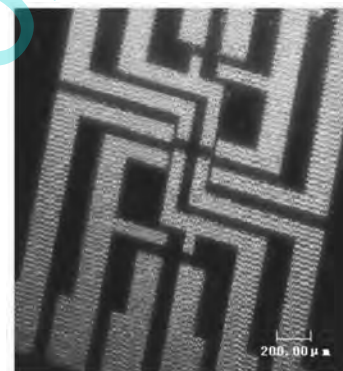


图7 样品的氧化绝缘层纳米结构

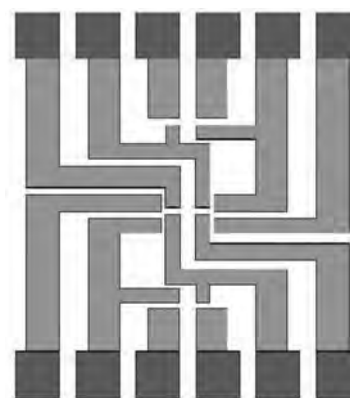


图8 样品的设计图

图8是样品的原始设计图,与实验制得的实际样品进行比较,可以发现二者的氧化绝缘层纳米结构比较一致。但通过SEM观察,氧化层的表面粗糙度并不十分理想,但其隔热效率基本能够满足要求。

## 4 结论

基于AFM的纳米阳极氧化加工过程中,偏置电

压、环境湿度(及其他环境条件)、样品的材料、探针形状和加工速度都将对氧化点的尺寸产生影响。实验表明,氧化点的尺寸随偏置电压和环境湿度的增大而增大,但过高的偏置电压和环境温度将会造成氧化点表面产生台阶现象。环境温度 22℃,偏置电压 8V,环境湿度 50%,氧化时间 8s 对于 n 型 Si(100) 的氧化加工而言是相对合适的加工参数。

### 参考文献

- [1] Binning G, Rohrer H, Gerber C, et al. Surface studies by scanning tunneling microscopy [J]. *Phys Rev Lett*, 1982, 40(1): 178–181.
- [2] 金贞玉. 浅谈自组装膜引导二氧化钛沉积的研究 [J]. *长春理工大学学报: 自然科学版*, 2011, 34(2): 198–199.
- [3] Sun Zh, Qin Sh. Anodic oxidation nano-fabrication at different parameters by AFM [J]. *Semiconductor Technology*, 2006, 31(10): 751–753.
- [4] Kuramochi H, Perez-Murano F, Dagata J A, et al. Faradaic current detection during anodic oxidation of the H-passivated p-Si(001) surface with controlled relative humidity [J]. *Nanotechnology*, 2004, 15(3): 297–302.
- [5] Li X, Han L. Nano-fabrication of multi-layer pattern with AFM oxidation [J]. *Microfabrication Technology*, 2007(5): 26–30.
- [6] Wang Y, Zheng L, Hu X, et al. Nano-fabrication in different fabrication parameters by AFM [J]. *Journal of Tianjin University*, 2004, 37(1): 33–36.
- [7] Matsumoto K. STM/AFM nano-oxidation process to room temperature operated single electron transistor and other devices [J]. *Proceedings of the IEEE*, 1997, 85(4): 612–628.
- [8] Yasutake M, Ejiri Y, Hattori T. Modification of silicon surface using atomic force microscope with conducting probe [J]. *Japanese Journal Of Applied Physics Part 2 Letters*, 1993, 32: 1021–1021.
- [5] 苏广川. 强噪声环境下汉语语音识别的模糊分类算法 [J]. *北京理工大学学报*, 1997, 17(6): 686–690.
- [6] Hermansky H, Morgan N. RASTA processing of speech [J]. *IEEE Transactions on Speech and Audio Processing*, 1994, 2(4): 578–589.
- [7] Hermansky H, Morgan N, Hirsch H G. Recognition of speech in additive and convolutional noise based on RASTA spectral processing [C]. *IEEE International Conference on Acoustics, Speech, and Signal Processing (ICASSP)*, 1993: 83–86.
- [8] Fujioka K, Miyanaga Y. A new noise reduction method of speech signal with running spectrum filtering [C]. *International Symposium on Intelligent Signal Processing and Communication Systems*, 2004: 173–176.
- [9] Hayasaka N, Miyanaga Y, Wada N. Running spectrum filtering in speech recognition [C]. *International Conference on Soft Computing and Intelligent Systems (SCIS)*, 2002: 154–157.
- [10] Hayasaka N, Khankhavivone K, Miyanaga Y, et al. New robust speech recognition by using nonlinear running spectrum filter [C]. *International Symposium on Communications and Information Technologies*, 2006: 133–136.
- [11] Itakura F. Minimum prediction residual principle applied to speech recognition [J]. *IEEE Transactions on Acoustics, Speech and Signal Processing*, 1975, 23(1): 67–72.
- [12] Sakoe H, Chiba S. Dynamic programming algorithm optimization for spoken word recognition [J]. *IEEE Transactions on Acoustics, Speech and Signal Processing*, 1978, 26(1): 43–49.
- [13] Huang X D, Ariki Y, Jack M A. Hidden Markov Models for Speech Recognition [D]. *Scotland: Edinburgh University Press*, 1990.
- [14] Han J Q, Han M, Gao W. Channel compensation for robust telephone speech recognition [C]. In: *IEEE TENCON1997*, 1997: 169–172.
- [15] Viikki O, Bye D, Laurila K. A recursive feature vector normalization approach for robust speech recognition in noise [C]. In: *ICASSP98*, 1998: 733–736.

(上接第 148 页)