

ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МИКРО- И НАНОТЕХНОЛОГИЙ И ОПТОЭЛЕКТРОНИКИ

УДК 549.086.14; 538.911

СКАЛЫВАНИЕ ТВЁРДЫХ ПЛЁНОК СУБМИКРОННОЙ ТОЛЩИНЫ КАК МЕТОД ИЗГОТОВЛЕНИЯ ПОПЕРЕЧНЫХ СРЕЗОВ ГЕТЕРОСТРУКТУР ДЛЯ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ МИКРОСКОПИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ

© А. Б. Воробьев, А. К. Гутаковский, В. Я. Принц

*Институт физики полупроводников им. А. В. Ржанова СО РАН,
630090, г. Новосибирск, просп. Академика Лаврентьева, 13
E-mail: alex@isp.nsc.ru*

Подробно описан метод препарирования, позволяющий получить бездефектные поперечные срезы гетероструктур для просвечивающей электронной микроскопии и обеспечивающий достижение атомного разрешения на большой площади. Метод проиллюстрирован примерами изучения гетерограниц сложной формы, селективного окисления и селективного травления сверхрешёток.

Ключевые слова: просвечивающая электронная микроскопия, атомное разрешение, свободная тонкая плёнка, поперечный срез, хрупкая трещина, скалывание.

DOI: 10.15372/AUT20240401

EDN:BWZZVU

Введение. В настоящее время просвечивающая электронная микроскопия высокого разрешения (ПЭМВР) является единственным прямым методом наблюдения дефектов кристаллической структуры и оценки структурного совершенства гетерограниц в атомном масштабе. Успех исследований методом ПЭМВР в значительной мере определяется приготовлением качественного образца. Для получения атомного разрешения необходимо утонение образца до 30–500 Å. Ниже перечислены основные способы утонения образцов, применяемые в просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) [1, 2].

1. Химическое травление. Применяется для получения образцов из однородных материалов, но редко используется при изучении поперечного сечения гетероструктур из-за различной скорости травления разных слоёв.

2. Электролитическая полировка. Применима для проводников.

3. Механическая полировка. Непригодна для получения атомного разрешения.

4. Литография и последующее ионное травление. Позволяет утонить образец в заранее заданных местах, но требует дорогостоящего оборудования, поэтому применяется лишь в исключительных случаях, например для контроля готового прибора.

5. Ультрамикротомия. Пригодна для изучения поперечного сечения пластичных материалов. В хрупких материалах вызывает образование множества дефектов.

6. Скалывание вдоль плоскостей спайности. Даёт бездефектные образцы, но с очень малой площадью области, прозрачной для электронного пучка.

7. Ионное травление. Наиболее широко применяемый в настоящее время способ утонения. Пригоден для различных материалов, допускает исследование как поперечного сечения, так и плоскости образца. Может привести к возникновению следующих артефактов: — шероховатость и огрубление поверхности;

- различная скорость травления разных слоёв в гетероструктуре;
- разделение полупроводниковых соединений на отдельные компоненты;
- радиационные повреждения, вызывающие аморфизацию приповерхностного слоя, что часто наблюдается в полупроводниковых соединениях A_3B_5 и, особенно, A_2B_6 . Снижение энергии ионов и охлаждение образца в процессе травления уменьшает вероятность образования дефектов.

В научной литературе часто встречаются различные комбинации вышеперечисленных способов утонения образцов для решения частных задач [3–5].

Методика малоуглового скалывания [2] позволяет преодолеть многие недостатки стандартных методов и получить достаточно тонкие поперечные срезы для ПЭМ. Скалывание даёт наиболее чистые поверхности образца, покрытые только естественным окислом. Однако толщина образца, полученного скалыванием исследуемой структуры вместе с подложкой, как правило, слишком велика для получения атомного разрешения. Излишние механические напряжения, необходимые для раскалывания толстой подложки, вызывают повреждения образца вблизи поверхностей скола, вплоть до обламывания наиболее тонкой части клина, которая представляет наибольший интерес. Эта трудность может быть преодолена утонением скалываемого образца. Известно, что именно в тонких монокристаллических плёнках (1 мкм и меньше для GaAs) возможно контролируемое распространение хрупких трещин, ширина которых (после снятия нагрузки) составляет несколько нанометров [6].

Целью данной статьи является подробное описание разработанного нами метода скалывания свободных тонких плёнок для получения качественных образцов для изучения поперечного сечения гетероструктур методом ПЭМВР, в краткой форме опубликованного ранее [7]. Толщина этих образцов постепенно уменьшается до нескольких монослоёв, отсутствуют повреждения при препарировании и нерегулярный рельеф поверхностей. Для образцов с постепенно уменьшающейся толщиной возможно сравнение изображений от областей с различной просвечиваемой толщиной для оценки несовершенств и однородности их распределения. Методика иллюстрируется на примерах сверхрешёток GaAs/AlAs (311)A и (100). Гетероструктуры, выращенные на высокоиндексных поверхностях, могут иметь ступенчатые гетерограницы, поэтому для их характеристики требуется исследование методом ПЭМВР в различных направлениях. В представленной работе показана возможность получения соответствующих образцов скалыванием тонкой плёнки в заданных направлениях, что едва ли возможно для образцов с толстой подложкой. Изображения кристаллической структуры были получены с помощью высокоразрешающего просвечивающего электронного микроскопа JEM-4000EX (JEOL) с ускоряющим напряжением 400 кВ и предельным разрешением 1,6 Å.

Контролируемое разрезание свободных плёнок хрупкими трещинами. Приготовление тонких поперечных срезов для ПЭМВР включает три операции: 1) получение тонкой свободной плёнки с исследуемой структурой; 2) скалывание плёнки вдоль заданных направлений; 3) монтаж сколотого образца в требуемой ориентации.

Для освобождения тонкой плёнки, содержащей гетероструктуру GaAs/AlAs, от связи с подложкой использовались два варианта селективного жидкостного травления:

1. Методика lift-off [8] (селективное вытравливание жертвенного слоя AlAs травителем на основе плавиковой кислоты). Из-за сильной зависимости скорости латерального травления от толщины травящегося слоя можно получать свободные тонкие плёнки, содержащие слои AlAs, если толщины этих слоёв заметно меньше толщины жертвенного слоя (в нашем случае — 20 и 100 Å соответственно).

2. Удаление подложки GaAs (шлифовкой до толщины ~100 мкм, затем жидкостным травлением до стоп-слоя AlAs в селективном травителе на основе лимонной кислоты [9],

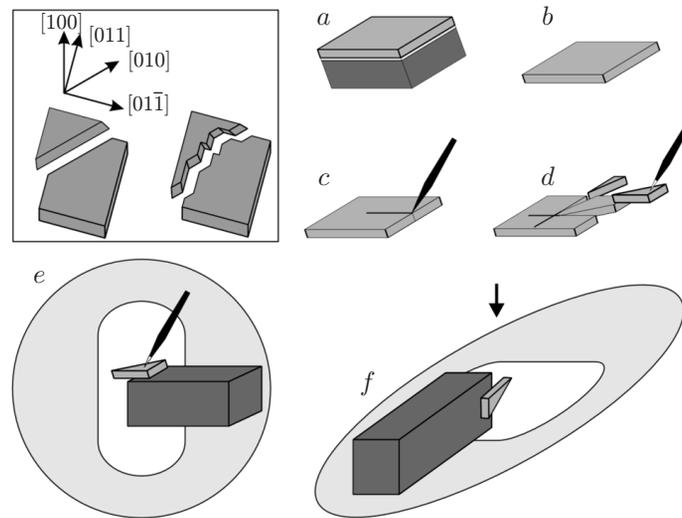


Рис. 1. Последовательность операций при препарировании образца: *a* — исходная гетероструктура; *b* — тонкая плёнка, отделённая от подложки; *c* — введение в плёнку хрупких трещин металлическим индентором; *d* — манипулирование выколотым образцом; *e* — приклеивание образца на брусок, предварительно закреплённый на стандартном медном кольце; *f* — окончательный вид образца (стрелкой обозначено направление электронного пучка микроскопа). На вставке в левом верхнем углу показаны варианты скалывания плёнок с ростовой ориентацией (100): с плоской и ступенчатой поверхностями расщепления

верхняя и боковые поверхности образца при этом были защищены слоем химически стойкого лака).

Второй вариант более универсален, так как позволяет получать свободные тонкие плёнки, состоящие из слоёв различных материалов, вне зависимости от того, травятся они используемым раствором или нет, но требует большей осторожности, поскольку селективность используемого травителя на несколько порядков меньше, чем в первом случае.

Применение неселективных травителей для получения свободных плёнок нежелательно, так как неизбежные неоднородности травления создают на поверхности плёнки рельеф, высота которого сравнима с толщиной плёнки. Наличие развитого рельефа поверхности затрудняет скалывание плёнки в выбранных направлениях.

Толщина полученных свободных плёнок составляла (для различных структур) от 0,5 до 2 мкм, а их площадь — 10–20 мм². Снятые плёнки помещались на сапфировую пластину. Скалывание выполнялось под оптическим микроскопом. Индентором — вольфрамовой иглой — в плёнку вводились хрупкие трещины. Индентор перемещался с помощью микрометрических винтов. Нагрузка на индентор увеличивалась достаточно медленно для визуального наблюдения за распространением трещин. Как правило, направление распространения трещин соответствовало скалыванию по плоскостям спайности {110}. В зависимости от направления приложенной разрушающей силы трещины были либо совершенно прямыми на расстоянии более 1 мм (а соответствующие поверхности скола — плоскими), либо изогнутыми (а поверхности скола — ступенчатыми), как показано на вставке на рис. 1.

Создание ступенчатых поверхностей скола позволяет уменьшить средний угол клина. Последнее весьма желательно, если велик угол клина, образованного плоскостями {110} (45° для (100)-образцов). Выкалывались образцы для исследования методом ПЭМВР в ортогональных направлениях $[233]$ и $[011]$ (для ориентации (311)A), $[011]$ и $[01\bar{1}]$ (для ори-

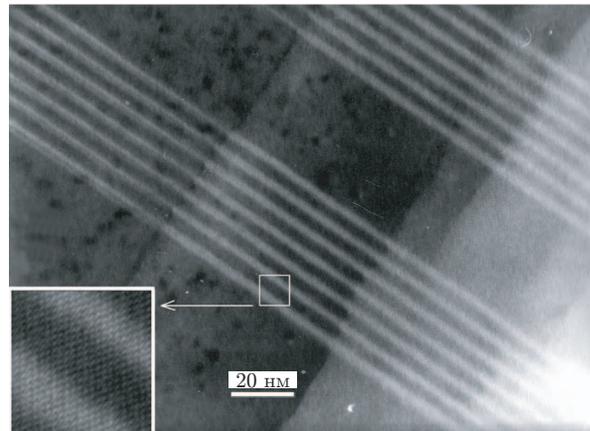


Рис. 2. ПЭМВР-изображение сверхрешётки GaAs/AlAs (100) в направлении $[01\bar{1}]$ при малом увеличении. Светлые полосы — слои AlAs, тёмные — GaAs. Атомное разрешение достигается на всей показанной площади образца. На вставке в левом нижнем углу показан фрагмент изображения при большем увеличении. Видно несколько семейств атомных плоскостей

ентации (100)). Типичная длина выколотого образца составляла 50–200 мкм. Образцы приклеивались проводящим клеем на стандартное кольцо в нужной ориентации. Для манипуляции образцом использовалась вощёная игла. Для облегчения ориентации образца применялось кольцо с предварительно приклеенным кусочком подложки GaAs в форме прямоугольного параллелепипеда (см. рис. 1). Для подготовки нескольких образцов в различной ориентации требуется кусок исследуемой структуры площадью не более нескольких квадратных миллиметров.

На рис. 2 иллюстрируется возможность приготовления с помощью предложенной методики тонких поперечных срезов, которые обеспечивают получение атомного разрешения на большой площади. Резкие изменения контраста связаны со ступенчатым изменением толщины образца. Отсюда следует, что террасирование поверхностей скола, возникающих при распространении изогнутых трещин, сохраняется вплоть до наномасштаба. Другое важное преимущество образцов со ступенчатыми поверхностями — наличие больших участков с параллельными верхней и нижней поверхностями.

Исследование латерального окисления и селективного травления слоёв в сверхрешётках GaAs/AlAs. Современная твердотельная нанотехнология имеет дело с многослойными гетероструктурами, толщина слоёв в которых составляет лишь несколько постоянных решётки. Ключевым моментом изготовления микроэлектромеханических систем является создание нанометровых зазоров между её частями [10]. Большое количество предложенных вариантов создания приборов оптоэлектроники и микромеханики основано на селективном травлении и/или окислении отдельных слоёв в таких структурах. Химические процессы в узких каналах, толщина которых сравнима с размерами молекул реагирующих веществ, должны существенно отличаться от реакций в объёме. Исследование таких процессов весьма важно для улучшения существующих и разработки новых методов наноструктурирования. В данной работе показана возможность прямого получения информации о процессах окисления и селективного травления в наномасштабе методом ПЭМВР на образцах, полученных скалыванием свободных тонких плёнок.

Электронно-микроскопическое изображение (на просвет) сверхрешётки GaAs/AlAs (311)A в направлении $[\bar{1}21]$ показано на рис. 3, а. Тёмные полосы соответствуют слоям GaAs, светлые — AlAs. Хорошо виден ряд монокристаллических «отростков» GaAs на

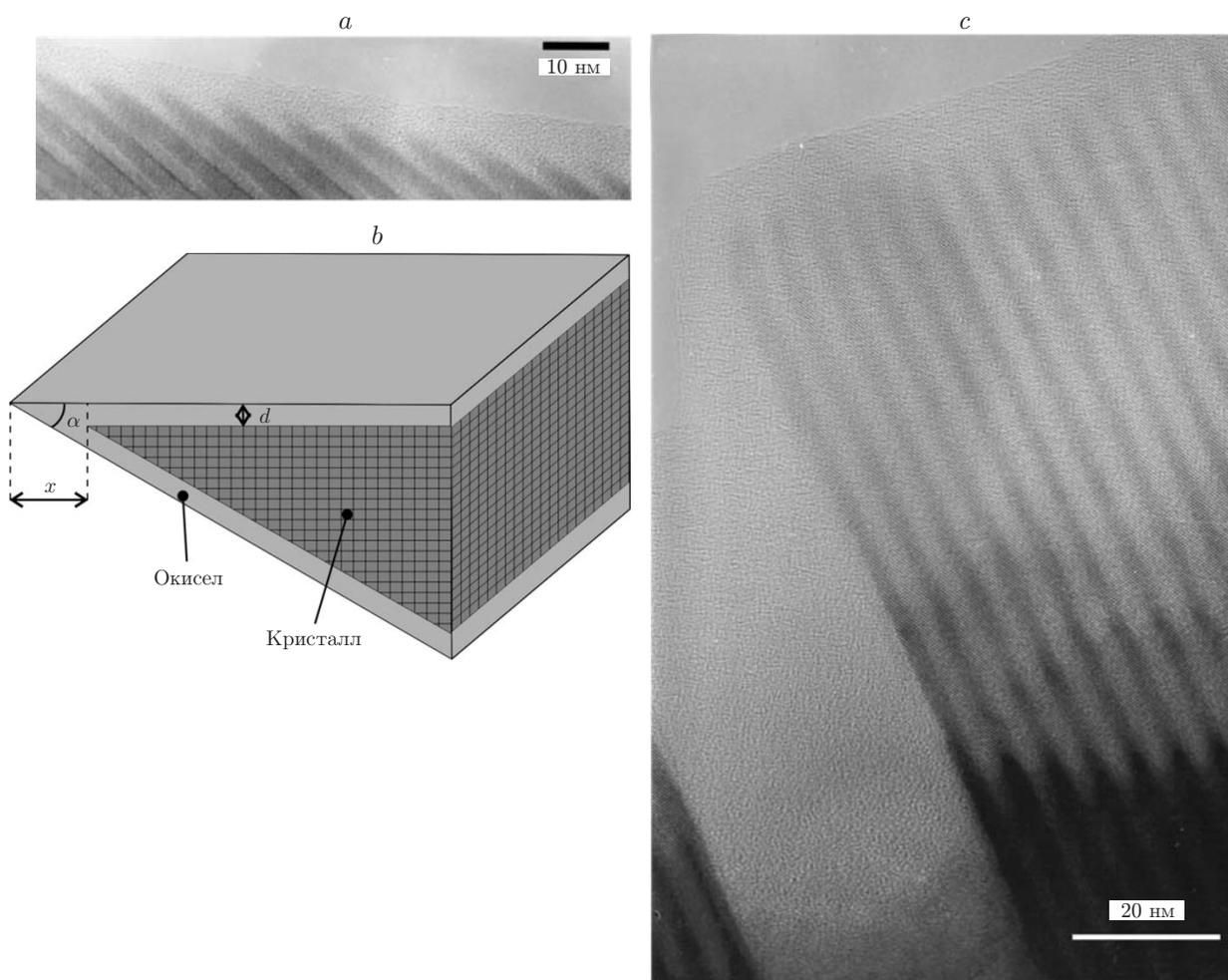


Рис. 3. Латеральное окисление в сверхрешётках GaAs/AlAs: *a* — ПЭМВР-изображение сверхрешётки GaAs/AlAs (311)A в направлении $[\bar{1}21]$; *b* — схематичное изображение слоя окисла на клиновидном образце; *c* — ПЭМВР-изображение сверхрешётки GaAs/AlAs (311)A в направлении $[01\bar{1}]$. Тёмные полосы соответствуют слоям GaAs, светлые — AlAs

краю образца, образовавшихся из-за более быстрого окисления слоёв AlAs (по сравнению с GaAs) после скалывания и разделённых слоями окисла AlAs. Наблюдаемая толщина окисла x на краю образца заметно превышает реальную толщину d , причём расхождение тем больше, чем меньше угол α при вершине клиновидного образца (рис. 3, *b*). Эти величины связаны соотношением $d = x \operatorname{tg}(\alpha/2)$. Угол клина в образце на рис. 3, *a* приблизительно равен $30\text{--}35^\circ$ (точное значение для угла между соответствующими кристаллографическими плоскостями — $33,5^\circ$). Наблюдаемая толщина окисла GaAs составляет от 40 до 60 Å, что соответствует реальной толщине 11–16 Å. На рис. 3, *c* представлено изображение сверхрешётки GaAs/AlAs (311)A в направлении $[01\bar{1}]$. Угол клина в этом образце был оценён в $15\text{--}20^\circ$ (точное значение угла между плоскостями — $16,8^\circ$). Наблюдаемая толщина окисла GaAs равна 65–95 Å, что соответствует реальной толщине 9–13 Å. Таким образом, средняя толщина окисла на сколотой поверхности GaAs $\{110\}$ после 1–5 дней хранения на воздухе составляет около 12 Å. Глубина латерального окисления слоя AlAs (определяемая как расстояние от края образца до области, в которой видны атомные плоскости) приблизи-

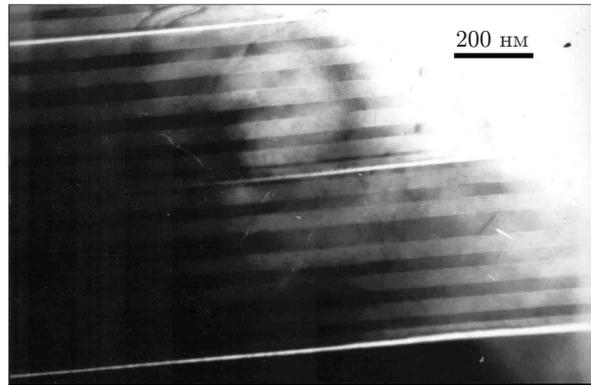


Рис. 4. Электронно-микроскопическое изображение (на просвет) многослойной гетероструктуры GaAs/AlAs после травления в разбавленной плавиковой кислоте. Тёмные полосы — слои GaAs, светлые — AlAs. Три белые полосы — протравы в толстых слоях AlAs

тельно равна его удвоенной толщине как для тонких слоёв (толщиной 30 \AA), так и для слоя толщиной 350 \AA . Интересно, что тонкий (20 \AA) слой GaAs, прилегающий к толстому окисленному слою AlAs на протяжении $\sim 0,1 \text{ мкм}$, сам не проявляет никаких следов окисления. Граница между слоями GaAs и естественного окисла AlAs — атомно-резкая с шириной переходной области не более одного монослоя, в отличие от границы раздела между GaAs и AlAs, окисленным при высокой температуре во влажной атмосфере. Ширина переходной области в последнем случае составляла около 2 нм [11].

Наши наблюдения слоёв AlAs, окисленных латерально, противоречат результатам исследования методом атомно-силовой микроскопии роста окисла на сколотой поверхности $[01\bar{1}]$ многослойной гетероструктуры GaAs/ $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ ($0,12 < x < 0,72$) [12]. В последней работе утверждается, что латеральное окисление такой гетероструктуры приводит к увеличению объёма окисленного материала и выпячиванию слоёв AlGaAs относительно соседних слоёв GaAs, причём этот эффект тем больше, чем больше молярная доля алюминия. В наших структурах ничего подобного не наблюдалось даже в слоях чистого AlAs. Это противоречие связано, возможно, с различиями в методике приготовления образцов. Скалывание образцов на толстой подложке [12] требует больших механических напряжений, которые могли привести к пластической деформации и вытягиванию слоёв AlGaAs; вытянутые отростки затем быстро окислялись на воздухе.

На рис. 4 представлено изображение многослойной гетероструктуры GaAs/AlAs после травления в разбавленной плавиковой кислоте. Гетероструктура состояла из нескольких сверхрешёток GaAs/AlAs с номинальными толщинами слоёв 30 и 20 \AA соответственно и трёх более толстых слоёв AlAs с толщинами (снизу вверх) 180 , 40 и 200 \AA . Клиновидный образец, приготовленный по вышеописанной методике, был погружён в травитель, состоящий из плавиковой кислоты и изопропилового спирта (в соотношении $1 : 1$) на 30 с, затем промыт изопропиловым спиртом и немедленно установлен в колонну просвечивающего электронного микроскопа. Три хорошо заметные белые полосы на рис. 4 — протравы в толстых слоях AlAs. В более тонких слоях AlAs отсутствуют следы травления. Следовательно, для латерального жидкостного травления существует критическая толщина слоя AlAs, лежащая в интервале от 20 до 40 \AA . При толщине слоя меньше критической травление невозможно, если не принимать мер по отгибанию плёнки и облегчению доступа травителя и отвода продуктов реакции.

Морфология поверхности GaAs (311)A и гетерограниц GaAs/AlAs (311)A.

Интерес к эпитаксиальному росту на поверхности GaAs (311)A возрос после появления сообщений о возможности прямого формирования на ней упорядоченного массива квантовых проволок непосредственно в процессе молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) [13–15]. На основании данных, полученных методами дифракции быстрых электронов (ДБЭ) и ПЭМВР, утверждалось, что поверхность GaAs (311)A при типичных для МЛЭ условиях роста расщепляется на систему фасеток $\{331\}$. В результате на поверхности возникает система траншей, направленных вдоль $[\bar{2}33]$, глубиной 10,2 Å и периодом 32 Å вдоль $[01\bar{1}]$. Эта гофрировка поверхности сохраняется при гомоэпитаксиальном росте (GaAs на GaAs или AlAs на AlAs). При гетероэпитаксиальном росте (AlAs на GaAs или GaAs на AlAs) происходят заполнение траншей гетероэпитаксиальными атомами при осаждении в среднем трёх монослоёв материала и восстановление их при осаждении ещё трёх монослоёв. Полный цикл соответствует, следовательно, осаждению шести монослоёв, т. е. глубина вновь сформированных траншей составила 10,2 Å (толщина одного монослоя на поверхности (311) равна $a_{311} = 1,7$ Å). Возникшая поверхность в точности повторяет форму исходной, за единственным исключением: она сдвинута на половину периода, т. е. ступени новой поверхности расположены над траншеями исходной.

К сожалению, этот результат не удалось воспроизвести другим группам исследователей. При изучении оптических свойств одиночных квантовых ям GaAs/AlGaAs (311)A упоминалось об отсутствии гофрировки гетерограниц по данным ПЭМВР (изображения не приводились) [16]. Плоские гетерограницы были обнаружены и при ПЭМ-исследованиях сверхрешёток GaAs/AlAs (311)A [17]. Проводилось сравнение структурного совершенства сверхрешёток GaAs/AlAs, выращенных в одном процессе МЛЭ на подложках GaAs (100), (311)A и (311)B, с помощью рентгенодифракционного анализа и просвечивающей электронной микроскопии [18]. По данным ПЭМ, гетерограницы GaAs/AlAs (311) имеют большую резкость, чем (100). Исследовались поперечные сечения сверхрешёток лишь в направлении $[01\bar{1}]$, т. е. предполагаемая гофрировка не могла бы быть обнаружена.

Интересные особенности ростовой поверхности GaAs (311)A были обнаружены с помощью сканирующей туннельной микроскопии (СТМ). Исследование ростовой поверхности GaAs (311)A методом *in situ* СТМ показало наличие на ней реконструкции (8×1) с периодом 32 Å в направлении $[01\bar{1}]$, но высотой лишь 3,4 Å (2 монослоя) [19]. При этом была обнаружена характерная особенность ростовой поверхности GaAs (311)A — анизотропная шероховатость: ступени высотой до 5 монослоёв ориентированы вдоль направления $[\bar{2}33]$. Сходные результаты получены в другом исследовании методом *in situ* СТМ: обнаружены реконструкция (8×1) ростовой поверхности GaAs (311)A и высокая анизотропия ступеней на ней [20]. Ступени вдоль направления $[\bar{2}33]$ — прямые и ровные на протяжении более 2000 Å, но на ступенях вдоль $[01\bar{1}]$ расстояние между изломами меньше 100 Å. В то же время *ex situ* СТМ-исследование поверхности GaAs (311)A не обнаружило какой-либо упорядоченной реконструкции [21].

Ранее мы показали, используя метод ПЭМВР, что для сверхрешёток GaAs/AlAs (311)A характерен аперриодичный волнообразный рельеф гетерограниц глубиной до 6 монослоёв (10,2 Å) [22]. Его особенностью является резкая анизотропия — гребни ориентированы вдоль направления $[\bar{2}33]$, характерный латеральный размер в направлении $[01\bar{1}]$ составляет сотни ангстрем. При этом слои GaAs и AlAs существенно различаются по характеру гофрировки. Изменения толщины слоёв GaAs в направлении $[01\bar{1}]$ достигают 12 монослоёв (20,4 Å), что при малой средней толщине слоя (≈ 20 Å) приводит к образованию аперриодичных проволокоподобных структур, ориентированных вдоль направления $[\bar{2}33]$. В то же время изменения толщины слоёв AlAs составляют не более трёх монослоёв (5,1 Å), а форма рельефа верхней границы слоя повторяет форму рельефа нижней. Вероятно, именно эта крупномасштабная аперриодичная гофрировка является причиной анизотропии элек-

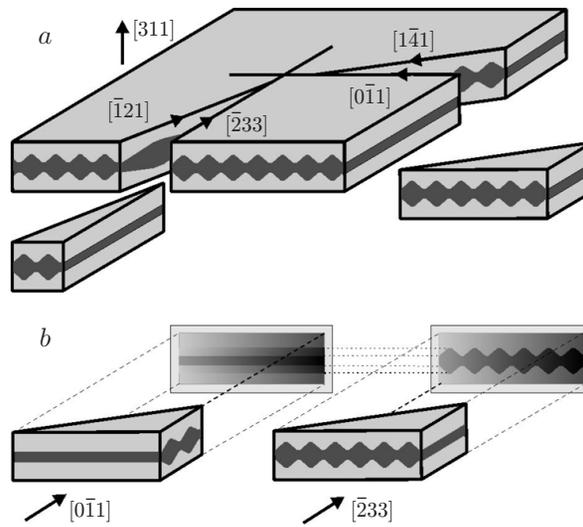


Рис. 5. Схематичное изображение приготовления поперечных срезов для изучения морфологии гетерограниц GaAs/AlAs (311)A: *a* — разрезание хрупкими трещинами тонкой (<1 мкм) плёнки, содержащей исследуемую сверхрешётку (стрелками показаны направления введения трещин для разрезания плёнки по плоскостям спайности $\{110\}$); *b* — получение изображений поперечного сечения исследуемой сверхрешётки в ортогональных направлениях методом просвечивающей электронной микроскопии (стрелками показано направление электронного пучка). При наблюдении в направлении, вдоль которого толщина слоёв флуктуирует ($[01\bar{1}]$), гетерограницы выглядят плоскими и размытыми. При наблюдении в направлении, в котором толщина слоёв постоянна ($[\bar{2}33]$), гетерограницы выглядят более резкими, а их наблюдаемая форма гофрировки отражает реальные размеры гофрировки слоёв

трофизических свойств, характерной для сверхрешёток GaAs/AlAs (311)A [23]. Тем не менее в научной литературе по-прежнему встречаются утверждения о наличии фасетирования поверхности GaAs (311)A с периодом 32 \AA [24]. Поэтому в данной работе мы детально сравниваем модель [13] с нашими результатами, полученными на поперечных срезах сверхрешёток GaAs/AlAs (311)A в ортогональных направлениях (рис. 5).

На рис. 6 представлено электронно-микроскопическое изображение (на просвет) поперечного сечения сверхрешётки GaAs/AlAs (311)A в направлении $[\bar{2}33]$. Хорошо виден рельеф на гетерограницах высотой до 10 \AA . Прямая (AlAs на GaAs) и инвертированная (GaAs на AlAs) гетерограницы имеют одинаковую резкость. Слои GaAs сильно модулированы по толщине, в то время как толщина слоёв AlAs почти постоянна. Изменения толщины слоёв GaAs составляют до 20 \AA , типичное расстояние между максимумами толщины в направлении $[01\bar{1}]$ — сотни ангстрем. Флуктуации с латеральным размером $60\text{--}100 \text{ \AA}$ встречаются реже, амплитуда таких флуктуаций меньше. Так как наблюдаемая форма и резкость гетерограниц не меняются при увеличении просвечиваемой толщины образца от десятков до сотен ангстрем в направлении $[\bar{2}33]$, можно заключить, что рельеф гетерограниц хорошо ориентирован вдоль этого направления. Лишь при увеличении толщины образца до нескольких тысяч ангстрем на электронно-микроскопических изображениях в направлении $[\bar{2}33]$ характерный рельеф гетерограниц исчезает, что позволяет оценить его размер в этом направлении. Таким образом, характерные размеры рельефа гетерограниц GaAs/AlAs (311)A равны: $\leq 10 \text{ \AA}$ в направлении $[311]$, $\sim 100 \text{ \AA}$ в направлении $[01\bar{1}]$, $\sim 1000 \text{ \AA}$ в направлении $[\bar{2}33]$.

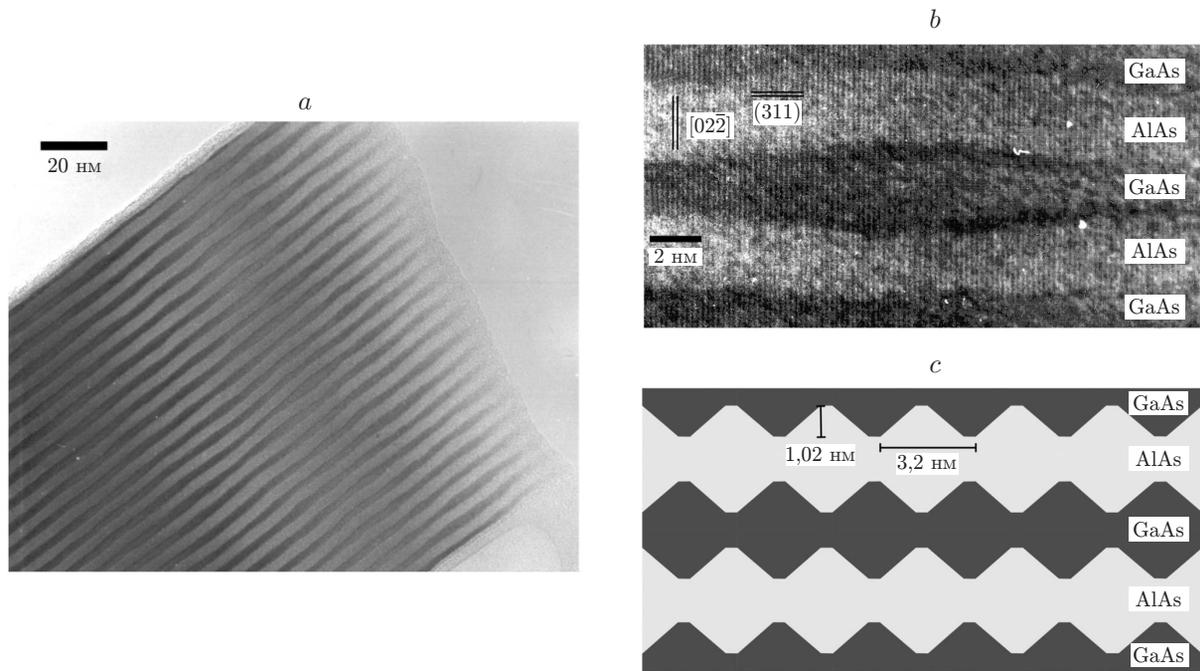


Рис. 6. Поперечное сечение сверхрешёток GaAs/AlAs (311)A: *a* — ПЭМВР-изображение сверхрешётки GaAs/AlAs (311)A в направлении $[\bar{2}33]$ (тёмные полосы соответствуют слоям GaAs, светлые — AlAs); *b* — фрагмент экспериментального изображения поперечного сечения сверхрешётки GaAs/AlAs (311)A в направлении $[\bar{2}33]$ (толщина слоя GaAs изменяется на 20 \AA при постоянной толщине соседних слоёв AlAs, наблюдаются атомные плоскости (311) с межплоскостным расстоянием $1,7 \text{ \AA}$ и $[02\bar{2}]$ с межплоскостным расстоянием 2 \AA); *c* — схематичное изображение фрагмента тех же размеров в модели [13]. Масштаб рисунков *b* и *c* одинаковый

Изображение поперечного сечения сверхрешётки GaAs/AlAs (311)A в направлении $[01\bar{1}]$ (см. рис. 3, *c*) существенно отличается от изображения в направлении $[\bar{2}33]$ (рис. 6, *a*). При наблюдении в направлении $[01\bar{1}]$ электронный луч в области гетерограницы вследствие её гофрировки проходит как через GaAs, так и через AlAs. Поэтому гетерограницы выглядят плоскими и существенно менее резкими, чем в направлении $[\bar{2}33]$. Сравнивая полученные данные с моделью гетероэпитаксиального роста на поверхности GaAs (311)A, предложенной в [13], отметим, что в исследованной сверхрешётке изменения толщины слоёв GaAs также достигают 12 монослоёв и рельеф гетерограниц хорошо ориентирован вдоль направления $[\bar{2}33]$, но практически отсутствуют модуляция толщины слоёв AlAs и, что наиболее существенно, латеральный период 32 \AA на гетерограницах (см. рис. 6).

Заключение. Разработан метод приготовления поперечных срезов эпитаксиальных плёнок для просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения. В основе метода лежит контролируемое разрезание свободных плёнок хрупкими трещинами. Созданные образцы имеют толщину, постепенно уменьшающуюся до нескольких монослоёв, позволяют получить атомное разрешение на большой площади ($\sim 0,1 \text{ мкм}^2$), не загрязнены дефектами при препарировании. Метод применим для различных твердотельных материалов, в том числе радиационно нестойких (HgCdTe), которые не могут быть препарированы обычно применяемым ионным травлением.

Финансирование. Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ. Исследования методом ПЭМВР проводились на оборудовании Центра коллективного пользования «Наноструктуры» ИФП СО РАН в рамках проекта Российского научного фонда (№ 19-72-30023).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Томас Г., Гориндж М. Дж.** Просвечивающая электронная микроскопия материалов. Пер. с англ. и под ред. Б. К. Вайнштейна. М.: Наука, 1983. 317 с.
2. **McCaffrey J. P.** Small-angle cleavage of semiconductors for transmission electron microscopy // *Ultramicroscopy*. 1991. **38**, Iss. 2. P. 149–157.
3. **Sabinina I. V., Gutakovsky A. K.** Preparation of TEM samples from compound semiconductors by chemomechanical polishing // *Ultramicroscopy*. 1992. **45**, Iss. 3–4. P. 411–415.
4. **Kawasaki M., Yoshioka T., Shiojiri M.** A new specimen preparation method for cross-section TEM using diamond powders // *Microscopy*. 1999. **48**, Iss. 2. P. 131–137.
5. **Kallstenius T.** Sample preparation of InGaAsP/InP-based lasers for plan-view transmission electron microscopy using selective chemical thinning // *Journ. Electrochem. Soc.* 1999. **146**, N 2. P. 758–760.
6. **Prinz V. Ya., Seleznev V. A., Gutakovsky A. K.** Novel technique for fabrication of one- and two-dimensional systems // *Surf. Sci. Soc.* 1996. **361–362**. P. 886–889.
7. **Vorob'ev A. B., Gutakovsky A. K., Prinz V. Ya.** Cleavage of thin films for X-HREM study of interface quality in heterostructures // *Journ. Cryst. Growth*. 2000. **210**, Iss. 1–3. P. 182–186.
8. **Yablonovitch E., Gmitter T., Harbison J. P., Bhat R.** Extreme selectivity in the lift-off of epitaxial GaAs films // *Appl. Phys. Lett.* 1987. **51**, Iss. 26. P. 2222–2224.
9. **Carter-Coman C., Bicknell-Tassius R., Benz R. G. et al.** Analysis of GaAs substrate removal etching with citric acid: H_2O_2 and $NH_4OH:H_2O_2$ for application to compliant substrates // *Journ. Electrochem. Soc.* 1997. **144**, Iss. 2. P. L29–L31.
10. **Соколов А. А., Иванов С. Д.** Двумерные электромеханические волны в МЭМС-структурах с нанозором // *Автометрия*. 2023. **59**, № 3. С. 19–23. DOI: 10.15372/AUT20230303.
11. **Takamori T., Takemasa K., Kamijoh T.** Interface structure of selectively oxidized AlAs/GaAs // *Appl. Phys. Lett.* 1996. **69**, Iss. 5. P. 659–661.
12. **Reinhardt F., Dwir B., Kapon E.** Oxidation of GaAs/AlGaAs heterostructures studied by atomic force microscopy in air // *Appl. Phys. Lett.* 1996. **68**, Iss. 22. P. 3168–3170.
13. **Nötzel R., Ledentsov N. N., Däweritz L. et al.** Direct synthesis of corrugated superlattices on non-(100)-oriented surfaces // *Phys. Rev. Lett.* 1996. **67**, Iss. 27. P. 3812–3815.
14. **Nötzel R., Ledentsov N. N., Däweritz L. et al.** Semiconductor quantum-wire structures directly grown on high-index surfaces // *Phys. Rev. B*. 1992. **45**, Iss. 7. P. 3507–3515.
15. **Ledentsov N. N., Litvinov D., Rosenauer A. et al.** Interface structure and growth mode of quantum wire and quantum dot GaAs-AlAs structures on corrugated (311)A surfaces // *Journ. Electron. Mater.* 2001. **30**, Iss. 5. P. 463–470.
16. **Brandt O., Kanamoto K., Tokuda Y. et al.** Optical properties of a high-quality (311)-oriented GaAs/Al_{0.33}Ga_{0.67}As single quantum well // *Phys. Rev. B*. 1993. **48**, Iss. 23. P. 17599–17602.
17. **Hsu Y., Wang W. I., Kuan T. S.** Molecular-beam epitaxial GaAs/AlAs superlattices in the (311) orientation // *Phys. Rev. B*. 1994. **50**, Iss. 7. P. 4973–4975.
18. **Hsu Y., Wang W. I., Kuan T. S.** Study of interface abruptness of molecular beam epitaxial GaAs/AlAs superlattices grown on GaAs (311) and (100) substrates // *Journ. Vac. Sci. Technol.* 1996. **14**, Iss. 3. P. 2286–2289.

19. **Wassermeier M., Sudijono J., Johnson M. D. et al.** Reconstruction of the GaAs (311)A surface // Phys. Rev. B. 1995. **51**, Iss. 20. P. 14721–14724.
20. **Geelhaar L., Márquez J., Jacobi K.** Step structure on GaAs(113)A studied by scanning tunneling microscopy // Phys. Rev. B. 1999. **60**, Iss. 23. P. 15890–15895.
21. **Moriarty P., Ma Y.-R., Dunn A. W. et al.** Absence of long-range ordered reconstruction on the GaAs(311)A surface // Phys. Rev. B. 1997. **55**, Iss. 23. P. 15397–15400.
22. **Vorob'ev A. B., Gutakovsky A. K., Prinz V. Ya. et al.** Interface corrugation in GaAs/AlAs (311)A superlattices // Appl. Phys. Lett. 2000. **77**, Iss. 19. P. 2976–2978.
23. **Panaev I. A., Prinz V. Ya., Vorob'ev A. B. et al.** Transport properties of AlAs/GaAs multilayer structures grown on (311)A GaAs substrates // Inst. Phys. Conf. Ser. 1997. **155**. P. 113–116.
24. **Володин В. А.** Анизотропия фонон-плазмонных мод в сверхрешетках GaAs/AlAs (311) // Физика твердого тела. 2011. **53**, № 2. С. 377–379.

Поступила в редакцию 22.05.2024

После доработки 11.06.2024

Принята к публикации 05.07.2024
