

## Technology of formation of InSb nanowires in porous matrices of anodic aluminum oxide

<sup>1</sup>Bozhev I.V., <sup>2</sup>Gorokh G.G., <sup>2</sup>Lozovenko A.A., <sup>1</sup>Napolskii K.S.,  
<sup>3</sup>Obukhov I.A., <sup>2</sup>Poznyak A.A., <sup>1,3</sup>Smirnova E.A.

<sup>1</sup>Moscow State University n.a. M.V. Lomonosov,  
Moscow, 119991, Russian Federation  
el\_smirnova@systemres.ru

<sup>2</sup>Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics,  
220013, Republic of Belarus

<sup>3</sup>Research & Development Organization "Sinergetika",  
Moscow, 115419, Russian Federation

**Abstract:** Several methods for the formation of matrices of indium antimonide nanowires in the pores of anodic aluminum oxide on a gold substrate are presented. Advantages and disadvantages of applying contact groups for creating devices using collective effects in matrices are described.

**Keywords:** indium antimonide, nanowire, gold substrate, contacts, matrix, deposition technology.

## Технология формирования нанопроводов антимонида индия в пористых матрицах анодного оксида алюминия

<sup>1</sup>Божьев И.В., <sup>2</sup>Горох Г.Г., <sup>2</sup>Лозовенко А.А.,  
<sup>1</sup>Напольский К.С., <sup>3</sup>Обухов И.А.,  
<sup>2</sup>Позняк А.А., <sup>1,3</sup>Смирнова Е.А.

<sup>1</sup>МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, 119991, Российская Федерация  
el\_smirnova@systemres.ru

<sup>2</sup>Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники,  
ул. П. Бровки, 6, Минск, 220013, Беларусь,  
gorokh@bsuir.by

<sup>3</sup>НПО «Синергетика», Москва, 115419, Российская Федерация  
i\_obukhov@nposinergy.ru

**Аннотация:** Представлены несколько способов формирования матриц нанопроводов из антимонида индия в порах анодного оксида алюминия на золотой под-

ложке. Описаны преимущества и недостатки нанесения контактных групп для создания устройств, использующих коллективные эффекты в матрицах.

**Ключевые слова:** антимонид индия, нанопровод, золотая подложка, контакты матрицы, технология осаждения.

## 1. Введение

Уникальные свойства антимонида индия (*InSb*) делают этот материал одним из целевых для электроники сверхвысоких частот, ориентированной на низкое энергопотребление [1,2]. Благодаря малой эффективной массе электронов проводимости, при комнатной температуре на электрические характеристики структур из *InSb* с размерами 60 нм и меньше существенно влияет размерное квантование [1,3].

Современные технологии позволяют формировать в регулярных порах матриц анодного оксида алюминия (АОА) нанопровода из *InSb* с диаметром от 30 нм [4,5,6,7,8]. Таким образом, имеется возможность использовать на практике размерное квантование энергии электронов в этих объектах.

Указанными свойствами можно воспользоваться для создания функциональных электронных устройств на основе нанопроводов из антимонида индия, таких как активные элементы генераторов терагерцового излучения, фоточувствительные приборы, локальные системы охлаждения, антенные решетки терагерцового диапазона частот.

## 2. Технология формирования матриц


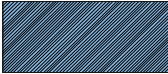
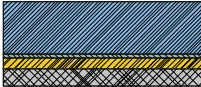
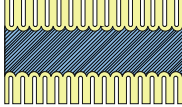
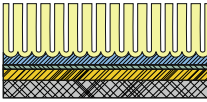


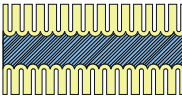
За рубежом активно исследуются методы создания планарных монокристаллических нанопроводов антимонида индия [7,9-12]. Их формируют на подложках объемного *InSb* или кремния при помощи селективной планарной эпитаксии, используя VLS (vapor-liquid-solid) механизм роста между «зародышами» из золота и других материалов. При этом электронная подвижность не всегда оказывается достаточно высокой, что обусловлено влиянием подложки на перенос заряда в нанопроводе.


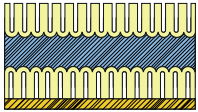




Нанопровода из *InSb* в матрицах АОА могут быть сформированы на различных подложках стеклянных, диэлектрических или полупроводниковых, а также на свободных мембранах и подложках из пористого оксида алюминия [4,5,6,7,8]. Диаметры пор в матрицах АОА и толщина самого оксида задаются заранее, исходя из технических требований к создаваемому устройству.

Методика приготовления матриц АОА, предназначенных для формирования в них нанопроводов, размер пор, а также технология синтеза проводящих каналов нанопроводов и материал контактов определяют свойства и характеристики матричных структур. Важную роль в функционировании приборов на основе матриц нанопроводов играют переходы между контактными областями и проводящим каналом. Использование золотых контактов даёт надежду на получение плотностей тока близких к значениям  $10^4 - 10^5$  А/см<sup>2</sup>, которые были рассчитаны в работе [1]. В таблице 1 схематично показаны последовательности технологических процессов формирования нанопроводов *InSb* в порах тонких матриц АОА с золотым подслоем на кремниевых подложках и в нанопористых подложках из АОА.

Табл. 1. Технология формирования матриц

Table 1. Technology of matrix formation

Иллюстрация	Описание этапа	Иллюстрация	Описание этапа
	Подготовка КДБ подложки: обработка плавиковой кислотой, радиочастотная чистка в плазме аргона		Подготовка алюминиевой фольги $h=100$ мкм, терморихтовка, очистка от жиров и загрязнений, электрохимическая полировка
	Магнетронное напыление пленки Ti – 5 нм, Au – 50 нм, Al – 1 мкм		1 стадия анодирования создание «жертвенного» слоя АОА 0,3М растворе щавелевой кислоты, $E_a = 40$ В. На глубину 5 мкм
	Анодирование алюминия в 0,3М растворе щавелевой кислоты, температура электролита 6-8°C, с перемешиванием. $E_a = 40$ В. Диаметр пор 30 нм, $t = 33$ мин		Селективное химическое растворение АОА в растворе $H_3PO_4 + CrO_2 + H_2O$ , $T = 60^\circ C$ , $t = 15$ мин
	Расширение пор в 2М растворе $H_2SO_4$ до 33% пористости $T = 50^\circ C$ , $t = 9,5$ мин Диаметр пор – 40 нм, толщина стенки – 25 нм		2 стадия анодирования, $E_a = 40$ В на глубину 30 мкм. Создание упорядоченной структуры АОА

	<p>Электрохимическое осаждение InSb, ГСП  <math>j = 22 \text{ mA/cm}^2</math>, <math>t = 90</math> сек</p>		<p>Магнетронное напыление пленки Au – 200 нм</p>
	<p>Отжиг при температуре 400 °С</p>		<p>Селективное химическое растворение верхнего слоя АОА в растворе <math>\text{H}_3\text{PO}_4 + \text{CrO}_2 + \text{H}_2\text{O}</math>, <math>T = 60^\circ\text{C}</math>, <math>t = 25-30</math> мин          Удаление барьерного слоя и окислов Al в растворе KOH, <math>t = 10-20</math> сек</p>
<p><b>Итог:</b> матрица нанопроводов InSb длиной 30 мкм, диаметром 40 нм в порах АОА на кремниевой подложке с подслоем золота</p>		<p>Травление слоя алюминия в селективном травителе (<math>\text{HCl} + \text{CuCl}_2 + \text{H}_2\text{O}</math>) комнатная температура, методом окунания в СТ 10-15 сек -&gt; дистилл. вода 10 сек</p>	
		<p>Локальное химическое растворение барьерного оксидного слоя в 5% растворе <math>\text{H}_3\text{PO}_4</math> <math>T = 50^\circ\text{C}</math>, <math>t = 15</math> мин. Расширение пор в 2М <math>\text{H}_2\text{SO}_4</math> до 20% пористости <math>T = 50^\circ\text{C}</math>, <math>t = 9,5</math> мин          Диаметр пор – 40 нм, толщина стенки – 25 нм, высота оксида 1 мкм</p>	
		<p>Электрохимическое осаждение InSb, ГСП <math>j = 19 \text{ mA/cm}^2</math>, <math>t = 42</math> мин 30 сек</p>	
	<p><b>Итог:</b> матрица нанопроводов InSb длиной 30 мкм, диаметром 40 нм в порах АОА на золотой пленке</p>		

### 3. Практические результаты

Было изготовлено двадцать образцов для осаждения антимонида индия в поры матрицы на кремниевой подложке. Во время анодирования пленки алюминия необходимо было решить вопрос неравномерного прохождения заряда по всей площади. Для минимизации этого эффекта нижняя часть, обеспечивающая присоединение к аноду полностью покрывалась серебряной пастой. В результате протравленная до подслоя золота

площадь увеличилась (Рис. 1а). После осаждения в поры антимионда индия были сделаны снимки образцов в электронном микроскопе. Как видно на Рис. 1б, барьерный слой протравлен полностью, обеспечивая контакт проводов к золоту, тем не менее осаждение происходит неравномерно, наблюдаются лишь единичные провода. Для решения этой проблемы необходима доработка технологического процесса.

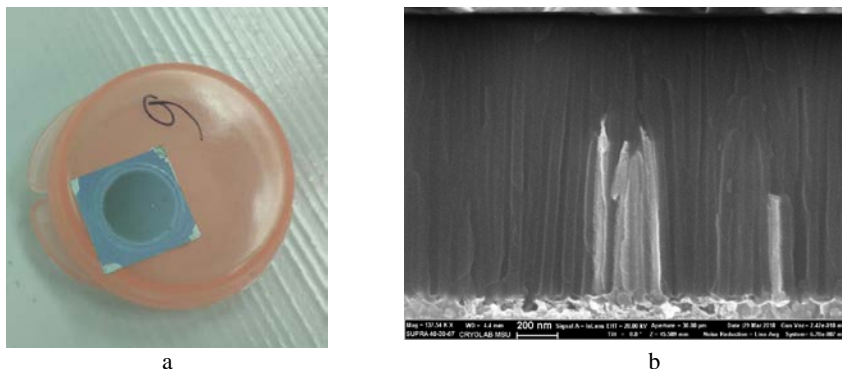


Рис. 1 Анодирование алюминия на кремниевой подложке (а), осажденные провода антимионда индия (б)

Fig. 1. Anodizing aluminum on a silicon substrate (a), precipitated wires of indium antimonide (b)

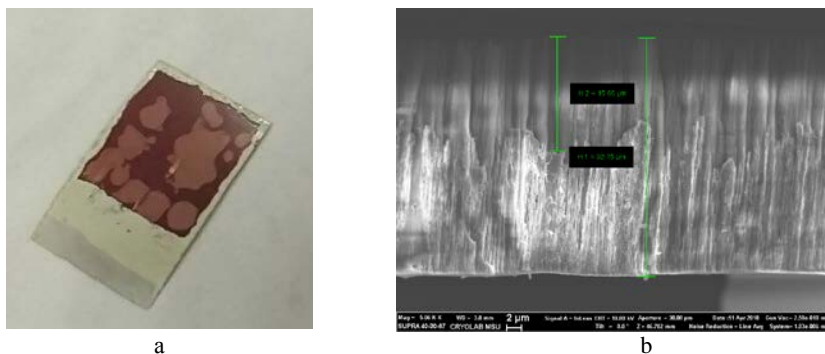


Рис. 2 Матрица АОА на золотой пленке (а), осажденные провода антимионда индия (б)

Fig. 2 Matrix AAO on a gold film (a), precipitated wires of indium antimonide (b)

При изготовлении образцов по второй технологии происходило отслаивание оксидной пленки от золота при удалении барьерного слоя (Рис. 2а) из-за активного газообразования на этом этапе. Для минимизации это-

го эффекта травление производилось последовательным кратковременным окусунанием в стакан с растворителем и дистиллированной водой. Осаждение в такие поры происходит более равномерно и полностью контролируется кинетикой процесса (Рис. 2b).

#### 4. Заключение

Формирование матриц нанопроводов в темплейтах из АОА позволяет получать регулируемые диаметр и длину нанопроводов, что делает этот метод наиболее привлекательным.

Для получения хороших электрических характеристик нанопроводов необходимо использовать золотые контакты. Однако применение золотой пленки в качестве контактной области приводит к трудностям на всех этапах, начиная от подготовки поверхности, заканчивая осаждением. Решение этих проблем обеспечивается опытным путем, подбором режимов и реактивов при проведении большого количества экспериментов.

Имеющаяся в настоящее время технология позволяет получать единичные образцы приемлемого качества для проведения лабораторных экспериментов. Однако для создания промышленной технологии формирования матриц нанопроводов антимионид индия необходимо проделать еще большой объем работ по оптимизации технологических режимов.

#### Список литературы

- [1] Obukhov I.A. Some aspects of nanoelectronics development in Russia // WTEC Workshop Proceedings: Russian Research and Development Activities on Nanoparticles and Nanostructured Materials. S. Petersburg. 1997. P. 116-125.
- [2] Datta S. The 21st Century Energy Efficient Logic Transistor // Sematech-2007. Oregon. USA. October 9th. 2007. <http://www.semtech.org/meetings/archives/litho/8065/pres/Key%20Note%20Suman%20Datta.pdf>.
- [3] Obukhov I.A. Nonequilibrium effects in one-dimensional quantum devices. LAMBERT Academic Publishing, 2014. 132 p.
- [4] Горох Г.Г. Высокоупорядоченные анодные оксидные пленки алюминия для формирования наноструктур // Наноструктурированные оксидные пленки и покрытия. Сб. ст. – Петрозаводск: изд-во КГПУ, 2007. – С. 62-68.
- [5] Обухов И.А., Горох Г.Г. Электронные приборы на основе антимионид индия // 22-я Международная Крымская конференция «СВЧ-техника и телекоммуникационные технологии» (КрыМиКо'2012): материалы конф., в 2 т., Севастополь, 10-14 сент. 2012 г. / Вебер; редкол.: П.П. Ермолов [и др.]. - Севастополь, 2012. – Т.2. – С. 653-654.
- [6] Mozalev A. Direct observation of anodic film growth and dissolution on superimposed aluminum and nickel metallic layers / A. Mozalev, G. Gorokh, D. Solovei, A. Poznyak // Proceedings of the 13th European Microscopy Congress, (EMC 2004), Belgium, 22-24 Aug. 2004 / Gustaaf Van Tendeloo (Ed.) – Antwerp, 2004. – P. 533-534.

[7] Önder Güll, David J. van Woerkom, Ilse van Weperen, Diana Car, Sébastien R Plissard, Erik P. A. M. Bakkers and Leo P. Kouwenhoven Towards high mobility InSb nanowire devices, *Nanotechnology*, 2015.- V. 26. - P. 215202-1 - 215202-7.

[8] Обухов И.А., Горох Г.Г., Лозовенко А.А., Смирнова Е.А. Матрицы нанопроводов из антимонида индия и их применения для генерации СВЧ излучения. *Наноиндустрия*, 2017. - № 7 (77). - С. 96 – 108.

[9] Zai-Xing Yang, Ning Han, Fengyun Wang et al. Carbon doping of InSb nanowires for high-performance p-channel field-effect-transistors. *Nanoscale*, 2013.-V. 5 - P. 9671 –9676

[10] Yennai Wang, Junhong Chi, Karan Banerjee et al. Field effect transistor based on single crystalline InSb nanowire, *J. Mater. Chem.*, 2011. - V. 21. - P. 2459 - 2462

[11] Muhammad Shafa, Sadaf Akbar, Lei Gao et al. Indium Antimonide Nanowires: Synthesis and Properties, *Nanoscale Research Letters*, 2016. - 11:164. - P. 1-20

[12] Sasa Gazibegovic, Diana Car, Hao Zhang et al. Epitaxy of advanced nanowire quantum devices, *Nature*, 2017. - V. 548. - P. 434-447.

## References

[1] Obukhov I.A. [Some aspects of nanoelectronics development in Russia]. *WTEC Workshop Proceedings: Russian Research and Development Activities on Nanoparticles and Nanostructured Materials*. 1997. pp. 116-125.

[2] Datta S. [The 21st Century Energy Efficient Logic Transistor]. *Sematech-2007*. Oregon. USA. October 9th. 2007. <http://www.semtech.org/meetings/archives/litho/8065/pres/Key%20Note%20Suman%20Datta.pdf>.

[3] Obukhov I.A. [Nonequilibrium effects in one-dimensional quantum devices]. *LAMBERT Academic Publishing*, 2014. 132 p.

[4] Gorokh G.G. [Highly ordered anodic aluminum oxide films for forming a nanostructure tour]. *Nanostructured oxide films and coatings. Digest of articles*. 2007. – pp. 62-68. (In Russian)

[5] Obukhov I.A., Gorokh G.G. [Electronic devices based on indium antimonide] *Proceedings of 22 Int. Crimean Conference “Microwave & Telecommunication Technology” (CriMiCo’2012)*. — 2012. —Т. 2. — pp. 653-654. (In Russian)

[6] Mozalev A. [Direct observation of anodic film growth and dissolution on superimposed aluminum and nickel metallic layers] *Proceedings of the 13th European Microscopy Congress, (EMC 2004), Belgium, 22-24 Aug. 2004 – Antwerp, 2004. – pp. 533-534.*

[7] Önder Güll, David J. van Woerkom, Ilse van Weperen, Diana Car, Sébastien R Plissard, Erik P. A. M. Bakkers and Leo P. Kouwenhoven [Towards high mobility InSb nanowire devices], *Nanotechnology*, 2015.- V. 26. - pp. 215202-1 - 215202-7.

[8] Obukhov I.A., Gorokh G.G., Lozovenko A.A., Sмирнова Е.А. [Matrices of nanowires from indium antimonide and their applications for the generation of microwave radiation.] *Nanoindustry*, 2017. - № 7 (77). - P. 96 – 108.

[9] Zai-Xing Yang, Ning Han, Fengyun Wang et al. [Carbon doping of InSb nanowires for high-performance p-channel field-effect-transistors]. *Nanoscale*, 2013.-V. 5 - pp. 9671 –9676

[10] Yennai Wang, Junhong Chi, Karan Banerjee et al. [Field effect transistor based on single crystalline InSb nanowire], *J. Mater. Chem.*, 2011. - V. 21. - pp. 2459 - 2462

[11] Muhammad Shafa, Sadaf Akbar, Lei Gao et al. [Indium Antimonide Nanowires: Synthesis and Properties], *Nanoscale Research Letters*, 2016. - 11:164. - P. 1-20

[12] Sasa Gazibegovic, Diana Car, Hao Zhang et al. [Epitaxy of advanced nanowire quantum devices], *Nature*, 2017. - V. 548. - P. 434-447.