

Двухволновой метод лазерно-стимулированного окисления слоя пористого кремния

© Л.В. Григорьев^{1,2}, А.А. Семенов², А.В. Михайлов³

¹ Санкт-Петербургский государственный университет,
199034 Санкт-Петербург, Россия

² Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет „ЛЭТИ“,
197022 Санкт-Петербург, Россия

³ АО „НПО ГОИ им. С.И. Вавилова“,
199101 Санкт-Петербург, Россия

e-mail: lvgrigoryev@mail.ru

Поступила в редакцию 20.08.2023 г.

В окончательной редакции 20.08.2023 г.

Принята к публикации 27.12.2023 г.

Описан новый метод фотонно-стимулированной обработки поверхности полупроводника: метод двухволнового лазерно-стимулированного окисления слоя пористого кремния. Исследованы оптические свойства слоя лазерно-окисленного нанопористого кремния в спектральной полосе 2–17 μm . Исследуемый слой нанопористого кремния сформирован электролитическим травлением поверхности монокристаллического кремния КДБ-10, ориентации (100) по стандартной методике. Плотность анодного травления составила 25.0 mA/cm^2 . Лазерно-стимулированное окисление слоя нанопористого кремния проводилось воздействием на поверхность излучения двух лазеров с разными длинами волн: вспомогательного излучения — с помощью трех различных лазерных диодов с длинами волн 980, 520 и 405 nm и основного излучения — с помощью DPSS-лазера YAG:Nd, работавшего в импульсном режиме, с длиной волны 1.064 μm .

Ключевые слова: фотонно-стимулированная обработка поверхности, лазерно-стимулированное окисление, лазерно-окисленный нанопористый кремний, рентгеновская дифракция, спектры пропускания, структуры интегральной оптики.

DOI: 10.61011/OS.2023.12.57407.5501-23

Введение

Бурное развитие в последние десятилетия интегральной оптики, радиофотоники и особенно кремниевой фотоники позволяет ожидать в ближайшее время создания на их основе специализированных оптических процессоров для обработки сигналов в реальном масштабе времени. Поэтому существует потребность в новых методах формирования интегрально-оптических структур для приборов радиофотоники и интегральной оптики, работающих в спектральном диапазоне до 1.6 μm на основе кремния или содержащих в своем объеме нанокластеры кремния [1–6]. Использование таких кремниевых структур, содержащих нанокластеры кремния, позволит изготавливать планарные волноводы с нелинейно-оптическими свойствами, интегрально-оптические коммутаторы, излучатели для кремниевых оптопар, интегрально-оптические резонаторы и микрофотонные сенсоры, которые можно встраивать в приборы микрофотоники и интегральной оптики [1–5, 7–10]. В этой связи необходимы исследования, направленные на создание новых эллионных методов обработки поверхности полупроводников и диэлектриков, таких как лазерные, ионно-плазменные и электронно-лучевые [7–10]. Лазерные технологии выгодно отличаются воспроизводимостью, управляемостью техно-

гическим циклом, вакуумной чистотой и возможностью встраивания в существующую линейку планарного технологического процесса микроэлектроники и микрофотоники [1, 10]. Представленная работа продолжает цикл работ по исследованию возможности создания, в том числе и лазерно-стимулированными методами, интегрально-оптических структур на основе окисленного пористого кремния [11–15]. В отличие от ранее опубликованных в настоящей статье описан новый метод фотонно-стимулированного модифицирования поверхности пористого кремния и формирования кремневых нанокластеров без использования в технологическом процессе агрессивной газовой среды окислителя и не требующий уникального лазерного оборудования (лазер на HF). Процесс фотонно-стимулированного ассистирования поверхности полупроводника сопутствующим лазерным излучением был призван изменить оптические параметры полупроводника за счет генерации неравновесных носителей заряда в приповерхностной области обрабатываемого полупроводника.

В настоящей работе представлены результаты исследования изменения оптических свойств слоя пористого кремния, подвергнутого процессу фотонно-стимулированного окисления. На слой нанопористого кремния одновременно воздействовало излучение двух лазеров с различными длинами волн: вспомогательное

излучение — с помощью трех различных лазерных диодов с длинами волн 980, 520 и 405 nm и основное излучение — с помощью DPSS-лазера YAG:Nd, работавшего в импульсном режиме, с длиной волны 1.064 μm .

Экспериментальная установка фотонно-стимулированной обработки поверхности

Создание исходного слоя нанопористого кремния производилось путем электрохимического травления поверхности монокристаллического кремния в горизонтальном фторопластовом реакторе, созданном по схеме Уно-Имаи. Режим электролитического травления аналогичен описанному в работах [7–9]. В таком режиме был создан слой пористого кремния с размерами пор от 5 до 15 nm [7,8].

Дальнейшее окисление слоя нанопористого кремния проводилось на модифицированной лазерной установке, состоящей из двух лазерных каналов: лазерного диода для осуществления процесса фотонного ассистирования обрабатываемой поверхности (три различных лазерных диода на 980, 520 и 405 nm) и основного технологического импульсного лазера, работающего на длине волны 1.064 μm . Установка была оснащена оптической схемой сведения двух лазерных лучей в одно рабочее поле и системой двухкоординатного сканирования лучом технологического лазера. Основной технологический лазер был создан на базе DPSS YAG:Nd-лазера (1.064 μm), работающего в импульсно-периодическом режиме. Облучение поверхности слоя пористого кремния проводилось путем многократного сканирования луча по площади, при этом энергия лазерного импульса технологического лазера лежала в диапазоне 0.35–0.4 mJ, длительность импульса составляла 20–23 ns. Для осуществления линейного режима сканирования луча по рабочей поверхности отказались от использования пьезопривода для перемещения микрозеркала в сканере, так как пьезопривод сканера обладал гистерезисом. Поэтому использовался электромагнитный привод для движения микрозеркала в сканере. Сканируемый лазерный пучок в сечении имел распределение энергии Гаусса. Радиус лазерного пучка составлял 250 μm в плоскости обработки рабочей поверхности. Для ассистирования обрабатываемой поверхности использовались лазерные диоды: D6-4-980-50-N (длина волны 980 nm, мощность 50 mW), D6-6-520-50 (длина волны 520 nm, мощность 50 mW), JLD405NM20MW (длина волны 405 nm, мощность 20 mW). Излучение коллимировалось кварцевым конденсором на обрабатываемую поверхность через свободно висящую маску с отверстием 5 \times 5 mm. Окисление проводилось при нормальных условиях в атмосфере воздуха.

Структурные исследования слоя лазерно-модифицированного пористого кремния

Методом микроскопии было установлено, что в зоне окисления отсутствуют области взрывного испарения и брызги расплава кремния. Таким образом, в отличие от результатов, ранее опубликованных в работах [11–15], в настоящей работе удалось оптимизировать технологический режим лазерно-стимулированного окисления слоя пористого кремния путем использования в технологическом канале установки ассистирующего источника лазерного излучения с энергией квантов, сопоставимых с шириной запрещенной зоны в монокристаллическом кремнии.

Для исследования морфологии слоев лазерно-окисленного нанопористого кремния нами был использован метод рентгеновской дифракции, который позволил идентифицировать все полиморфные модификации оксидов кремния SiO_x и оценить степень структурного совершенства полученного диоксида кремния в результате лазерно-стимулированного воздействия на слой пористого кремния. Рентгеноструктурные исследования были проведены на автоматизированном рентгеновском дифрактометре ДРОН-7. Диапазон углов сканирования 2θ составлял от 10 до 40°. Рентгеновское излучение $\text{CuK}\alpha$ было получено от медного анода с фильтром.

Для рентгенографических исследований SiO_x наибольший интерес представляют четыре диапазона углов 2θ : от 18 до 25°, от 26 до 27°, от 31 до 33° и от 34 до 37°. Именно в этих диапазонах углов сосредоточена вся основная информация (вид дифракционного профиля, его полуширина, угловое положение), позволяющая оценить структурные свойства диоксида кремния, полученного в результате лазерного воздействия.

Различие структурных форм диоксида кремния определяется его кристаллохимией и условиями синтеза [10,16–18]. Каждый атом кремния имеет четвертную позицию, т.е. тетраэдрически окружен четырьмя атомами кислорода, каждый из которых является мостиковым. Через общий атом кислорода тетраэдры SiO_4 под разными углами связываются друг с другом, образуя непрерывную трехмерную решетку. Значения углов Si-O-Si и расстояний Si-O варьируют в достаточно широких пределах, что естественным образом влияет на прочность связей кислород-кремний. Взаимное расположение тетраэдров SiO_4 в пространстве определяет ту или иную модификацию диоксида кремния. При этом область стабильного существования каждой фазы диоксида кремния определяется сугубо температурными условиями его синтеза. Фазовые переходы сопровождаются разрывом и преобразованием связей. При температуре 573°C тригональный α -кварц трансформируется в гексагональный β -кварц со слегка расширенной кристаллической решеткой. Дальнейший нагрев оксида кремния приводит к его

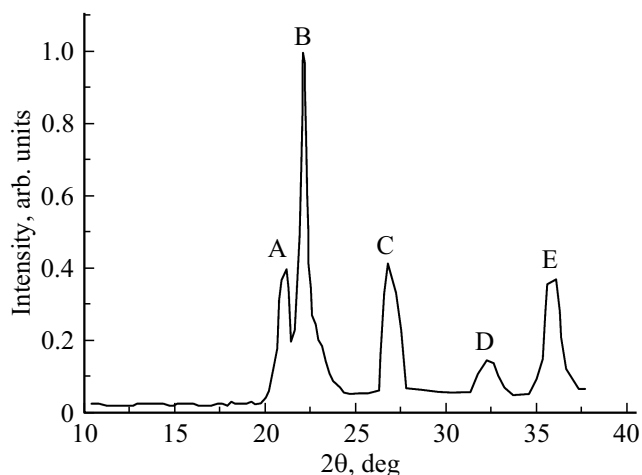


Рис. 1. Дифрактограмма образца № 1.

трансформации в кубический α - SiO_2 (высокотемпературный кристобалит), а также к увеличению почти в три раза объема элементарной ячейки SiO_2 . Это обстоятельство на практике позволяет использовать такой фазовый переход при очистке кварца от изоморфных примесей и возможных газовых и жидкостных включений в процессе формирования тонких пленок. Наиболее совершенным в структурном плане является тригональный α - SiO_2 . Помимо тригонального α - SiO_2 высокой степенью совершенства структуры отличаются такие полиморфные модификации β - SiO_2 , как тридимит и кристобалит.

Следует отметить, что высокотемпературные модификации диоксида кремния с более высокой симметрией кристаллической структуры (β -кварц, β -кристобалит и β -тридимит) считаются нестабильными [15–18]. В этой связи они при остывании обязательно трансформируются в α -формы диоксида кремния. При высоких температурах в идеальной структуре кубического α - SiO_2 идет переслоение вдоль кристаллографического направления (111). С понижением температуры увеличивается количество слоев, кроме того, также нарушается строгая пространственная трехмерная упорядоченность, что отражается на дифрактограмме в виде уширения соответствующей дифракционной линии.

В зависимости от условий лазерного воздействия слой пористого кремния, подвергнутый лазерно-стимулированному окислению, трансформируется в диоксид кремния, содержащий в своем составе как высокотемпературную тригональную модификацию α - SiO_2 , так и различные фазы α - SiO_2 типа кристобалита и полиморфные модификации β - SiO_2 .

Для образца № 1 (рис. 1) последовательное нагревание слоя пористого кремния лазерным лучом с длиной волны $1.064 \mu\text{m}$ и ассистирование зоны нагрева УФ излучением приводит к нагреванию под лазерным лучом зоны обработки до температур 1350°C . В пользу этого свидетельствуют наблюдаемый фазовый переход и дифрактограмма, содержащая рефлексы, соотносимые

с различными модификациями кварца (пики А–Е). Из рис. 1 видно, что помимо дифракционных рефлексов, принадлежащих α -кварцу (пики А, В, С), на дифрактограмме появились дополнительные рефлексы, принадлежащие другим β -фазам (пики D и E). С помощью базы данных эталонов нами было определено, что в результате нагрева слоя пористого кремния до 1350°C помимо α -кварца образовались еще две модификации — β -кристобалит и α -тридимит (гексагональная, тетрагональная и орторомбическая решетки соответственно). Кроме того, из-за охлаждения рабочей зоны после ухода лазерного луча произошла частичная кристаллизация образца и образовались две фазы — тетрагональный β -кристобалит и орторомбический α -тридимит.

Для образца № 2 (рис. 2) происходило нагревание слоя пористого кремния лазерным лучом с длиной волны $1.064 \mu\text{m}$ и осуществлялась сопутствующая подсветка зоны нагрева излучением с длиной волны 520 nm , что приводит к генерации неравновесных носителей заряда в приповерхностной области воздействия лазерного луча, существенно изменяя коэффициенты отражения и пропускания полупроводника под пятном лазера. Все эти факторы позволяют предположить следующее: под лучами двух лазеров нагревание зоны обработки достигает температуры 1350°C . В пользу этого свидетельствует наблюдаемый фазовый переход и дифрактограмма, содержащая рефлексы, соотносимые с различными модификациями кварца (пики А, В, С, D). Из рис. 2 видно, что помимо дифракционных рефлексов, принадлежащих α -кварцу (пики А, В и С), на дифрактограмме появились дополнительные рефлексы, принадлежащие другим β -фазам (пик D). В сравнении с рис. 1 следует отметить, что на рис. 2 отсутствует пик на дифрактограмме, соответствующий β -фазам оксида кремния и находящийся в окрестности углов 32° . В результате лазерного нагрева слоя пористого кремния, осуществляемого двумя длинами волн $1.064 \mu\text{m}$ и 532 nm , удается достичь температуры 1350°C , при которой синтезируются фазы

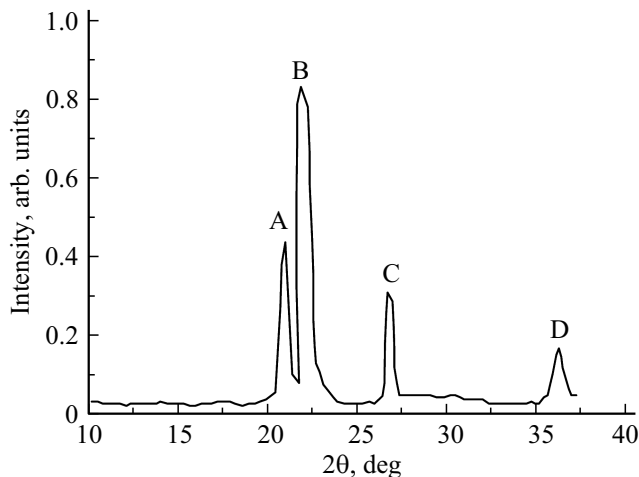


Рис. 2. Дифрактограмма образца № 2.

α -кварца и образуется еще одна модификация — β -кristобалит.

Для образца № 3 (рис. 3) нагревание слоя пористого кремния осуществляется двумя длинами волн: лазерным лучом с длиной волны $1.064 \mu\text{m}$ и ИК излучением с длиной волны 980 nm . В этом случае вид дифрактограммы претерпевает кардинальные изменения в сравнении с рассмотренными нами ранее. Так, на дифрактограмме присутствуют только три пика — А, В и С. Ранее рассмотренные на рис. 1 и 2 два близлежащие пика А и В, принадлежащие рефлексам α -кварца и находящиеся в диапазоне углов 23° , трансформируются согласно рис. 3 в один монопик А, который имеет колоколообразный вид. Также на дифрактограмме (рис. 3) отсутствует рефлекс, соответствующий одной из фаз β -кristобалита. Следует отметить при этом, что ширины пиков (рефлексов) претерпевают сужение в сравнении со своими аналогами на рис. 1 и 2. Необходимо подчеркнуть, что фотонно-стимулированное воздействие лазерным лучом при сопутствующей подсветке рабочей области ИК излучением осуществлялось на основной длине волны $1.064 \mu\text{m}$ и ни длительность, ни энергия в лазерном импульсе не изменялись. В этой связи мы можем считать, что приповерхностная область слоя пористого кремния нагревается до температур, превышающих 1350°C . Поэтому можно утверждать, что при лазерно-стимулированном окислении слоя пористого кремния образуются формы α -кварца и одна модификация — β -кварца (кristобалит). После ухода лазерного луча из зоны воздействия процессы охлаждения модифицированного, т.е. окисленного до различных форм кварца, слоя происходят по тем же теплофизическим законам, что и были показаны нами ранее. Это также приводит к образованию фаз тетрагонального β -кristобалита и орторомбического α -тридимита.

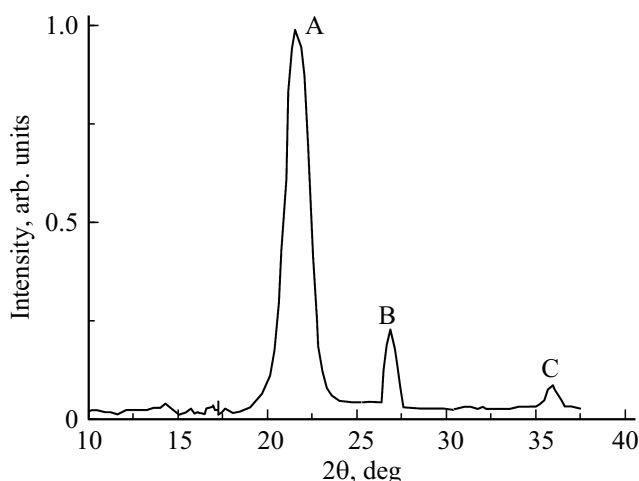


Рис. 3. Дифрактограмма образца № 3.

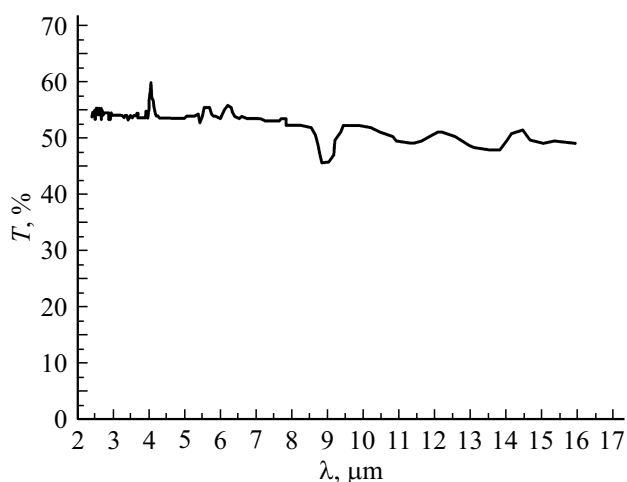


Рис. 4. Спектральная зависимость коэффициента пропускания слоя пористого кремния.

Исследование оптических свойств слоя окисленного пористого кремния

На рис. 4 приведена спектральная зависимость коэффициента пропускания исследуемых образцов в диапазоне $2.0\text{--}17.0 \mu\text{m}$. Все измерения исследуемых образцов проводились на ИК фурье-спектрометре BRUKER VERTEX 70 на отделенном от подложки слое нанопористого кремния и отделенном от подложки слое лазерно-окисленного пористого кремния. Коэффициент пропускания в этой спектральной полосе слоя исходного пористого кремния составлял не более 55%. Как видно из рис. 4, на спектральной зависимости присутствуют области поглощения, обусловленные наличием в порах кремния водяного пара и связанных с кремнием гидроксильных групп. Также присутствуют полосы поглощения, ответственные за деформационные и валентные колебания мостиков O-Si-O (полосы $8\text{--}9.5$, $10\text{--}12$ и $12.5\text{--}14.5 \mu\text{m}$), однако их интенсивность мала.

На рис. 5 приведены спектры пропускания слоя пористого кремния, подвергнутого лазерному окислению при сопутствующем фотонном ассистировании поверхности пористого кремния на различных длинах волн. Для всех трех рассматриваемых спектров пропускания зависимость $T(\lambda)$ имеет вид сложной монотонной кривой с восемью крупными локальными минимумами, которые находятся в спектральных полосах $2.5\text{--}3.2 \mu\text{m}$ (область А), $3.3\text{--}3.44 \mu\text{m}$ (область В), $4.16\text{--}4.35 \mu\text{m}$ (область С), $5.55\text{--}6.25 \mu\text{m}$ (область D), $7.0\text{--}10.0 \mu\text{m}$ (область E), $11.0\text{--}12.2 \mu\text{m}$ (область F), $12.5\text{--}13.3 \mu\text{m}$ (область G). Наибольшее значение $T(\lambda)$ составляет 65%. Сравнивая спектры пропускания, представленные на рис. 5, со спектром пропускания лазерно-окисленного нанопористого кремния из работы [14], можно обнаружить, что при лазерном окислении без сопутствующего фотонного ассистирования поверхности поглощение в области $12.5\text{--}13.3 \mu\text{m}$ существенно меньше. При этом поглощение в полосе $7.0\text{--}10.0 \mu\text{m}$ наибо-

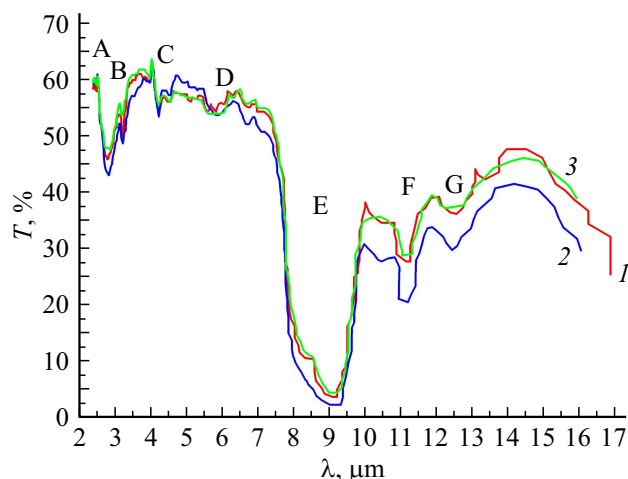


Рис. 5. Спектральная зависимость коэффициента пропускания лазерно-окисленного пористого кремния: подсветка поверхности лазерным излучением с длиной волны 520 (1), 402 (2), 980 nm (3).

лее велико. В случае применения фотонного ассистирования процесс лазерно-стимулированного окисления слоя пористого кремния приводит к превалированию на графике $T(\lambda)$ спектральной полосы 7.0–10.0 μm , в которой коэффициент пропускания слоя лазерно-окисленного кремния снижается до уровня 3%, в то время как в работе [14] в этой спектральной полосе был получен коэффициент пропускания 38%. Данная спектральная полоса, соответствующая длинам волн 7.0–10.0 μm (область E), может быть обусловлена процессами деформационных и валентных колебаний мостиков Si–O в системе Si–O–Si. Интенсивная полоса поглощения в этом спектральном диапазоне характерна для системы Si–SiO₂, имеющей развитый интерфейс Si–O–Si [7–9,12–15], что подтверждает процесс произошедшего лазерно-стимулированного окисления слоя пористого кремния.

Следующий минимум, наблюдаемый на графике коэффициента пропускания в области 11.5 μm , согласно работам [8,9,13,15], также можно отнести к деформационным и валентным колебаниям мостиков Si–O. Наличие этой интенсивной полосы поглощения также подтверждает факт окисления пористого кремния и формирование развитого интерфейса Si–O–Si в созданном кремниевом композите. Кроме того, в спектрах пропускания термически окисленного пористого кремния, приведенных в работах [1–3], наибольшее поглощение также наблюдалось в полосе 7.5–11.0 μm . Это позволяет предположить преимущественно термический механизм формирования фазы диоксида кремния при лазерно-стимулированном окислении с сопутствующим фотонным ассистированием поверхности пористого кремния.

Таким образом, наличие у всех трех образцов существенного поглощения в спектральной полосе 7.5–10.5 μm позволяет сделать вывод о том, что в про-

цессе лазерно-стимулированного окисления произошло формирование диэлектрической матрицы из диоксида кремния с включениями в ее объеме нанокластеров кремния. При этом отсутствие явных минимумов коэффициента пропускания на спектральной зависимости $T(\lambda)$ в диапазоне 14.5–16.6 μm позволяет утверждать, что полученный слой нанопористого кремния практически не имел загрязнений из SiH_x-групп. Кроме того, на спектрах пропускания образцов, подвергнутых лазерному окислению с фотонным ассистированием поверхности, наблюдалось уменьшение коэффициента пропускания, характерное для формирования фазы боросиликатного стекла — полоса с минимумом коэффициента пропускания на 7.14 μm . Эта спектральная полоса соответствует валентным колебаниям системы В–О. В спектральной полосе в окрестности 10.2 μm , соответствующей связи В–О–Si, значение $T(\lambda)$ снижается от 65 до 35%. Необходимо сказать, что в работах [11–14] при лазерном окислении без фотонного ассистирования на спектральной зависимости $T(\lambda)$ не наблюдались полосы поглощения, характерные для формирования фазы боросиликатного стекла в объеме слоя кремниевого нанокompозита.

Таким образом, спектральными методами удалось обнаружить, что при воздействии на слой нанопористого кремния одновременно лазерного излучения с длиной волны 1.064 μm и сопутствующего излучения с длинами волн 980, 520 и 405 nm формируется слой диэлектрической матрицы диоксида кремния, содержащей в своем объеме сформированную фазу боросиликатного стекла. Для исследованных нами ранее образцов окисленного пористого кремния, подвергнутых термическому или лазерному окислению в среде сильного окислителя [12,15], на спектральных зависимостях коэффициента пропускания отсутствовали области, характерные для формирования фазы боросиликатного стекла.

Заключение

Метод ассистирования поверхности полупроводника лазерным излучением с длинами волн 980, 520 и 405 nm позволил осуществить окисление слоя пористого кремния лазерным излучением с длиной волны 1.064 μm без деструкции обрабатываемой поверхности. Спектральная зависимость $T(\lambda)$ окисленного пористого кремния показала наличие интенсивных полос поглощения, соответствующих сформированным в композите различным фазам оксида и диоксида кремния.

В лазерно-окисленном пористом кремнии не обнаружены спектральными методами следы загрязнения SiH_x-группами. Во всех трех исследуемых образцах лазерно-окисленного пористого кремния удалось обнаружить сформированную фазу боросиликатного стекла. Предложенная технология модификации поверхности пористого кремния двухволновым методом позволяет

формировать слои окисленного пористого кремния высокого качества, которые могут быть использованы для создания волноводных, нелинейных или резонаторных интегрально-оптических структур, совместимых с существующей планарной технологией создания приборов микроэлектроники и микрофотоники.

Применение метода лазерно-векторного формирования топологии интегрально-оптических структур позволяет отказаться от контактной микролитографии, что существенно упрощает и удешевляет создание приборов микрофотоники и радиофотоники.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] K. Djordjev, C. Seung-June, C. Sang-Jun, R.D. Dapkus. *IEEE Photonics Technol. Lett.*, **14**, 828-30 (2002).
- [2] G. Martinez-Jimenez, Y. Franz, A.F. Runge, M. Ceschia, N. Healy, S.Z. Oo, A. Arazona, H.M. Chong, A.C. Peacock, S. Mailis. *Opt. Mater. Express*, **9**(6), 2573, (2019). DOI: 10.1364/OME.9.002573.
- [3] Y. Franz, A.F.J. Runge, S.Z. Oo, G. Jimenez-Martinez, N. Healy, A. Khokhar, A. Tarazona, H.M.H. Chong, S. Mailis, A.C. Peacock. *Opt. Express*, **27** (4), 4462 (2019).
- [4] G.Z. Mashanovich, M.M. Milosevich, M. Nedeljkovic, N. Owens, B. Xiong, E.J. Teo, Y. Hu. *Opt. Express*, **19** (8), 7113 (2011).
- [5] X.J. Wang, T. Nakajima, H. Ishiki, T. Kimura. *Appl. Phys. Lett.*, **95**, 040906 (2009).
- [6] F.Y. Gardes, D.J. Thomson, N.G. Emerson, G.T. Reed. *Opt. Express*, **19** (12), 11804 (2011).
- [7] A.G. Gullis, L.T. Canham, P.D. Calcott. *J. Appl. Phys.*, **82** (3), 909 (1997).
- [8] O. Bisi, S. Ossieni, L. Pavesi. *Surf. Sci. Rep.*, **38**, 1 (2000).
- [9] L. Pavesi. *J. Phys.: Cond. Matt.*, **15**, 1169 (2003).
- [10] U. Das, V. Sadasivan. *J. Las. Opt. Photon.*, **4** (2), 1000163 (2017). DOI: 10.4172/2469-410X.1000163
- [11] Л.М. Сорокин, В.И. Соколов, А.П. Бурцев, А.Е. Калмыков, Л.В. Григорьев. *Письма в ЖТФ*, **33** (24), 69 (2007).
- [12] Л.В. Григорьев, А.В. Михайлов. *Оптический журнал*, **81** (10), 77 (2014).
- [13] Л.В. Григорьев, А.В. Михайлов. *Оптический журнал*, **82** (11), 79 (2015).
- [14] Л.В. Григорьев, С.О. Соломин, Д.С. Поляков, В.П. Вейко, А.В. Михайлов. *Оптический журнал*, **83** (7), 51 (2016).
- [15] Л.В. Григорьев, П.П. Коноров, А.В. Михайлов. *Оптический журнал*, **79** (2), 54 (2012).
- [16] T. Inokuma, Y. Wakayama, T. Muramoto, R. Aoki, Y. Kurata. *J. Appl. Phys.*, **83**, 2228 (1998). DOI: 10.1063/1.366951.
- [17] L.X. Yi, J. Heitmann, R. Scholz, M. Zacarias. *Appl. Phys. Lett.*, **81**, 4248 (2002). DOI: 10.1063/1.1525051
- [18] K. Sato, T. Izumi, M. Iwase, Y. Show, H. Morisaki, T. Yaguchi. *Appl. Surf. Sci.*, **216**, 376 (2003).