

ВЛИЯНИЕ СПОСОБА ХИМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СМАЧИВАЕМОСТЬ ПОВЕРХНОСТИ Si(111)

© В.В.Коробцов, О.Н.Фидянин, А.П.Шапоренко, В.В.Балашев

Институт автоматики и процессов управления ДВО РАН,
690041 Владивосток, Россия
(Поступило в Редакцию 16 ноября 1995 г.)

Введение

Одним из методов получения атомарно-чистой поверхности кремния, пригодной для молекулярно-лучевой эпитаксии, является термическое разложение в сверхвысоком вакууме тонкого защитного окисла, сформированного влажной химической обработкой [1]. В зависимости от состава раствора, используемого для химического окисления, температура разложения SiO_2 может варьироваться от 760 до 900°C [2]. Способ химического окисления влияет на плотность дефектов в эпитаксиальных слоях, выращенных на этих подложках [3]. В этой связи представляет собой интерес установления причин, обуславливающих эти зависимости. Одной из таких причин может быть морфология границы раздела SiO_2/Si . Например, граница раздела между термически выращенным окислом и кремнием более резкая, чем в случае химического окисления [4]. Известно, что смачиваемость поверхности является чувствительным индикатором ее состояния и, как было показано в [5], такие измерения позволяют получить информацию об изменениях на Si и SiO_2 . В настоящей работе исследовано влияние химической обработки на смачиваемость поверхности Si(111). Полученные результаты свидетельствуют о том, что способ химической обработки определяет шероховатость границы раздела SiO_2/Si .

Методика эксперимента

Смачиваемость поверхности определялась по методике, описанной в [6]. На образец наносилась капля воды постоянного объема и наклоном образца фиксировался угол θ , при котором капля начинает стекать с поверхности. При такой постановке эксперимента большему углу θ будет соответствовать лучшая смачиваемость поверхности.

В качестве образцов использовались пластины кремния (*n*-типа, 7.5 Ом · см) с ориентацией (111). Для формирования тонкого защитного окисла, свободного от загрязнений, использовалась следующая процедура. После обезжиривания в спирте и толуоле подложки погружались на 5 мин в кипящую концентрированную азотную кислоту. Затем образец промывался в дважды дистиллированной воде и погружался на 60 с в 1.5%-ный раствор HF. Эта процедура повторялась несколько раз, до получения однородно смачиваемой поверхности. Окончательный окисел формировался в одном из следующих растворов: 1) $4\text{H}_2\text{SO}_4 + 1\text{H}_2\text{O}_2$ в течение 4 мин при комнатной температуре,

2) $3\text{NH}_4\text{OH} + 1\text{H}_2\text{O}_2 + 1\text{H}_2\text{O}$ в течение 10 мин при 80°C , 3) HNO_3 в течение 5 с при комнатной температуре, 4) HNO_3 в течение 5 мин при 130°C . Окисленные образцы промывались в воде и погружались в 1.5%-ный раствор HF. Через определенное время образцы вынимали из раствора и, не промывая в воде, сушили на centrifуге. После чего измерялся угол стекания капли.

Результаты и обсуждение

На рис. 1 показано изменение угла стекания капли θ с поверхности Si(111), окисленной в кипящей HNO_3 , в зависимости от времени травления в 1.5%-ном растворе HF. До травления угол стекания составлял 45° . При погружении в раствор HF угол θ быстро уменьшался с увеличением времени травления. Примерно через 40 с после начала травления устанавливается постоянное значение, равное 24° . Как было показано в [6], эта величина является характерной для гидрофобной поверхности.

Подобные зависимости наблюдались и при травлении окислов, полученных в других растворах. Однако конечная величина угла стекания θ_0 определяется типом химического раствора. Рис. 2 суммирует результаты измерений угла стекания капли с поверхности Si(111) после удаления с нее окисла, сформированного различными способами. Поскольку HF травит только окисел [7], то полученная зависимость фактически отражает состояние границы раздела SiO_2/Si в зависимости от способа формирования окисла. Химическое состояние поверхности Si(111) после обработки в растворах HF изучалось в ряде работ [8–11]. Результаты этих исследований показывают, что при травлении кремния в разбавленных (1–10%) растворах HF эффективно удаляется окисный слой, а поверхность насыщается в основном водородом и в небольшой степени фтором [8,9]. Водород, взаимодействуя с поверхностью

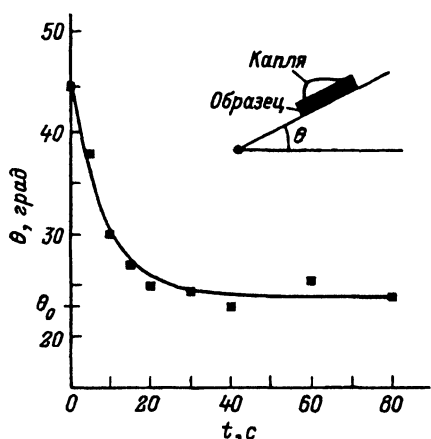


Рис. 1. Зависимость угла стекания капли с поверхности Si(111) от времени травления.

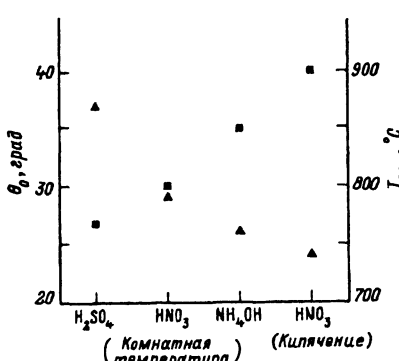


Рис. 2. Зависимость угла стекания капли с поверхности Si(111) от способа химической обработки.

▲ — значения угла стекания после 60 с травления в 1.5%-ном растворе HF, ■ — температура десорбции SiO_2 [2].

стью кремния, образует моногидриды (SiH), дигидриды (SiH_2) и тригидриды (SiH_3). Причем моногидриды и тригидриды располагаются в основном на плоских участках поверхности, а дигидриды и небольшая часть моногидридов — на дефектных местах или краях ступеней [10]. Атомы фтора занимают междоузельные места в приповерхностном слое кремния и не участвуют в пассивации поверхности [11]. Обработка кремния в кипящей HNO_3 с последующим погружением в раствор HF дает атомно-плоскую поверхность $\text{Si}(111)$ с регулярными монослойными ступенями и террасами шириной 50–70 нм с небольшим числом дефектов [7]. В работе [12] методом туннельной микроскопии изучался рост естественного окисла на пассивированной водородом поверхности $\text{Si}(111)$. Было показано, что на плоских участках поверхности скорость зарождения окисла чрезвычайно низка, а на краях ступеней и дефектах формируются трехмерные зародыши окисла — несколько монослоев толщиной и шириной 5 нм. Принимая во внимание эти данные, полученную зависимость угла стекания капли от способа формирования окисла можно объяснить следующим образом. Обработка кремния в кипящей HNO_3 дает плоскую границу раздела SiO_2/Si , которая при удалении SiO_2 пассивируется водородом, что и обуславливает ее гидрофобность. При формировании чистого окисла в других растворах граница раздела SiO_2/Si получается более дефектной. При выносе образца на воздух после удаления окисла дефектные места окисляются, что и увеличивает смачиваемость поверхности. Дефекты формируются в процессе химического окисления и, вероятно, обусловлены нестехиометрией состава SiO_2 на границе раздела SiO_2/Si . При наличии SiO_x и SiH на границе раздела между кремнием и окислом, сформированным химическим окислением, показано в работе [13].

Различной плотностью дефектов на границе раздела SiO_2/Si можно объяснить обнаруженную в [2] зависимость температуры разложения SiO_2 от способа формирования окисла. В [2] разложение SiO_2 в сверхвысоком вакууме исследовали методом термостимулированной десорбции и за температуру разложения принимали температуру, при которой десорбционный поток составлял 5% от его максимального значения. На рис. 2 приведены взятые из [2] температуры разложения окислов, полученных теми же способами, что и в настоящей работе. Их сопоставление с нашими результатами показывает, что температура разложения повышается при уменьшении угла стекания капли, или, другими словами, при уменьшении дефектности границы раздела SiO_2/Si . Экспериментально показано [14,15], что разложение тонких пленок SiO_2 в сверхвысоком вакууме происходит путем образования в них пор и последующего их разрастания вширь за счет образования летучего SiO по периметру пор в результате реакции $\text{SiO}_2 + \text{Si} = 2\text{SiO}$. Следовательно, если дефекты на границе раздела SiO_2/Si являются местами зарождения пор, то их плотность будет определять величину десорбционного потока SiO и соответственно температуру десорбции.

Авторы признательны проф. В.В. Лифшицу за постоянное внимание и содействие в работе. Данная работа выполнена при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (№ 94-02-03358-а).

- [1] *Ishizaki A., Shiraki J.* // J. Electrochem. Soc. 1986. Vol. 113. P. 666–671.
- [2] *Kobayashi Y., Shinoda Y., Sugii K.* // Jap. J. Appl. Phys. 1990. Vol. 29. P. 1004–1008.
- [3] *Houghton R.F., Patel G., Leong W.Y.* et al. // J. Cryst. Growth. 1987. Vol. 81. P. 326–331.
- [4] *Jakob P., Dumas P., Chabal Y.J.* // Appl. Phys. Lett. 1991. Vol. 59. N 23. P. 2968–2970.
- [5] *Gould G., Irene E.A.* // J. Electrochem. Soc. 1988. Vol. 135. N 6. P. 1535–1539.
- [6] *Utani K., Suzuki T., Adachi S.* // J. Appl. Phys. 1993. Vol. 73. N 7. P. 3467–3471.
- [7] *Morita Y., Tokumoto H.* // Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 1992. Vol. 315. P. 491–496.
- [8] *Grundner M., Graf D., Hahn P.O.* et al. // Solid State Technol. 1991. Vol. 34. N 2. P. 69–75.
- [9] *Watanabe S., Nakayama N., Ito T.* // Appl. Phys. Lett. 1991. Vol. 59. N 12. P. 1458–1460.
- [10] *Chabal Y.J., Higashi G.S., Raghavachari R.* et al. // J. Vac. Sci. Technol. A. 1989. Vol. 7. N 3. P. 2104–2109.
- [11] *Watanabe S., Shigeno M.* // Jap. J. Appl. Phys. 1992. Vol. 31. Pt 1. N 6A. P. 1702–1708.
- [12] *Nenwald V., Hessel N.E., Feltz A.* et al. // Appl. Phys. Lett. 1992. Vol. 60. N 11. P. 1307–1309.
- [13] *Ogawa H., Terada N., Sugiyama K.* et al. // Appl. Surf. Sci. 1992. Vol. 56–58. P. 836–840.
- [14] *Rubloff G.W.* // J. Vac. Sci. Technol. A. 1990. Vol. 8. N 3. P. 1857–1863.
- [15] *Engel T.* // Surf. Sci. Rep. 1993. Vol. 18. N 4. P. 91–144.

07;12

Журнал технической физики, т. 66, в. 12, 1996

МЕТОД ЭЛЕКТРОННОЙ КОРРЕЛЯЦИОННОЙ ОБРАБОТКИ СПЕКЛ-КАРТИН ДЛЯ ВЫДЕЛЕНИЯ ПОЛЕЗНОГО СИГНАЛА ОДНОВОЛОКОННЫХ МНОГОМОДОВЫХ ИНТЕРФЕРОМЕТРОВ

© Ю.Н.Кульчин, О.Б.Витрик, О.Г.Максаев,
О.В.Кириченко, О.Т.Каменев

Дальневосточный государственный технический университет,
690600 Владивосток, Россия
(Поступило в Редакцию 16 ноября 1995 г.)

Одним из перспективных типов волоконных интерферометров для регистрации физических величин являются одноволоконные многомодовые интерферометры (ОМИ), использующие явление интерференции мод одного и того же многомодового волоконного световода (ВС) [1]. Регистрация внешнего воздействия такими интерферометрами осуществляется по отслеживанию изменений пространственного распределения картины межмодовой интерференции. Однако перемещение отдельных ярких областей (спеклов) в картине межмодовой интерференции при большом количестве возбуждаемых мод не связано напрямую с величиной внешних воздействий. Это не допускает применения традиционных методов обработки интерференционных сигналов, разработанных для ставших классическими схем волоконных интерферометров. Как показано в [2], эффективным элементом, реализующим выделение полезного сигнала ОМИ, служит пространственный фильтр