Лекция 2 Методика исследования роста оксида кремния SiO_2 с помощью РФЭС. Калибровка интенсивности фотоэлектронной линии для определения степени покрытия поверхности Si атомами кислорода. Химическое состояние атомов кремния и кислорода. Кинетика роста субмонослойного оксида SiO_2.

Представлены:

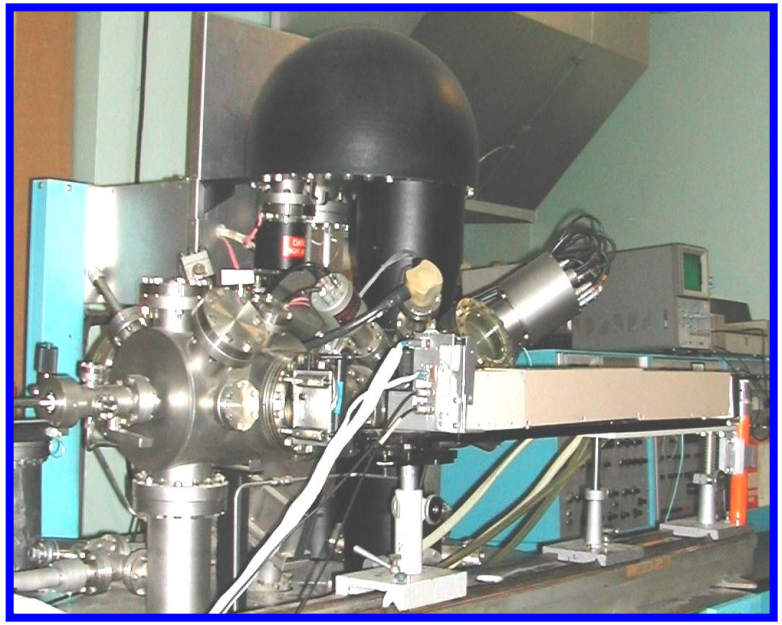
- ***Результаты исследования кинетики образования субмонослойного оксида SiO_2 на поверхности Si(001) при взаимодействии ее с кислородом;***

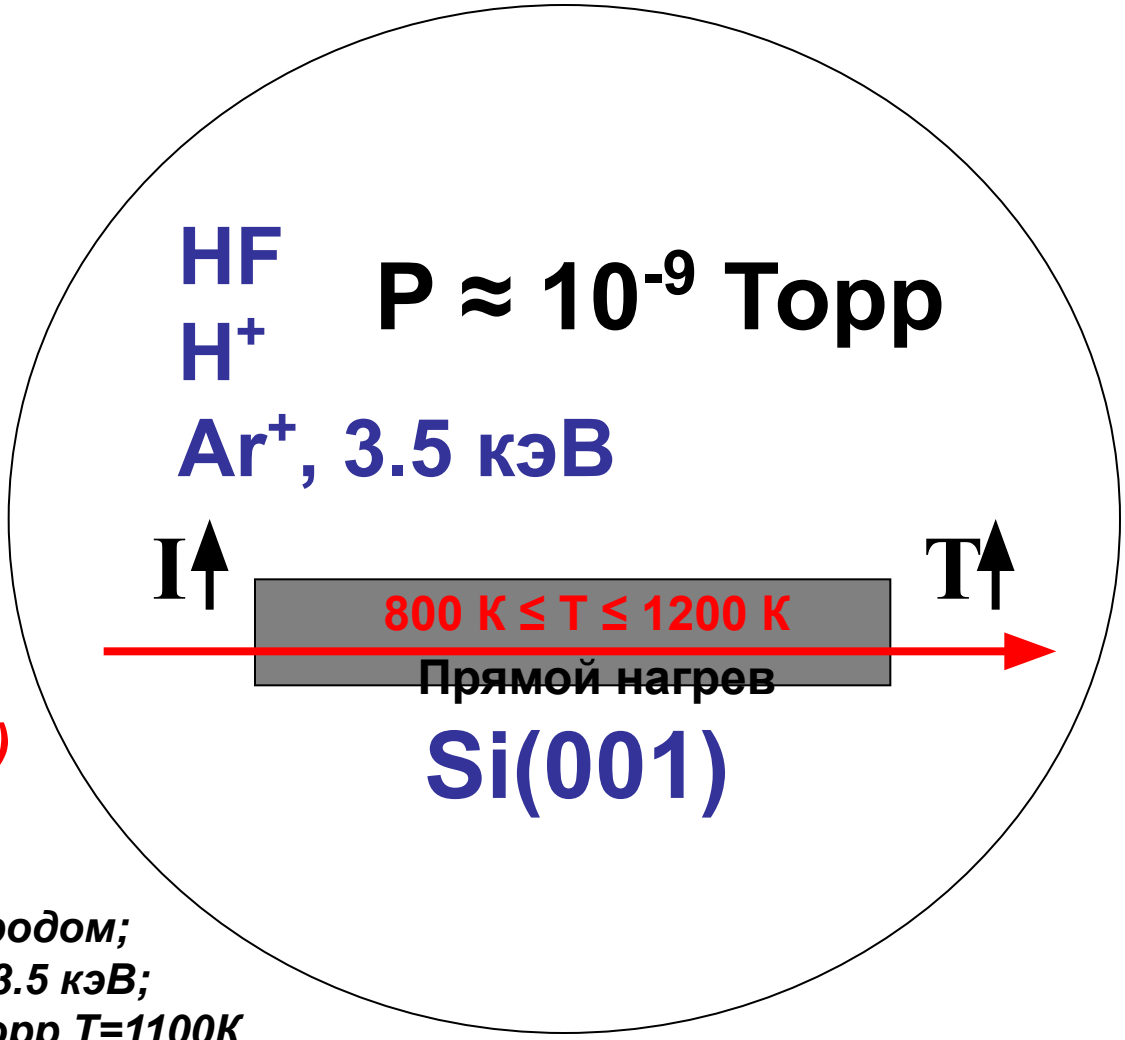
- ***Метод определения концентрации атомов кремния на поверхности в составе оксида в составе оксида и кристалла;***

- ***Динамика накопления хемосорбированного кислорода и образования SiO_2 в режиме реального времени экспозиции в кислороде, а также идентификация химического состояния атомов кремния с помощью РФЭС;***

- ***Критические параметры θ_c, t_c, p_c, T_c определяющие переключение режима взаимодействия кислорода с кремнием от хемосорбции к образованию оксида SiO_2;***

Сверхвысоковакуумный электронный спектрометр XSAM-800 (РФЭС+ОЭС+СРМИ+СРЭО)





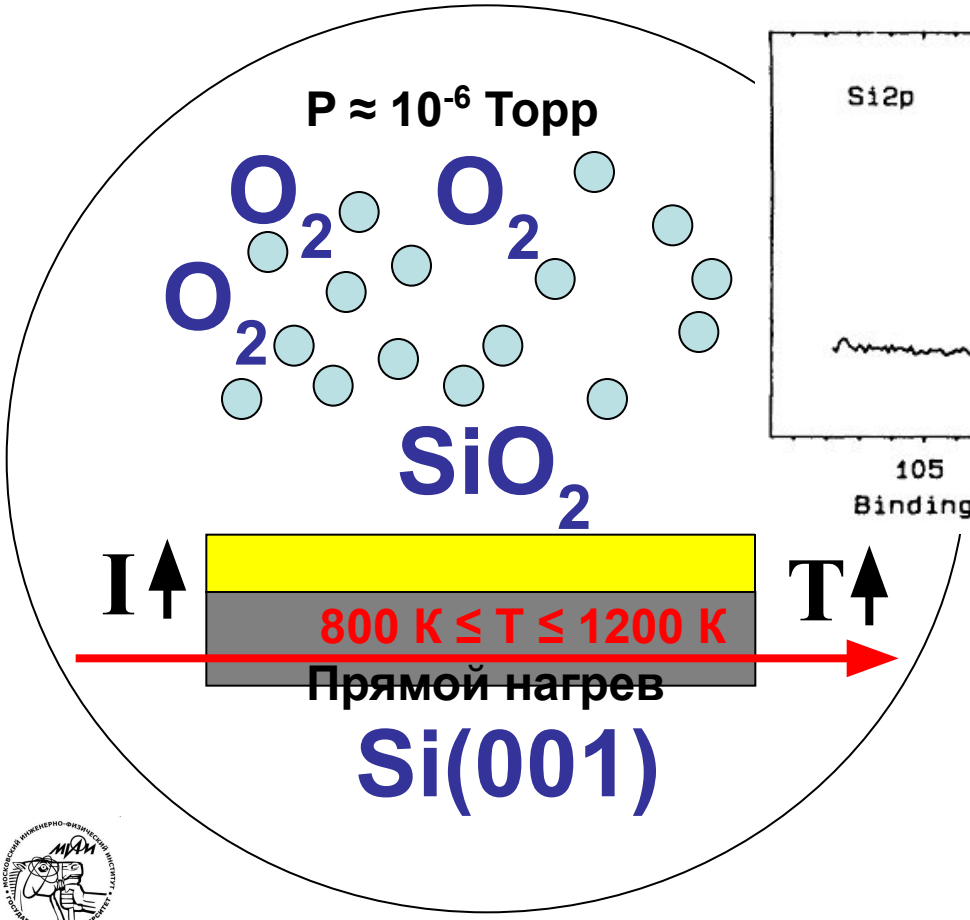
Очистка поверхности и получение чистого Si(001)

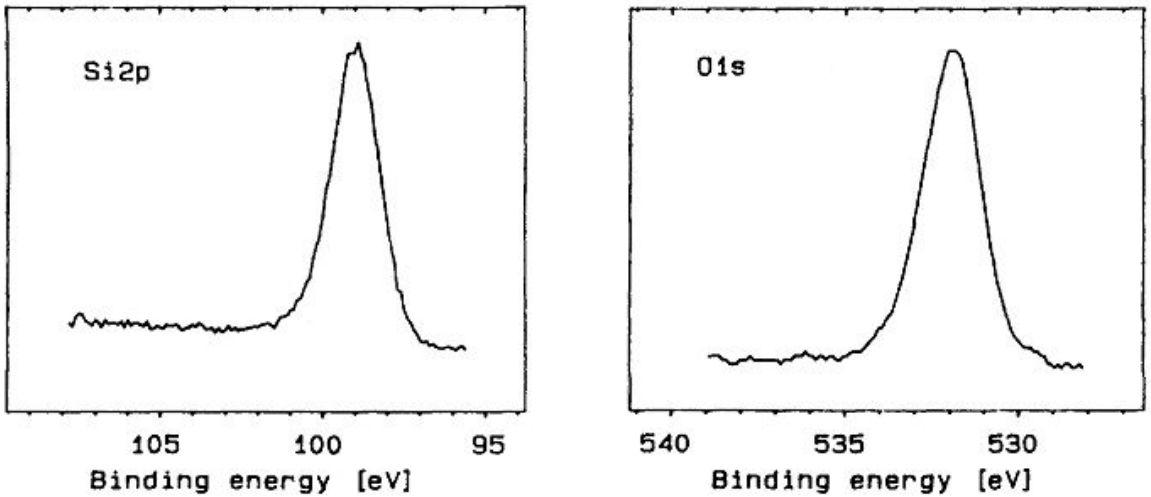
1) ***Снятие естественного оксида путем травления в HF;***
2) ***Пассивация поверхности водородом;***
3) ***Травление ионами аргона Ar^+, ~3.5 кэВ;***
4) ***Вакуумный отжиг при $p=10^{-9}$, Торр T=1100К***

РФЭС hu = 1253.6 эВ

Измерение интенсивности линий Si2p и O1s как функции времени экспозиции (t)

Измерение интенсивности пика O1s РФЭС линии (I_0) как функции времени экспозиции (t) производилось в режиме реального времени одновременно с напуском кислорода (p =10^{-6} Торр) в камеру анализатора. Для этого запись интенсивности I_0 максимума линии O1s, проводилась в режиме с низкой разрешающей способностью энергоанализатора, что позволяло определять общую концентрацию поверхностного кислорода). По истечению времени t=10 минут (экспозиции ε=600 L (1L=10^{-6} Торр·с)), напуск кислорода прекращался. После завершения измерения зависимости $I_0(t)$ для контроля состояний кислорода и кремния повторно регистрировались детальные спектры линий O1s и Si2p.





Нормированный Si2p (слева) и O1s (справа) фотоэлектронные спектры поверхности кремния экспонированной при T=1020 K, ε=600 L (θ=1.3).

Для субмонослойных покрытий (θ<<1) эффективная толщина слоя атомов кислорода d≈0.3 нм существенно меньше чем длина свободного пробега фотоэлектронов Si $\lambda_{ок}$≈2,4 нм, (кинетической энергии E_{Si}=1150 эВ), так что d/λ=10^{-1}<<1 и следовательно интенсивность I_{Si} уменьшается линейно с увеличением θ:

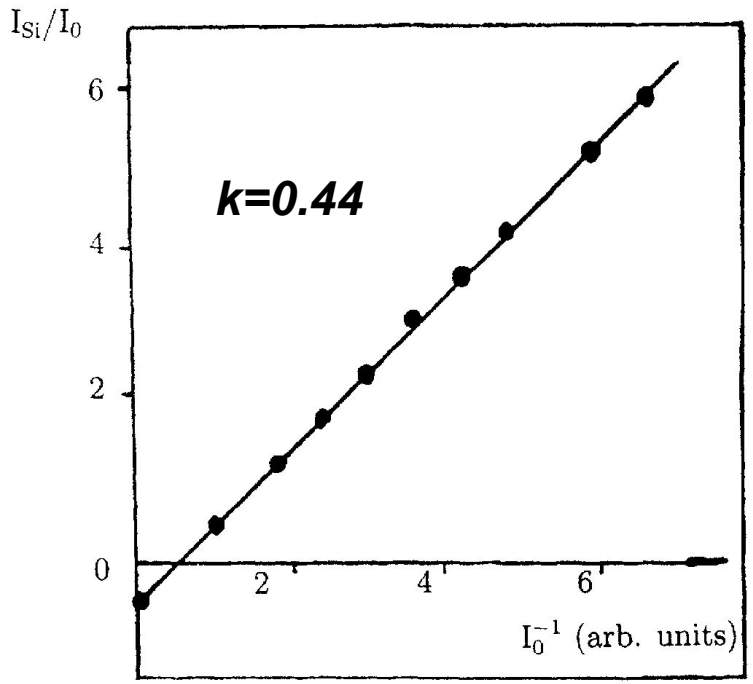
$$I_{Si} = I_{Si}^{0}\,(1-\mu\theta)$$

θ=n_O/n_S – степень покрытия поверхности кремния кислородом, n_O и n_S - поверхностная концентрация кислорода и атомов кремния на поверхности Si, соответственно, μ=d/λок - коэффициент, учитывающий ослабление сигнала от подложки монослоем окисла толщ d.

$$I_{Si}^{0} = T(E_{Si})\cdot C_{Si}\cdot\sigma_{Si}\cdot\lambda_{Si}\cdot\cos\beta,$$

$T(E_{Si})$ - функция пропускания спектрометра, E_{Si} – кинетическая энергия фотоэлектронов Si2p, λ_{Si} =1,3 нм [13] – длина свободного пробега фотоэлектронов в кремнии, C_{Si} - объемная концентрация кремния, σ_{Si} - сечение фотоионизации остовного уровня Si2p и β - угол между нормалью к образцу и осью анализатора.

$$I_{Si}/I_O = I_{Si}^{O}/I_O - k \qquad k = \mu\frac{T(E_{Si})\sigma_{Si}C_{Si}\lambda_{Si}\cos\beta}{T(E_O)\sigma_O n_S}$$



Зависимость отношения интенсивности кремния (I_{Si}) к кислороду (I_O) от обратной интенсивности кислорода.

$\sigma_0=2.85\sigma_{C1s}$

$\sigma_{Si}=0.573\sigma_{C1s}$

λ_{Si} =1,3нм

$C_{Si}=4.99\times10^{22}cm^3$

$n_S= 6.8\times10^{14}cm^{-2}$ [для Si(100)]

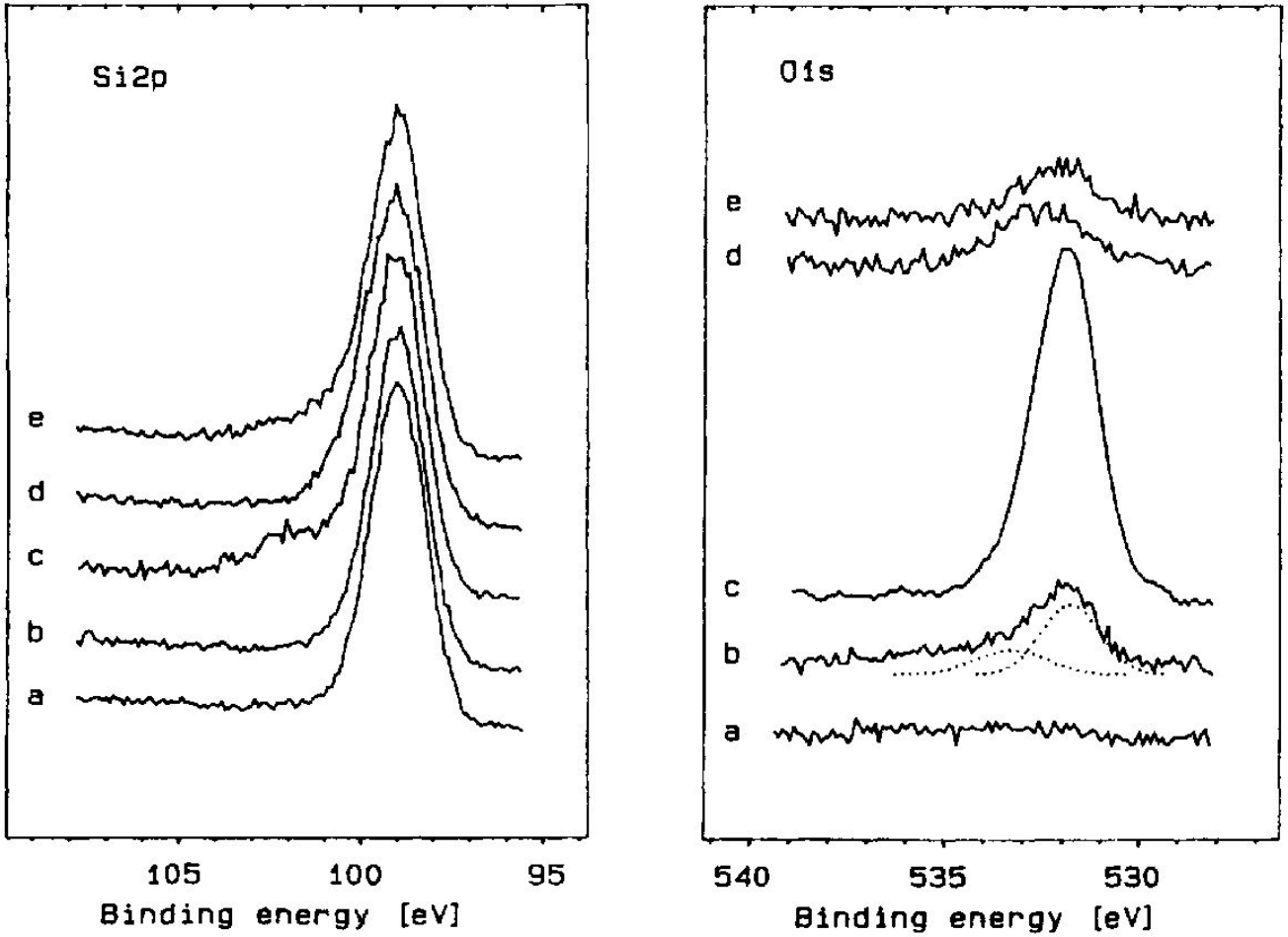
$\cos\beta$ =1

$T(E_K)\sim E_K$

μ=0.14

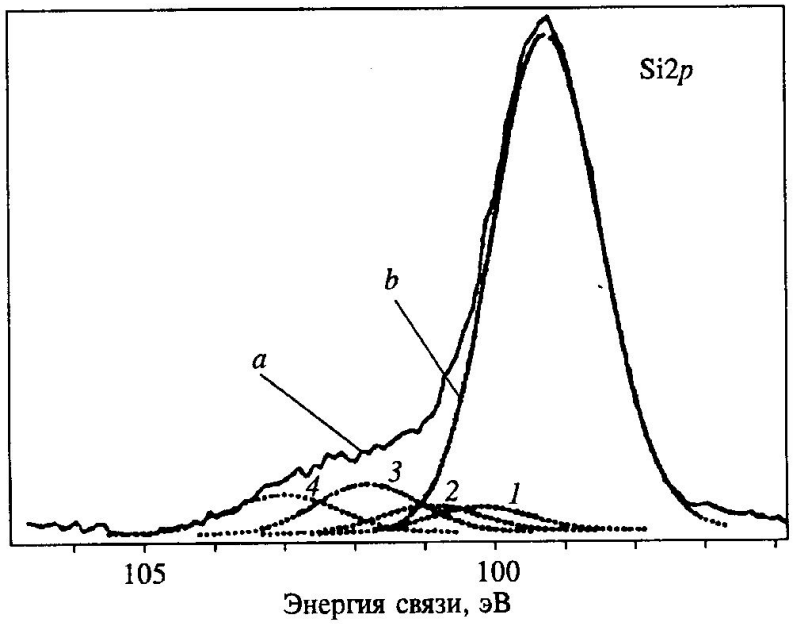
Это значение μ используется, для определения степени покрытия θ по интенсивности

Химические состояния атомов кремния и кислорода.



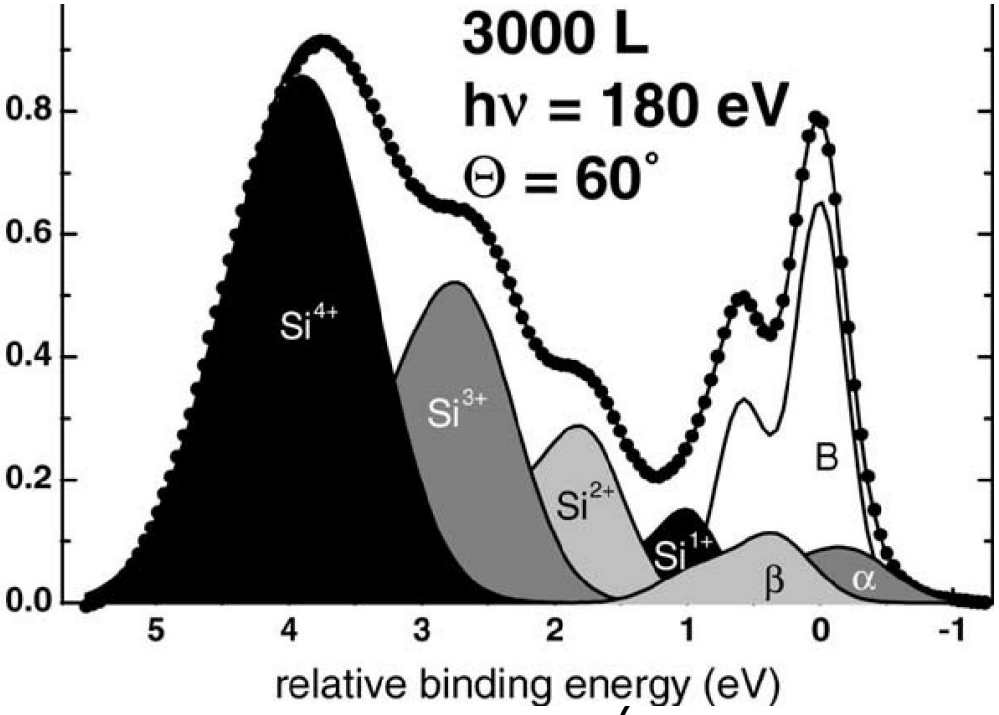
Нормированный Si2p (слева) и O1s (справа) фотоэлектронные спектры. (a) чистая поверхность; (b) экспонированная при комнатной температуре, ε=600 L, 1L=10-6Торр·(θ=0,4); ; (c) экспонированная при T=1020 K, ε=600 L (θ=1.3); (d) после вакуумного отжига при T=1020 K в течение 10 мин; (e) снова экспонированная при T=1090 K, ε=600 L.

Химические состояния атомов кремния и кислорода.

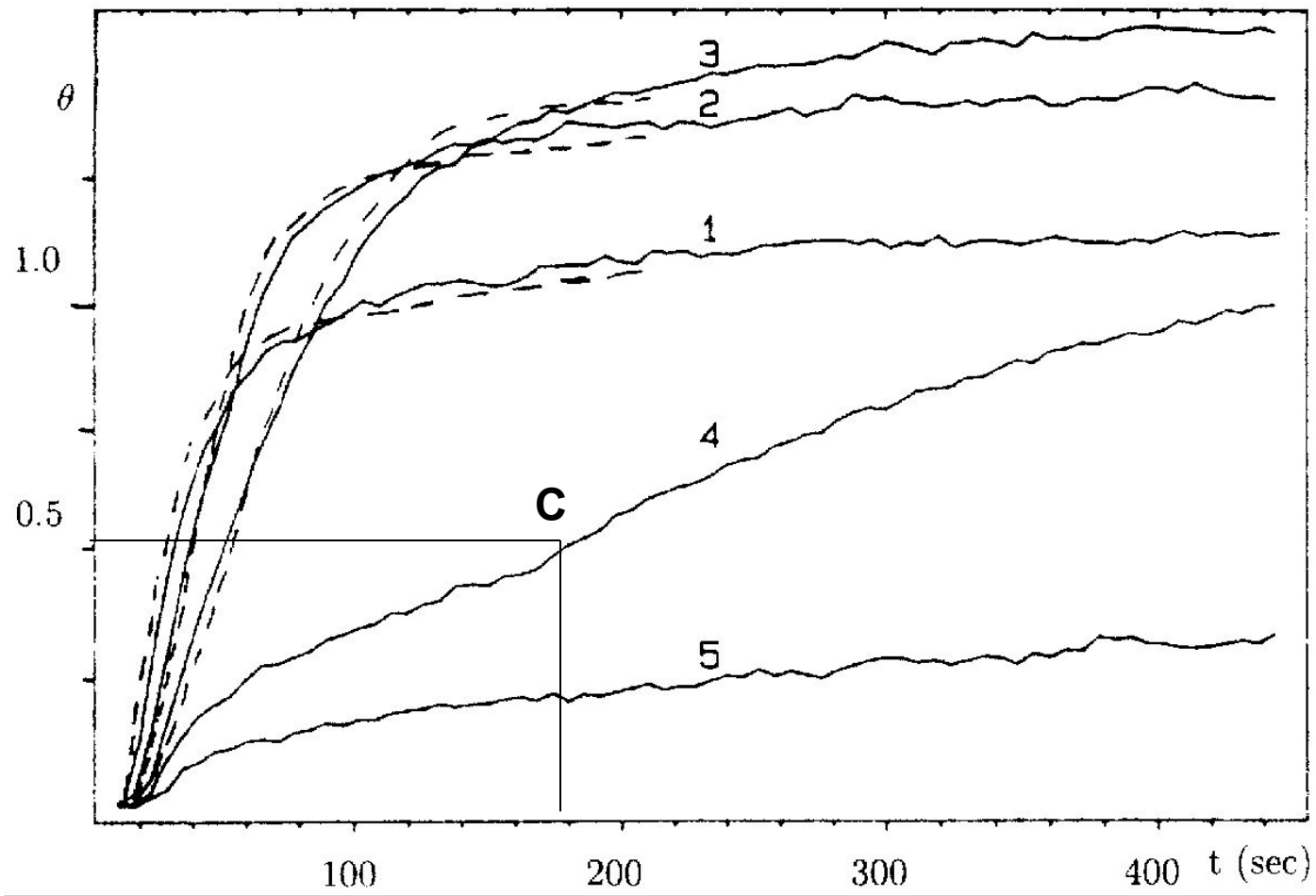


РФЭ спектр Si 2p линии пленки SiO2, полученной при экспозиции 3000L в кислороде поверхности Si(001). Энергия возбуждения *hν* = 180 эВ, угол выхода фотоэлектронов *Θ* = 60. Измеренный спектр (точки) представляет разложенный на химически сдвинутые компоненты соответствующие разным степеням окисления кремния Sin+.

РФЭ спектры Si2p поверхности Si(001) в различных оксидных состояниях Sin+ (n=1 - 4, пунктирные кривые 1,2,3,4) после экспозиции в кислороде (t=100 с, P=10-6 Торр, T=921 К) (кривая а); чистая поверхность (кривая б).

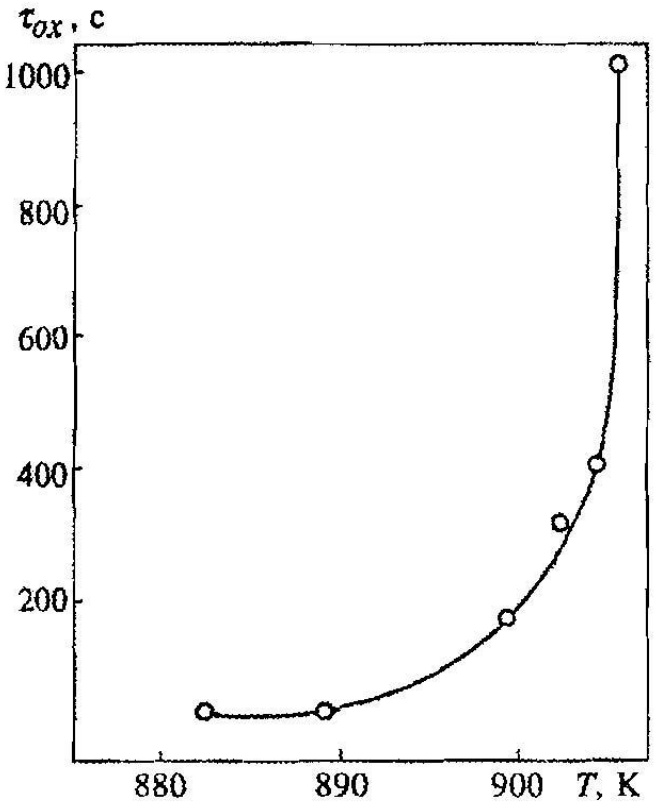


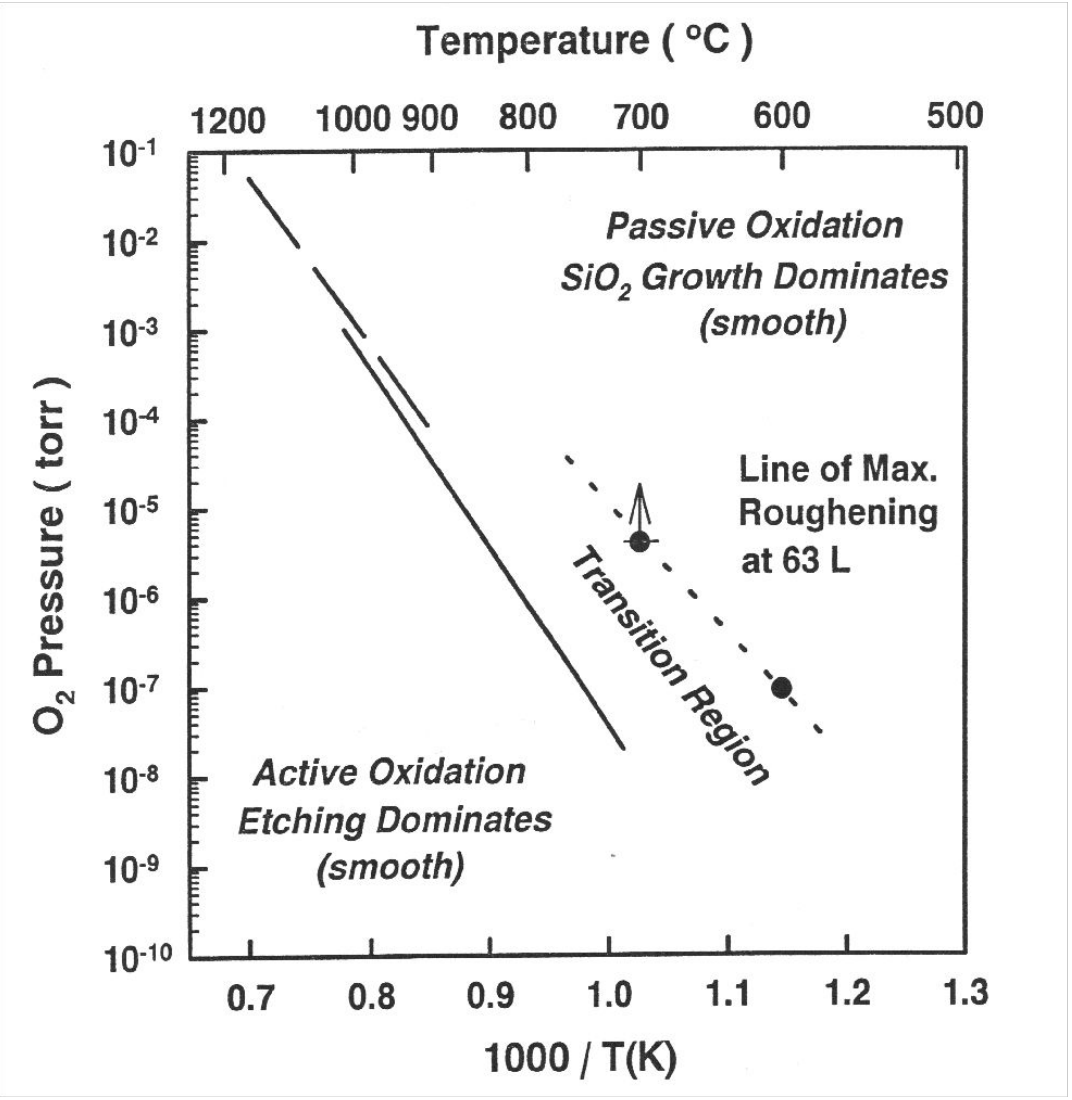
Кинетика накопления кислорода



Зависимость кислородного покрытия от времени при T=970 К (1), 1050 К (2), 1110 К (3), 1150 К (4), 1190 К (5). Сплошная линия - эксперимент; штриховые линии соответствуют расчетным зависимостям θ=C1tanh2(C2t) [см. (1-44)] с параметрами - C1=l. 05, C2 =3.8×10-2 с-1 (970 К); C1=l.3, C2 =2.3×10-2 с-1 (1050 К); C1=l. 4, C2 =1.1×10-2 с-1 (1110 К)

Зависимость характерного времени окисления от температуры при давлении 6*10^{-7} Торр





P-T диаграмма окисления поверхности Si(001). Сплошная линия и штриховая линия представляют «критическую линию», которая разделяет пассивный и активный режимы окисления. Линия, представленная точками, определяет условия при которых наблюдается максимальное огрубление при дозе 63L O2 и локализована выше критической линии.