

In situ исследование взаимодействия кислорода с поверхностью кремния (111) методом сверхвысоковакуумной отражательной электронной микроскопии

© С.С. Косолюбов, А.Л. Асеев, А.В. Латышев[†]

Институт физики полупроводников Сибирского отделения Российской академии наук,
630090 Новосибирск, Россия

(Получена 14 февраля 2001 г. Принята к печати 15 февраля 2001 г.)

Сообщается о применении метода сверхвысоковакуумной отражательной электронной микроскопии для анализа газовых реакций на атомно-чистых поверхностях кремния. Исследованы начальные стадии взаимодействия кислорода с поверхностью кремния (111) в интервале температур 500–900°C. В условиях термического травления поверхности кислородом визуализировано смещение моноатомных ступеней в направлении верхних террас и определены условия формирования поверхностных вакансий. Измерена зависимость скорости движения ступеней от ширины прилегающих террас. Зарегистрированы осцилляции интенсивности зеркально отраженного от поверхности кремния пучка электронов в случае реализации двумерно-островкового механизма термического травления кремния в потоке молекулярного кислорода. Получена оценка энергии активации (1.35 ± 0.15 эВ) поверхностной диффузии вакансий, инициированных взаимодействием кислорода с кремнием.

Введение

Атомные процессы на поверхности кристаллов могут быть описаны в рамках поведения элементарных дефектов в виде адсорбированных атомов (адатомы) и поверхностных вакансий, которые всегда присутствуют на поверхности при температурах выше абсолютного нуля. Миграция и взаимодействие адатомов и вакансий между собой, с моноатомными ступенями и сверхструктурными доменами определяют структурные процессы, протекающие на поверхности реального кристалла. Структурные исследования, основанные на проведении *in situ* экспериментов с прямым наблюдением за процессами на поверхности с разрешением на уровне одного монослоя, открывают новые возможности для получения адекватной информации о свойствах поверхности. Интересным представляется *in situ* исследование атомных процессов в условиях взаимодействия газовой атмосферы с атомно-чистой поверхностью кремния, в частности, взаимодействие кислорода с реконструированной поверхностью кремния. Практическая важность последнего следует из того факта, что окисление поверхности кремния является одной из основных операций по созданию диэлектрических слоев в современных микро- и нанотехнологиях.

Структурный анализ процесса взаимодействия кремния с кислородом проводился с помощью дифракционных, лазерных, эллипсометрических и других методов. Однако все эти методы извлекают интегральную информацию о структуре поверхности, усредненную по большой площади. Электронно-микроскопические методы, обладающие достаточно высоким пространственным разрешением, позволяют проводить анализ границ раздела между кремнием и диоксидом кремния. Проведение

in situ экспериментов методами электронной микроскопии ограничено из-за необходимости получения и сохранения атомно-чистой поверхности кремния в течение эксперимента, что требует сверхвысоковакуумных условий в колонне электронного микроскопа. Интересные результаты анализа трансформаций поверхности кремния при формировании диоксида кремния и начальных стадий травления кислородом чистых поверхностей кремния были получены методами сверхвысоковакуумной электронной микроскопии [1–4]. Эффективным является применение методов сканирующей туннельной микроскопии (СТМ) для изучения атомной структуры поверхности при взаимодействии с газовой средой [5,6]. Но формирующийся слой диоксида кремния, уменьшая туннельный ток, затрудняет проведение СТМ наблюдений поверхности кремния в кислородной среде. Цель данной работы состояла в разработке системы контролируемого напуска газов в колонну сверхвысоковакуумного электронного микроскопа и в проведении *in situ* экспериментов по изучению влияния адсорбции кислорода на структурные процессы, протекающие на поверхности кремния (111) при различных температурах и давлениях кислорода. Основное внимание уделяется анализу процессов трансформации поверхности кремния при достаточно низких давлениях кислорода, когда не происходит формирования диоксида кремния, а наблюдается термическое травление поверхности кремния в кислородном потоке.

Эксперимент

Исследование структурных перестроек поверхности кремния было проведено методом сверхвысоковакуумной отражательной электронной микроскопии (СВВ-ОЭМ), конструктивные особенности которого были описаны ранее [7]. Оригинальная конструкция диффе-

[†] E-mail: latyshev@thermo.isp.nsc.ru
Fax: (3832)331080
Tel: (3832)344082

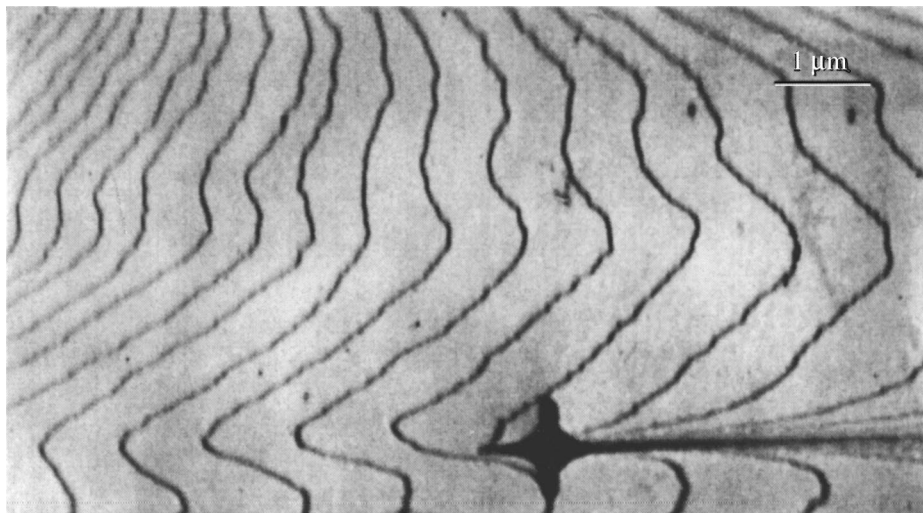


Рис. 1. ОЭМ изображение атомно-чистой поверхности кремния (111), содержащей систему моноатомных ступеней, после высокотемпературного отжига. В нижней части изображения находится неподвижная частица — центр зацепления моноатомных ступеней, которая служит репером. Высота террас повышается слева направо.

ренициальной криогенной откачки обеспечивает остаточное давление вокруг исследуемого образца $\approx 10^{-9}$ Торр, что позволяет получать и сохранять в течение всего эксперимента атомно-чистые поверхности кремния [8]. Метод СВВ-ОЭМ позволяет визуализировать такие элементы рельефа поверхности, как моноатомные ступени, высота которых на грани кремния (111) составляет 0.31 нм, даже при температурах кристалла свыше 1200°C . Отдельные образцы, извлеченные из вакуумной камеры, анализировались методом атомно-силовой микроскопии в атмосферных условиях (SOLVER P-47H NT-MDT).

Образцы размерами $8 \times 1 \times 0.3 \text{ мм}^3$ вырезались из стандартной кремниевой шайбы с углом разориентации относительно сингулярной грани (111) менее одного градуса. После стандартной процедуры химической очистки образец закреплялся с помощью танталовых скоб на держатель, позволяющий проводить нагрев исследуемого образца путем пропускания постоянного или переменного электрического тока. Держатель с образцом помещался в колонну электронного микроскопа, где проводился термический отжиг образца в сверхвысоком вакууме. Отжиг при температуре 1200°C осуществлялся прямым пропусканием переменного электрического тока через исследуемый образец. Зависимость температуры образца от величины нагревающего тока калибровалась с помощью оптического пирометра для высоких температур и с помощью термопары для низких температур. Атомно-чистая поверхность характеризовалась отсутствием дополнительных рефлексов на картине микродифракции, наличием обратимого сверхструктурного перехода $(1 \times 1) (7 \times 7)$, а также отсутствием центров торможения моноатомных ступеней при движении ступеней в процессе сублимации. Электронно-микроскопические изображения экспонировались на фотопластины, а также записывались на специализированную телевизионную

камеру Gatan. Интенсивность дифракционных рефлексов регистрировалась с помощью встроенного в экран микроскопа полупроводникового детектора.

Для анализа газовых реакций на поверхности исследуемого кристалла была разработана и подсоединена к колонне микроскопа система напуска газов. Эта система представляет собой баллон со сжатым газом (кислородом), подсоединенный к балластовому резервуару, который соединен с одним из каналов электронного двухканального натекателя. Последний непосредственно подает газ в вакуумную камеру дифференциального криогенного устройства через вмонтированный штуцер с рассеивателем, выполненным из нержавеющей проволоки. Ко второму каналу натекателя подключается другой балластный резервуар, подсоединенный к адсорбционному насосу. Одновременное закрытие первого канала двухканального натекателя во время напуска газа и открытие второго канала позволяет свести к минимуму дополнительное время выдержки образца в газовой атмосфере за счет откачки оставшегося из соединительных труб через второй канал. Таким образом разработанная система напуска газа с использованием двухканального натекателя с электронной системой управления позволяет проводить напуск газа с высокой точностью в широком интервале давлений с заданными временем экспозиции.

Результаты и обсуждение

На рис. 1 представлено типичное ОЭМ изображение поверхности кремния (111) после высокотемпературной очистки в сверхвысоковакуумной камере электронного микроскопа. Извилистые темные линии представляют собой изображения атомных ступеней высотой 0.31 нм. Контраст изображения моноатомных ступеней представляет суперпозицию дифракционного и фазового кон-



Рис. 2. Типичное изображение ступенчатой поверхности кремния (111) в процессе взаимодействия с кислородом при давлении меньше P_{crit} . Движение моноатомных ступеней происходило вправо.

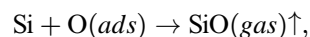
трастов, обусловленных наличием полей деформации вблизи атомной ступени и сдвигом фазы при отражении электронного пучка от прилегающих к ступени террас. ОЭМ изображение имеет различные масштабы увеличений вдоль и перпендикулярно направлению падения электронного пучка, что связано с малым углом падения электронов на исследуемую поверхность. Это приводит к одноосному сжатию ОЭМ изображений. В данной работе сжатие больше в ~ 40 раз в вертикальном направлении. В процессе сублимации при температурах выше 850°C наблюдается направленное перемещение моноатомных ступеней в сторону более высоких террас. Это обусловлено тем, что при сублимации происходит удаление адсорбированных атомов с террас, а ступень является источником адатомов. Для идентификации положения моноатомных ступеней на поверхности кремния в качестве неподвижного репера использовались частицы, скорее всего карбида кремния или тугоплавкого металла, не удаленные с поверхности в процессе термического отжига. Такие частицы визуализируются на ОЭМ изображениях за счет теневого контраста (темное пятно в нижней части рис. 1). Они не перемещаются по поверхности кристалла кремния вплоть до температур, близких к температуре плавления, и их типичная плотность составляет единицы на несколько квадратных миллиметров.

Скорость движения ступеней зависела от температуры и расстояния между моноатомными ступенями [9,10]. В определенных температурных интервалах в зависимости от направления электрического тока, нагревающего образец, на поверхности кремния формировались либо система регулярных моноатомных ступеней, либо система эшелонов ступеней, содержащих скопление моноатомных ступеней и участки поверхности с малой плотностью ступеней [11,12]. Применение эффекта кинетической нестабильной системы моноатомных ступеней, инициированного электромиграцией адатомов кремния, позволяло контролируемо изменять расстояние между соседними моноатомными ступенями на локаль-

ных участках поверхности от нескольких нанометров до десятков микрон. При быстром охлаждении кристалла до температур ниже 800°C распределение ступеней и эшелонов ступеней, сформированных при температурах сублимации, остается неизменным за характерное время наблюдения, которое составляет несколько часов.

При напуске кислорода в сверхвысоковакуумную камеру электронного микроскопа морфология поверхности существенно не изменялась при значениях давления кислорода меньше P_{crit} (рис. 2). При достаточно низких давлениях кислорода не было обнаружено заметного изменения интенсивности как основных, так и сверхструктурных дифракционных рефлексов. На ОЭМ изображениях поверхности кремния не происходило изменение электронно-микроскопического контраста, но наблюдалось направленное перемещение моноатомных ступеней в сторону вышележащих террас. При более высоком давлении, но ниже P_{crit} , на дифракционных картинах наблюдалось частичное уменьшение интенсивности сверхструктурных рефлексов.

Наблюдаемое перемещение моноатомных ступеней при напуске молекулярного кислорода, по-видимому, обусловлено процессами термического травления поверхности кремния кислородом [13]. Известно, что молекула кислорода на поверхности кремния при достаточно высоких температурах распадается на два кислородных атома $\text{O}(ads)$, которые остаются адсорбированными на поверхности кремния [14]. В свою очередь адсорбированный атом кислорода вступает в химическое взаимодействие с атомом кремния по следующей реакции:



где SiO — летучий монооксид кремния. Результатом этой химической реакции, описывающей процесс термического травления кислородом, является удаление атомов кремния с его поверхности. Отток атомов кремния с поверхности при термическом травлении кислородом

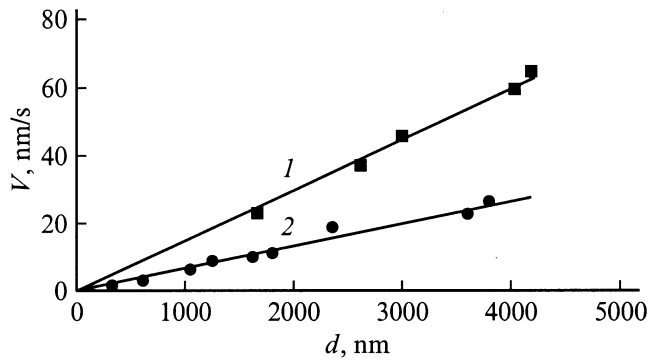


Рис. 3. Зависимость скорости движения моноатомной ступени от расстояния до соседней ступени при экспозиции кристалла в кислородной атмосфере при давлении менее P_{crit} при разных температурах °C: 1 — 870, 2 — 780.

может объяснить направленное смещение моноатомных ступеней, которое наблюдается в отражательном электронном микроскопе.

Действительно, если из ступени последовательно удалять атомы, то ступень будет перемещаться, и на ОЭМ изображениях такой процесс будет выглядеть как смещение моноатомной ступени в направлении верхних террас. Рассмотрим несколько возможных механизмов смещения атомных ступеней при травлении кислородом. Во-первых, возможно образование адатомов кислорода на поверхности кремния, их миграция по поверхности в адсорбированном состоянии к атомной ступени и их взаимодействие с атомами кремния ступени с образованием монооксида. Согласно другому механизму, атомарный кислород химически реагирует с адсорбированными на террасах атомами кремния, уменьшая концентрацию адатомов кремния на террасе. Уменьшение концентрации адатомов кремния на террасах компенсируется генерацией адатомов моноатомными ступенями, что также приведет к смещению ступени в сторону вышележащих террас. Наконец, возможен механизм, связанный с обра-

зованием на поверхности вакансий в результате удаления атома кремния из террасы при формировании молекулы монооксида кремния. Поток образовавшихся вакансий к моноатомной ступени будет приводить к удалению атомов из ступени за счет аннигиляции вакансий и атомов ступени. Следует учитывать, что взаимная аннигиляция поверхностной вакансии и адсорбированного атома кремния на террасах может также вызывать смещение атомных ступеней в сторону более высокой террасы, примыкающей к атомной ступени. Следовательно, при анализе взаимодействия кислорода с поверхностью кремния необходимо учитывать несколько атомных механизмов перемещения ступеней в зависимости от экспериментальных условий.

Как было показано выше, при термическом травлении возможна генерация ансамблей точечных дефектов и вакансий, которые мигрируют по поверхности террас и взаимодействуют как с моноатомными ступенями, так и друг с другом. Рассмотрим особенности ступенчато-слоевого механизма термического травления кислородом поверхности кремния (111), при котором не происходит взаимодействия вакансий между собой, приводящего к коалесценции, т.е. к формированию отрицательно заряженных двумерных островков. Согласно классической теории [15], скорость движения моноатомных ступеней при прочих равных условиях должна зависеть от ширины прилегающих террас. Эта зависимость должна быть линейной для случая, когда диффузионная длина поверхностной вакансии больше, чем расстояние между моноатомными ступенями. Когда ширина террас много больше диффузионной длины вакансий, скорость движения моноатомных ступеней не зависит от ширины прилегающих террас. На рис. 3 представлена зависимость скорости смещения моноатомных ступеней в зависимости от ширины прилегающих террас при термическом травлении кислородом для двух температур. Моноатомные ступени с прилегающими террасами больших размеров двигаются с большей скоростью,

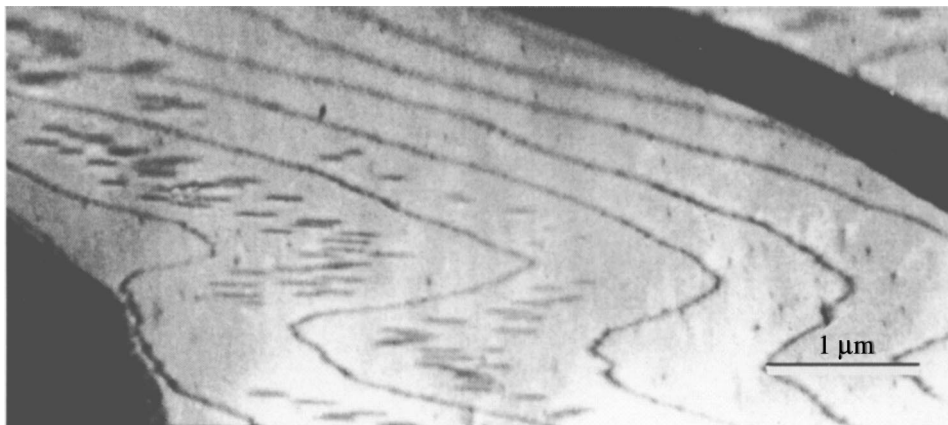


Рис. 4. Характерное ОЭМ изображение поверхности кремния, содержащей отрицательные двумерные островки, которые были сформированы в процессе кислородного травления кремния при давлении выше P_{crit} .

чем ступени с маленькими террасами. Линейная зависимость скорости смещения ступеней от ширины террас указывает на тот факт, что при данной температуре и определенном давлении кислорода длина миграции поверхностных вакансий больше или равна расстоянию между ступенями. С увеличением температуры скорость движения ступеней растет, так как увеличивается подвижность вакансий.

Было обнаружено, что на широких террасах между моноатомными ступенями при давлении кислорода более P_{crit} появляется дополнительный контраст на ОЭМ изображениях, который был идентифицирован как отрицательные островки моноатомной глубины (рис. 4). Данное наблюдение согласуется с ранее полученными результатами исследования процесса травления поверхности кремния [16]. Аналогично процессам гомоэпитаксиального роста на участках террас, непосредственно примыкающих к ступени, не наблюдалось формирования отрицательных островков [17]. Более того, отрицательные островки отсутствовали на участках поверхности с высокой плотностью атомных ступеней. Дальнейшее экспонирование поверхности кремния в кислородной атмосфере приводило к увеличению размеров островков. Через некоторое время наблюдалось соприкосновение увеличивающихся в размере отрицательных островков с моноатомными ступенями. Результатом этого является исчезновение островков и изменение формы ступени. Отсутствие какого-либо контраста на ОЭМ изображениях в местах взаимодействия островков и ступеней позволяет заключить, что глубина отрицательных островков равна высоте моноатомных ступеней, т.е. равна одному межплоскостному расстоянию. Дальнейшее движение ступени происходит с постепенной релаксацией к исходной форме ступени. Заметим, что при давлении кислорода выше некоторого значения происходило окисление поверхности кремния, что проявлялось в появлении однородной ряби на ОЭМ изображениях и отсутствии перемещения моноатомных ступеней.

Появление отрицательных двумерных островков на террасах свидетельствует о том, что термическое травление поверхности кремния происходит по механизму, связанному с генерацией поверхностных вакансий, коалесценция которых приводит к формированию двумерных отрицательных островков. Образование похожих отрицательных островков наблюдалось ранее при исследовании высокотемпературной сублимации (более 1200°C) на широких террасах [18] или при резком изменении температуры сублимации, когда уменьшалась диффузионная длина адатомов [11]. Однако в случае термического травления поверхности кремния кислородом такие островки формируются при меньших температурах ($500\text{--}900^\circ\text{C}$).

Проведенные нами эксперименты позволяют заключить, что в зависимости от температуры и давления кислорода термическое травление поверхности кремния происходит или по ступенчато-слоевому механизму, или за счет генерации двумерных отрицательных островков.

Ступенчато-слоевой механизм характеризуется смещением моноатомных ступеней при напуске кислорода. Он реализуется при высоких температурах или малых давлениях кислорода вследствие зарождения, миграции и взаимодействия поверхностных вакансий со ступенью. Двумерно-островковый механизм реализуется при более низких температурах или более высоком давлении кислорода и характеризуется появлением двумерных отрицательных островков. При определенных соотношениях температуры и давления кислорода наблюдались как первый, так и второй механизм термического травления, а иногда оба механизма наблюдались одновременно. Так, например, при давлении кислорода $\approx 10^{-7}$ Торр и температурах выше 750°C имело место образование больших островков и движение ступеней, в то время как при температурах более 860°C происходило только перемещение ступеней, а при температурах менее 640°C происходило преимущественное зарождение двумерных островков малых размеров и высокой плотности. Отметим, что даже при одинаковых температуре и давлении кислорода на одном и том же образце термическое травление могло происходить по ступенчато-слоевому механизму или посредством зарождения двумерных островков на участках с разной плотностью ступеней, т.е. на террасах различной ширины.

Следует отметить, что при экспозиции поверхности кремния (111) в кислородной атмосфере форма моноатомных ступеней изменялась от гладкой к зигзагообразной в микромасштабе (рис. 1 и 2). Так как микроизломы на ступенях появляются даже при термическом травлении по ступенчато-слоевому механизму, следовательно эти изломы не связаны со взаимодействием перемещающейся моноатомной ступени с отрицательными островками, как обсуждалось выше. Появление микроизгибов, по-видимому, обусловлено особенностью взаимодействия вакансий с атомами ступени. Детальный анализ ОЭМ изображений одного и того же места в различных азимутальных углах указывает, что микроизломы состоят из прямолинейных участков, строго ориентированных вдоль кристаллографических направлений $\langle 110 \rangle$. Были измерены размеры прямолинейных участков ступеней в зависимости от времени выдержки кристалла кремния в кислородной атмосфере при различных температурах и давлениях кислорода. Анализ среднеквадратичного отклонения формы ступеней от исходного состояния показал, что на начальных стадиях взаимодействия кислорода с кремнием шероховатость ступеней растет и затем выходит на постоянное значение. Конечная шероховатость ступени, а следовательно, и линейный размер изломов ступени увеличивается с ростом температуры кристалла и давления кислорода. Однако было обнаружено значительное уменьшение шероховатости ступеней вблизи температуры сверхструктурного перехода. Следовательно, сверхструктурная реконструкция инициировала "ограничение" моноатомных ступеней при термическом травлении поверхности кремния в слабом потоке кислорода. Появление похожих изгибов моноатомных ступеней, но с меньшей амплитудой, визуализировалось ранее при сверхструктурном переходе

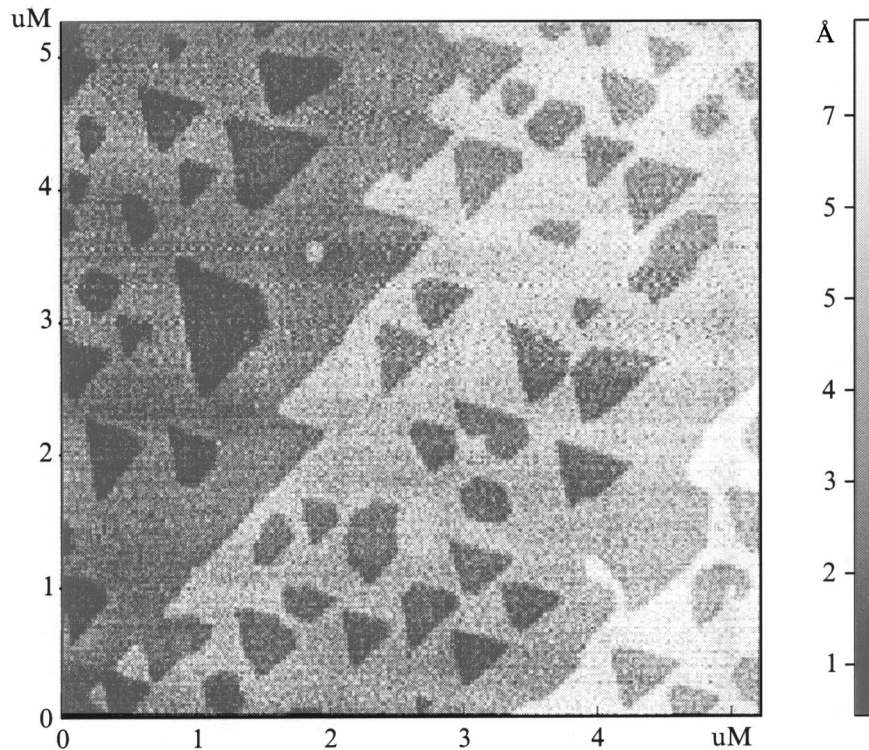


Рис. 5. Изображение поверхности кремния (111), полученное методом атомно-силовой микроскопии, после экспозиции атомно-чистой поверхности в потоке кислорода. Давление кислорода и температура кристалла выбирались таким образом, чтобы реализовать двумерно-островковый механизм термического травления кислородом поверхности кремния.

$(1 \times 1) \rightarrow (7 \times 7)$, который происходит на поверхности кремния (111) при уменьшении температуры до значений менее 830°C [19,20]. Появление изгибов связывалось с ориентацией сверхструктурного домена и наличием антифазных границ между отдельными доменами.

Наличие одноосного сжатия ОЭМ изображений из-за наклонного падения анализирующего электронного пучка не позволяет получить достоверную информацию о геометрической форме островков. По этой причине форма островков анализировалась методом атомно-силовой микроскопии после извлечения исследуемого образца из электронного микроскопа. Несмотря на формирование пленки естественного окисла при соприкосновении атмосферы с поверхностью кристалла кремния, извлеченного из сверхвысоковакуумной камеры, метод атомно-силовой микроскопии позволяет надежно визуализировать моноатомные ступени под слоем естественного окисла. На рис. 5 представлено изображение поверхности кремния (111), полученное методом атомно-силовой микроскопии, после экспозиции в кислородной среде в условиях реализации двумерно-островкового механизма травления. Участки более светлого контраста соответствуют более высоким элементам поверхности. Можно видеть три террасы, разделенные двумя моноатомными ступенями, высота которых с точностью до 0.1 нм равна одному межплоскостному расстоянию в кристалле кремния в направлении (111). На террасах видны ограниченные треугольные островки глубиной в одно межплоскостное

расстояние, что подтверждает наблюдения, полученные методом СВВ-ОЭМ. Форма двумерных островков зависела от температуры исследуемого кристалла и изменялась от правильных треугольников при низкой температуре ($< 700^\circ\text{C}$) и до совершенных кругов при высокой температуре ($> 800^\circ\text{C}$). Отметим, что моноатомные ступени содержат прямолинейные изломы, выстроенные вдоль кристаллографических направлений (рис. 5).

Измерения интенсивности зеркально отраженного пучка электронов в процессе термического травления поверхности кремния представлены на рис. 6. Обычно осцилляции связывают с периодическим изменением шероховатости поверхности, обусловленным зарождением и аннигиляцией двумерных островков на поверхности кристалла при эпитаксиальном росте [21]. Аналогичное явление происходит и при термическом травлении кислородом поверхности кремния с той разницей, что периодическое изменение рельефа происходит из-за формирования отрицательных островков. При реализации островкового механизма травления образовавшиеся в середине террасы вакансии не успевают добежать и встроиться в моноатомную ступень. В результате происходит коалесценция вакансий и образование отрицательного островка. Дальнейшая генерация новых вакансий и их взаимодействие с образовавшимися островками приводит к увеличению размеров островков. Последующее разрастание островков и их взаимодействие между собой приводит к полному удалению верхнего слоя

атомов кремния. В течение этого процесса морфология поверхности изменяется от первоначально гладкой (на террасах нет островков) до шероховатой (островки занимают половину площади террасы). Этот процесс вызывает периодические изменения интенсивности зеркально отраженного от поверхности пучка электронов. Следовательно, один период таких осцилляций соответствует удалению одного монослоя атомов кремния. Анализ периода осцилляций при различных температурах образца показывает, что при одном и том же давлении кислорода период осцилляций не изменялся в температурном интервале 540–825 °С. Это свидетельствует о низком активационном барьере для взаимодействия кислорода и кремния, а также указывает на тот факт, что термическое травление кислородом поверхности кремния ограничено процессом подвода молекул кислорода к поверхности кремния. При увеличении давления кислорода в вакуумной камере скорость травления поверхности, измеренная по скорости смещения монослойной ступени, увеличивалась, а период осцилляций интенсивности уменьшался. Следует отметить, что период осцилляций определялся давлением кислорода, а температурный интервал, в котором наблюдались осцилляции интенсивности отраженного электронного пучка, зависел от давления кислорода и расстояния между соседними монослойными ступенями.

Плотность двумерных островков на поверхности кристалла характеризует среднее расстояние между островками, которое при определенных условиях пропорционально длине миграции поверхностных вакансий [22]. Прямое измерение среднего расстояния между островками на ОЭМ изображении затруднено из-за наличия двух

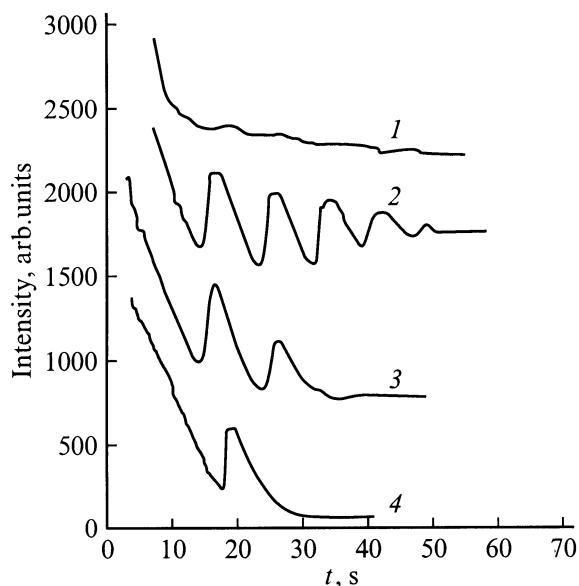


Рис. 6. Временные зависимости интенсивности зеркально отраженного электронного пучка в процессе термического травления поверхности кремния при постоянном давлении кислорода и различных температурах образца, °С: 1 — 835, 2 — 775, 3 — 745, 4 — 730.

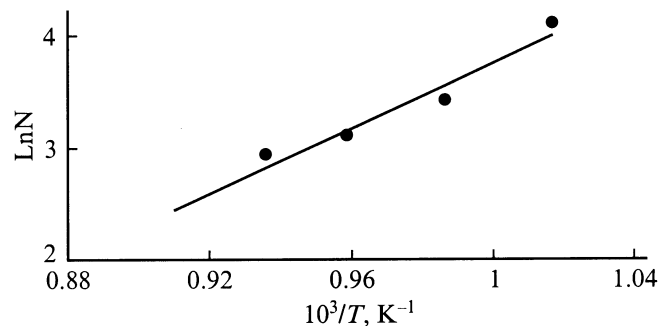


Рис. 7. Температурная зависимость числа отрицательных островков N , сформированных на одном и том же участке поверхности кристалла при постоянном давлении кислорода.

масштабов увеличения, обусловленных малым углом наблюдения. По этой причине температурная зависимость среднего расстояния между отрицательными островками измерялась по числу островков, возникающих на одном и том же участке поверхности при постоянном давлении кислорода. Чтобы исключить влияние монослойных ступеней, участок поверхности, по которому производился подсчет количества островков, выбирался в средней части наибольшей террасы. На рис. 7 представлены результаты измерений в аррениусовских координатах. Так как выше было показано, что скорость реакции образования монооксида кремния остается постоянной при изменении температуры в интервале 500–900 °С, активационная энергия для миграции поверхностной вакансии составляет 1.35 ± 0.15 эВ. Аналогичное значение было получено из температурной зависимости ширины зоны монослойной ступени, которая не содержит двумерные островки. Полученное значение для энергии активации поверхностной миграции вакансий соответствует данным, полученным в других работах [23], и в пределах ошибки равно энергии активации поверхностной диффузии адатомов кремния на грани кремния (111) [24].

Заключение

Сообщается о развитии метода сверхвысоковакуумной отражательной электронной микроскопии для исследования газовых реакций на атомно-чистой поверхности кремния. Проведены исследования начальных стадий взаимодействия молекулярного кислорода с поверхностью кремния (111). Показано формирование вакансий на поверхности кремния при термическом травлении кислородом при различных температурах и давлениях кислорода. Исследована кинетика движения монослойных ступеней при экспонировании в кислородной атмосфере. Приведена оценка энергии миграции поверхностных вакансий по распределению двумерных островков. Зарегистрированы осцилляции интенсивности зеркально отраженного электронного пучка от поверхности кремния при термическом травлении кислородом.

Работа была выполнена при частичной поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, научных программ "Физика твердотельных наноструктур" и "Поверхностные атомные структуры" (проект 3.5.99).

Авторы благодарят В.Ш. Алиева за полезные консультации при создании системы напуска газов в дифференциальное криогенное устройство электронного микроскопа.

Список литературы

- [1] H. Kahata, K. Yagi. Surf. Sci., **220**, 131 (1989).
- [2] F.M. Ross, J.M. Gibson. Phys. Rev. Lett., **68**, 1782 (1992).
- [3] K. Murooka, Y. Tanishiro, K. Takayanagi. Surf. Sci., **275**, 26 (1992).
- [4] T. Doi, A. Ishizaka, M. Ichikawa, S. Hosoki, K. Ninomiya. Jpn. J. Appl. Phys., **34**, 2986 (1995).
- [5] T. Hasegawa, M. Kohno, S. Hosaka, S. Hosoki. Surf. Sci., **312**, L753 (1994).
- [6] J.V. Seiple, J.P. Pelz. Phys. Rev. Lett., **73**, 999 (1994).
- [7] A.V. Latyshev, A.B. Krasilnikov, A.L. Aseev. Microscopy Res. a. Techn., **20**, 341 (1992).
- [8] А.А. Крошков, Э.А. Баранов, О.А. Якушенко, А.В. Латышев, А.Л. Асеев, С.И. Стенин. ПТЭ, **1**, 199 (1985).
- [9] A.V. Latyshev, A.L. Aseev, A.B. Krasilnikov, S.I. Stenin. Surf. Sci., **213**, 157 (1989).
- [10] C. Alfonso, J.C. Heyraud, J.J. Metois. Surf. Sci. Lett., **291**, L745 (1993).
- [11] А.В. Латышев, А.Л. Асеев, А.Б. Красильников, А.В. Ржанов, С.И. Стенин. ДАН, **300**, 84 (1988).
- [12] Y. Homma, R.J. McClelland, H. Hibino. Jpn. J. Appl. Phys., **29**, L2254 (1990).
- [13] R.E. Schlier, H.E. Fransworth. J. Chem. Phys., **30**, 917 (1959).
- [14] J.J. Lander, J. Morrison. J. Appl. Phys., **33**, 2089 (1962).
- [15] W.K. Burton, N. Cabrera, F.C. Frank. Philos. Trans. Res. Soc. London, **A243**, 299 (1951).
- [16] N. Shimuzu, Y. Tanishiro, K. Kobayashi, K. Takayanagi, K. Yagi. Ultramicroscopy, **18**, 453 (1985).
- [17] A.V. Latyshev, A.B. Krasilnikov, A.L. Aseev. Thin Films, **281/282**, 20 (1996).
- [18] Y. Homma, H. Hibino, T. Ogino, N. Aizawa. Phys. Rev. B, **55**, R10237 (1997).
- [19] Y. Tanishiro, K. Takayanagi, K. Yagi. Ultramicroscopy, **11**, 95 (1983).
- [20] A.V. Latyshev, A.B. Krasilnikov, L.V. Sokolov, A.L. Aseev, S.I. Stenin. Surf. Sci., **254**, 90 (1991).
- [21] J.H. Neave, P.J. Dobson, B.A. Joyce. Appl. Phys. Lett., **47**, 100 (1985).
- [22] J.A. Venables. Surf. Sci., **299/300**, 798 (1994).
- [23] N. Shimuzu, Y. Tanishiro, K. Takayanagi, K. Yagi. Surf. Sci., **191**, 28 (1987).
- [24] A.V. Latyshev, A.B. Krasilnikov, A.L. Aseev. Phys. Rev. B, **54**, 2586 (1996).

Редактор Н.М. Колчанова

***In situ* study of oxygen interaction with silicon (111) surface by means of an ultrahigh vacuum reflection electron microscopy**

S.S. Kosolobov, A.L. Aseev, A.V. Latyshev

Institute of Semiconductor Physics,
Siberian Branch of Russian Academy of Sciences,
630090 Novosibirsk, Russia

Abstract An ultrahigh vacuum reflection electron microscopy has been employed for studying initial stages of the oxygen interaction with a silicon (111) surface within the temperature range 500–900°C. Monatomic step upward motion and vacancy nucleation were observed during thermal etching of the silicon surface by molecular oxygen. The dependence of the step motion on the width of neighboring terraces was obtained. The intensity oscillations of the high energy electron beams reflected from the silicon surface were found in the stream of oxygen, when the two dimensional island etching occurs on the silicon surface. The activation energy for surface vacancy diffusion (1.35 ± 0.15 eV) was estimated.