

CARACTERIZACION DE LA SUPERFICIE DE SILICIO POROSO CRISTALINO Y POLICRISTALINO POR AFM

W. Rivera, A. L. Aponzá y A. E. Pisso.
Facultad de Ciencias Naturales, Exactas y de la Educación.
Universidad del Cauca
wrivera@ucauca.edu.co

RESUMEN

Se prepararon muestras de silicio poroso fotoluminiscente sobre material cristalino y policristalino por oxidación anódica en una celda electrolítica con corrientes de 15 a 30 mA/cm² en un medio con ácido fluorhídrico concentrado. Las muestras se analizaron con microscopio óptico, microscopio de barrido electrónico (SEM) y microscopio de fuerza atómica (AFM). La superficie de las muestras de silicio poroso cristalino (SPC) presentan variaciones de altura inferiores a 1000 Å y la formación de poros con diámetros entre 100y 750 nm. La superficie de las muestras de silicio poroso policristalino (SPP) revela ataques acelerados que forman depresiones superiores a 1 μm. El cálculo de la raíz cuadrática media de la rugosidad de la superficie permite reconocer las regiones de mayor oxidación anódica.

INTRODUCCIÓN

El silicio poroso (SP) tiene propiedades de fotoluminiscencia y electroluminiscencia en el rango visible que son apropiadas para la fabricación de dispositivos optoelectrónicos [1]. La teoría de confinamiento cuántico explica la emisión de luz visible del silicio poroso por medio de la formación de nanocristalitos de silicio en la capa porosa que producen alambres o hilos cuánticos [2]. También se propone un cambio en la superficie del material con la formación de compuestos a base de silicio con actividad óptica donde el siloxano o los hidruros de silicio se consideran responsables de la luminiscencia del silicio poroso [3].

La microestructura del SP ha sido estudiada por técnicas de microscopía sin obtener evidencia de nanoestructuras como las propuestas en el modelo de confinamiento cuántico. El límite de resolución del SEM de barrido impide la exploración de estructuras de tamaño nanométrico. La microscopía electrónica de transmisión tiene el límite de resolución requerido para observar las nanoestructuras pero el método de preparación de las muestras afecta la estructura de la capa porosa[4]. El microscopio de efecto túnel (STM) y el microscopio de fuerza atómica (AFM) tienen la resolución adecuada para caracterizar la superficie del SP, pero el primero exige depositar una capa conductora sobre la superficie del material la cual encubre las características morfológicas[5].

En este trabajo hemos preparado muestras de SP a partir de silicio cristalino y silicio policristalino para estudiar por medio del AFM, las características morfológicas y determinar las dimensiones de los poros formados en la superficie de múltiples muestras. La

caracterización incluye imágenes nanométricas en dos y tres dimensiones y medidas de la rugosidad y la porosidad del SP.

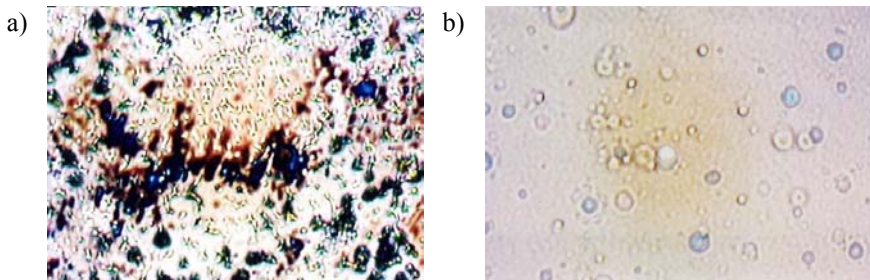
PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se utilizaron obleas de silicio cristalino (100) tipo p con resistividad de $2,4 \Omega\text{cm}$ y obleas de silicio policristalino grado solar tipo p con resistividad entre 1 y $100 \Omega\text{cm}$. La oxidación anódica de las obleas se realizó en un medio con ácido fluorhídrico concentrado (50% agua) por medio de una celda electrolítica como la descrita en la literatura [6]. La anodización de las muestras se llevó a cabo en un tiempo de 15 minutos a una densidad de corriente entre 15 y 30 mA/cm^2 .

Se corroboró la fotoluminiscencia de las muestras por medio de una lámpara ultravioleta de 2540 \AA de longitud de onda. Se utilizó un microscopio óptico Nikon 52846 tipo optiphot equipado con una cámara de video Panasonic modelo GP – KR 222 y un SEM tipo JEOL JSM –T300. La caracterización por AFM se realizó con un sistema Quesant tipo Q – Scope 250 montado sobre una mesa neumática con un barrido de $20 \mu\text{m}$ en el modo de contacto y con un equipo tipo Autoprobe CP producido por Park Scientific Instruments con un barrido de $5 \mu\text{m}$ operado en el modo de contacto. En los dos AFM se utilizó cantilevers de forma piramidal de nitruro de silicio con constante de fuerza de 0.01N/m .

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se realizó una exploración previa de las muestras de SP con el microscopio óptico y el SEM. Las muestras presentan una amplia gama de texturas superficiales que indican que el ataque electroquímico no es uniforme. Las figuras 1a) y 1b) presentan las imágenes obtenidas por microscopía óptica de muestras de SPC; la figura 1a) revela una superficie atacada en forma desigual con formación de poros y brechas de diferente forma y tamaño. La figura 1b) muestra una zona con un ataque leve donde se aprecian poros de forma circular con diferentes diámetros. Las figuras 1c) y 1d) corresponden a las imágenes de microscopía óptica de muestras de SPP. En ambas imágenes se observa



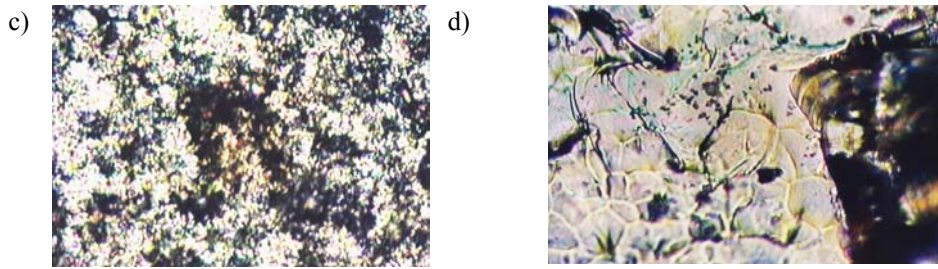


Fig. 1. Imágenes de microscopía óptica de SP crecidas sobre material cristalino a) y b); crecidas sobre material policristalino c) y d).

El ataque irregular de la superficie con regiones de profundas depresiones y cambios bruscos de topografía. En particular, en la figura 1d) se aprecian con claridad los granos característicos del material policristalino. El examen de la superficie del SP con el SEM muestra con mejor resolución la formación de poros de forma y tamaño irregular. La imagen 2a) es la imagen de una muestra de SPC mientras la imagen 2b) corresponde a la superficie de una muestra de SPP.

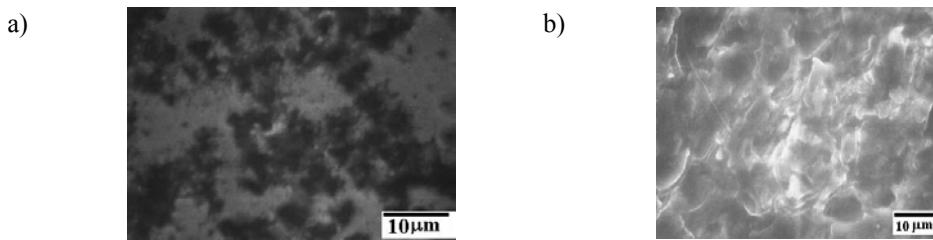


Fig.2. Imágenes de SEM para las muestras de SP: a) formado sobre *Silicio cristalino*; b) formado sobre *silicio policristalino*.

Las imágenes de AFM de SPC y SPP ofrecen una amplia variedad de formas topográficas. Las figuras 3a) y 3b) muestran en dos y tres dimensiones respectivamente, la superficie de una muestra de SPC con un arreglo de huecos, colinas y depresiones de tamaño y forma variable; los huecos señalados en la figura con las letras A, B y C tienen diámetros de 205nm, 212nm y 280nm, respectivamente.

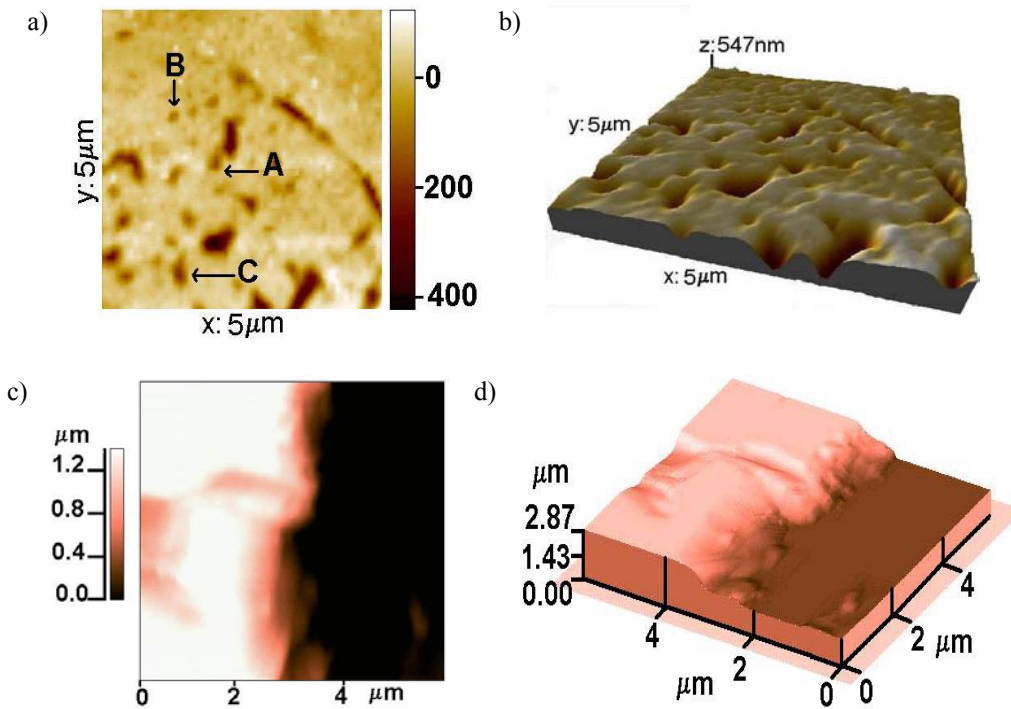


Fig. 3. Imágenes de AFM de SPC en dos dimensiones a), en tres dimensiones b) y de SPP en 2 dimensiones c) y en tres dimensiones d.)

Las figuras 3c) y 3d) corresponden a las imágenes en dos y tres dimensiones de una muestra de SPP. La muestra tiene regiones planas bordeadas de regiones atacadas fuertemente en el proceso de oxidación anódica las cuales producen terrazas con cambios de nivel de $1,42 \mu\text{m}$. En estas imágenes no se observan poros de tamaño nanométrico y se registra la presencia de granos.

Con base en las imágenes obtenidas por AFM, se calculó la rugosidad adoptando como criterio el valor de la raíz cuadrática media (rms). El rms de la rugosidad para la imagen de SPP es de $0,632 \mu\text{m}$ para el área total de $34,81 \mu\text{m}^2$; sin embargo en algunas regiones planas de la muestra el rms de la rugosidad es de solo 5 \AA . Para el SPC, el rms de la rugosidad es de $0,142 \mu\text{m}$ para la muestra con un área total de $25 \mu\text{m}^2$. El ataque anódico del SPP es mayor que el del SPC.

CONCLUSIONES

El examen del SPC y del SPP con AFM, al igual que los análisis por microscopía óptica y SEM confirman que la superficie del material es heterogénea con formaciones topográficas muy diversas donde se muestran poros y grietas con tamaños de valores muy dispersos. El ataque anódico del SPP es mayor que el del SPC. El análisis que se realizó con el AFM en el modo de contacto no permite confirmar la presencia de características de escala nanométrica de forma y tamaño concordantes con el modelo de confinamiento cuántico.

REFERENCIAS

- [1]. C. L. Curtis, V. V. Doan, G. M. Credo, M. J. Sailor, *J Electrochem. Soc.*, 140 (12), 3492 (1993).
- [2]. S. Trusso, C. Vasi, *J. Vac. Sci. Technol. B* 17 (2), 468 (1999).
- [3]. S. Guha, G. Hedershot, A. Peebles, P. Steiner, F. Kozlowski, W. Lang, *Appl. Phys. Lett.* 64 (5), 613 (1994).
- [4]. Y. H. Xie, W. L. Wison, F. M. Ross, J. A. Mucha, E.A: Fitzgerald, j.M. Macaulay and T. D. Harris, *Appl. Phys. Lett.* 71, 2403 (1994).
- [5]. G. B. Amisola, R. Behrensmeiser, J. M. Galligan, F. A. Otter, F. Namavar and, N. M. Kalkhoran, in *Atomic Force Microscopy/Scanning Tuneling Microscopy*, edited by S. H. Cohen, M. T. Bray, and M. L. Lightbody, Plenum Press, New York, (1994)
- [6]. D. Buttard, D. Bellet, G. Dolino, *J. Appl. Phys.* 79 (10), 8060 (1996).