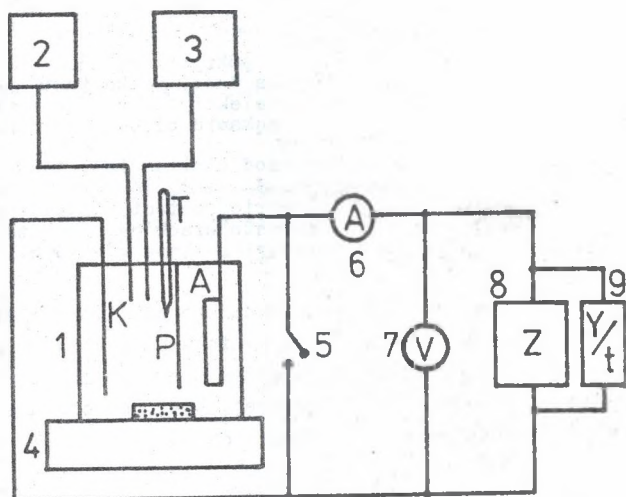


Stanisław ZOS

TECHNOLOGIA OTRZYMYWANIA TLENKÓW ANODOWYCH Z GaAs

Streszczenie. W pracy przedstawiono opis zaprojektowanego i wykonanego stanowiska do anodyzacji elektrolitycznej. Opracowano procedury mycia powierzchni GaAs przed i po anodyzacji. Zaproponowano kilka rodzajów obróbek termicznych tlenków i struktur MOS.

1. STANOWISKO DO ANODYZACJI

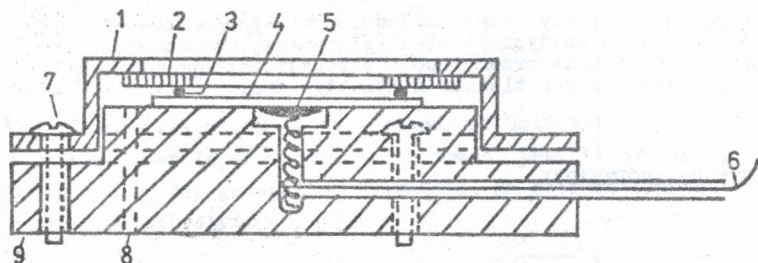


Rys. 1. Układ blokowy stanowiska do anodyzacji elektrolitycznej: 1- komora do anodyzacji, 2- pH-metr, 3- konduktometr, 4- mieszadło magnetyczne, 5- zwoła, 6,7- pomiar prądu i napięcia, 8- zasilacz programowany, 9- rejestrator

Fig. 1. Unit system of the stand for anodic oxidation during electrolysis: 1- anodic oxidation chamber, 2- pH-metr, 3- conductometr, 4- magnetic stirrer, 5- magnet keeper, 6,7- current and voltage measurement, 8- programmable feeder, 9- recorder

Anodyzację przeprowadzano metodą kombinowaną. W tym celu zaprojektowano i wykonano uniwersalne stanowisko umożliwiające anodyzację półprzewodników lub metali (rys. 1). Komorę do anodyzacji wykonano z pleksi, co umożliwia ciągłą obserwację narostu tlenku oraz stanu elektrolitu. Katodę wykonano

s blachy platynowej o wymiarach $0,05 \times 0,03 \times 0,001$ m. Duże trudności napotkano podczas mocowania płytek przeznaczonych do anodyzacji. Modele proponowane w literaturze [1,2] nie dawały zadowalających rezultatów (pękanie utlenianych płytek, wpełzanie elektrolitu na powierzchnię nie przewidzianą do utleniania). W wyniku prób przeprowadzonych z różnymi modelami na rys. 2 przedstawiono ostateczną wersję uchwytu do anodyzacji. Uchwyt ten umożliwia precyzyjne i powtarzalne ustalenie powierzchni anodyzowanej. Zabezpiecza próbkę przed uszkodzeniami mechanicznymi (bardzo ważne przy anodyzacji GaAs).



Rys. 2. Przekrój przez uchwyt do anodyzacji: 1- pokrywa teflonowa, 2- pierścień maskujący, 3- uszczelka, 4- płytka GaAs, 5- kontakt elektryczny z GaAs, 6- wyprowadzenie kontaktu elektrycznego, 7- śruby mocujące z pleksi, 8- otwór zapobiegający pękaniu płytek przy skręcaniu uchwytu, 9- podstawa uchwytu z teflonu

Fig. 2. Cross-section through the holder for anodic oxidation: 1- polytetrafluoroethylene cover, 2- masking ring, 3- seal, 4- GaAs plate, 5- electric contact, with GaAs, 6- electric contact lead, 7- perspex clamping screws, 8- opening which prevents cracking of plates when turning the holder, 9- polytetrafluorethylene base of the holder

Kolejnym problemem było zastosowanie odpowiedniego zasilacza. Dostępne na rynku krajowym zasilacze stabilizowane nie zapewniały prawidłowego przebiegu procesu anodyzacji. W tym przypadku było konieczne zastosowanie zasilacza o precyzyjnej stabilizacji prądowej i napięciowej. Zasilacz powinien umożliwiać regulację napięcia stabilizowanego w granicach od 1V do 400V, stabilizować prąd w zakresie od 10^{-4} A do 10^{-1} A. W tym celu zaprojektowano i wykonano odpowiadający tym wymaganiom zasilacz. Elektroniczny układ sterowania zaprojektowano opierając się na idei zawartej w [3].

Wykonany układ do anodyzacji umożliwia ciągły pomiar: temperatury roztworu, konduktancji, kwasowości oraz wykreślanie zależności napięcia anodyzacji od czasu trwania procesu. W przypadku stosowania roztworów higroskopijnych komorę uszczelniano smarem (Apiezon M). Ze względu na precyzyjne wykonanie poszczególnych elementów ostatni model komory nie wymaga dodatkowego uszczelniania.

2. STANOWISKO DO PREPARATYKI POWIERZCHNI PÓLPREWODNIKÓW

Stanowisko do preparatyki powierzchni składało się z zestawu: płuczek ultradźwiękowych, komory do mycia płytek w obiegu zamkniętym i dejonizatora typu AQUAPUR prod. NRD. Opracowano i sprawdzono kilka procedur mycia arsenku galu. Najlepsze rezultaty otrzymano stosując następującą procedurę mycia arsenku galu [4] :

- odtłuszczenie kolejno w trójchloroetylenie i acetonie, 180 s,
- usuwanie tlenu naturalnego w 1% roztworze kwasu solnego, 60 s,
- płukanie w wodzie dejonizowanej, 900 s,
- płukanie w 25% roztworze NH_4OH , 60 s,
- płukanie w wodzie dejonizowanej, 300 s,
- płukanie w acetonie w płuszcze ultradźwiękowej, 600 s,
- płukanie w wodzie dejonizowanej ($> 10^5 \Omega\text{cm}$),

Po tej procedurze mocowano płytkę w uchwycie do anodyzacji i natychmiast anodyzowano w roztworze przygotowanym następująco:

- sporządzono 3% roztwór kwasu winowego w wodzie dejonizowanej (pH=1,13, rezystywność $15 \Omega\text{cm}$),
- odmierzone 1 cz. objętościowo sporządzonego roztworu (w naszym przypadku 150 ml),
- odmierzone 2 cz. objętościowo glikolu etylenowego (pH=6,4, rezystywność $10^4 \Omega\text{cm}$),
- składniki zmieszano w komorze do anodyzacji (końcowa pH=2,4),
- roztwór buforowano NH_4OH do (pH=6,2÷6,4), rezystywność takiego roztworu w zależności od temperatury wynosiła (2,7÷2,9) Ωcm [5].

Po skończonym procesie anodyzacji próbki przemywano w alkoholu izopropylenowym i acetonie.

3. STANOWISKO DO WYGRZEWANIA TLENKÓW I STRUKTUR MOS

Otrzymane tlenki z arsenku galu poddawano wygrzewaniu w piecu dyfuzyjnym typu SDO-125 3-12,00 prod. ZSRR.

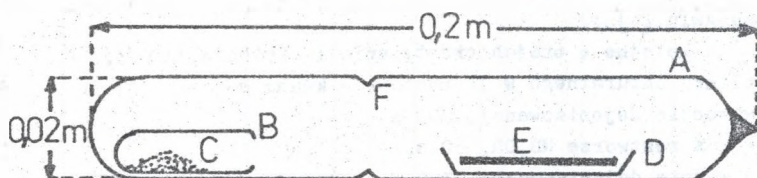
W tabeli I zestawiono rodzaje obróbki termicznej otrzymywanych tlenków.

Tabela I

Półprzewodnik	Temp.	Czas	Atmosfera wygrzewania
GaAs	573 K	1 h	W strumieniach argonu lub azotu, lub tlenu o prędkości przepływu 3 l 60 s
	673 K	1 h	W ampułach kwarcowych w próżni $1 \cdot 10^{-2}$ Pa w obecności metalicznego arsenu
	723 K	90 s	W strumieniu argonu o prędkości przepływu 3 l 60 s

Tlenki wygrzewane w 573 K były poddane obróbce termicznej przed lub po naparowaniu bramek (w przypadku struktur MOS). Pozostałe procesy wygrzewania przeprowadzano przed naparowaniem bramek aluminiowych.

Na rys. 3 przedstawiono przekrój przez układ stosowany do wygrzewania tlenków z GaAs w obecności arsenu metalicznego.



Rys. 3. Układ do wygrzewania tlenków w obecności As: A- ampula kwarcowa, B- próbówka kwarcowa, C- metaliczny As, D- łódka kwarcowa, E- płytka GaAs z wytworzonym tlenkiem, F- przewężenie w ampule zapobiegające przemieszczaniu się łódki z próbką

Fig. 3. System for annealing the oxides in the presence of As: A- quartz test-tube, C- metallic As, D- quartz boat, E- GaAs plate with the oxide formed, F- ampoule throat preventing displacement of the boat with the test-tube

4. STANOWISKO DO WYTWARZANIA STRUKTUR MOS I METALIZACJI USKOKÓW NA TLENKACH

Struktury MOS i metalizację uskoków (do pomiarów grubości tlenków) na tlenkach wytwarzano w napyłarce próżniowej typu NA 501 prod. ZTP Koszalin. Aluminium o czystości 99,9% parowano na tlenki poprzez maskę mechaniczną. Maską zawierała osiemnaście otworów o średnicy $4,6 \cdot 10^{-4}$ m, co umożliwiło otrzymanie w jednym procesie parowania tyłu struktur MOS i metalizowania jednego uskoku tlenku. Uskok w tlenku wykonywano metodą fotolitograficzną przy użyciu emulsji pozytywowej AZ-1350 produkcji firmy Shipleya USA. Następnie zbędną część tlenku trawiono w przypadku GaAs w 1% roztworze HCl.

5. PODSUMOWANIE

W artykule tym przedstawiono opis zaprojektowanego i wykonanego stanowiska do anodyzacji elektrolitycznej.

- Szczególną uwagę zwrócono na konstrukcję uchwytu do mocowania płytek przeznaczonych do anodyzacji.
- Przedstawiono opracowane procedury mycia powierzchni GaAs.
- Zaproponowano kilka rodzajów obróbek termicznych tlenków i struktur MOS.

LITERATURA

- [1] Spitzer S.M. i in.: J. Electrochem. Soc., Vol. 122, No 3, 1975, pp.397-402
- [2] Barber H.D. i in.: J. Electrochem. Soc., Vol. 123, No. 9, 1976, pp.1404-1409
- [3] Semiprofessionelles elektronisch stabilisiertes Netzgerät, ELV Journal, No 2, 1979, pp. 22-26.
- [4] Boś St.: Praca doktorska, Politechnika Wrocławska, 1985, (nie publikowana).
- [5] Libuś W. i in.: Elektrochemia, PWN, Warszawa 1975.

Recenzent: Prof. dr hab. Sławomir Kończak

ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ АНОДНЫХ ОКСИДОВ ИЗ GaAs

Р е з ю м е

В работе представлено описание запроектированного и сделанного стенда для электрохимического окисления. Разработано процедуру мытья поверхностей GaAs перед и после анодирования. Предложено несколько видов термической обработки оксидов и МОП-структур.

TECHNOLOGY OF ANODIC OXIDES PRODUCTION

S u m m a r y

A description of the designed and constructed stand for anodic during electrolysis has been presented in the paper. Some procedures of washing GaAs surface before and after anodic oxidation have been developed. Several types of thermal treatment of the oxides and MOS structures have been suggested.