

УДК 621.315.592

СНИЖЕНИЕ МИКРОТВЕРДОСТИ МОНОКРИСТАЛЛОВ АНТИМОНИДА ИНДИЯ ПРИ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОМ ОТЖИГЕ

*канд. физ.-мат. наук, доц. С.А. ВАБИЩЕВИЧ, Н.В. ВАБИЩЕВИЧ
(Полоцкий государственный университет),
канд. физ.-мат. наук, доц. Д.И. БРИНКЕВИЧ
(Белорусский государственный университет, Минск)*

Представлены результаты исследования влияния термообработок на микротвердость монокристаллов антимонида индия, полученного по методу Чохральского, с нанесенными на обратную сторону пластин пленками Cr, Ta и Gd. Измерения проводились по стандартной методике микроиндентирования со стороны пленок. Установлено, что зависимости микротвердости от нагрузки для исходных пластин имеют вид, характерный для твердых материалов, что свидетельствует о наличии приповерхностного упрочняющего слоя. Показано, что термообработка пластин InSb в диапазоне температур 300...450 °C приводит к снижению микротвердости приповерхностного слоя. При этом в объеме материала существенного влияния термообработки на прочностные характеристики не было обнаружено. Изменение микротвердости обусловлено формированием в процессе термообработки новых и перестройкой «ростовых» дефектно-примесных комплексов, что в свою очередь приводит к разрушению димеризованных химических связей у поверхности материала. Отмечено, что наилучшей адгезией обладают пленки Gd, отслоения которых не наблюдается как при термообработке, так и при последующем микроиндентировании пластин InSb.

Введение. Фотоприемники на основе антимонида индия широко применяются для создания различных тепlopеленгационных и тепловизионных систем, что обусловлено высокой технологичностью, чувствительностью и быстродействием приборов на основе InSb [1, 2]. Интерес к указанному материалу обусловлен также возможностью изготовления на базе InSb транзистора, обладающего более высоким быстродействием (примерно в 3 раза) и имеющего на порядок меньшее энергопотребление, чем кремниевые аналоги [3]. В процессе изготовления приборов монокристаллы неизбежно подвергаются контактными воздействиям (резка, шлифовка, полировка и т.д.) и термообработке. В этой связи представляет интерес исследование прочностных характеристик термообработанных пластин антимонида индия. С другой стороны, термообработка полупроводниковых пластин с нанесенными металлическими пленками является эффективным методом очистки от нежелательных технологических примесей [4].

Методика эксперимента. В настоящей работе исследовано влияние термообработок на микротвердость пластин монокристаллического (близкого по составу к стехиометрическому) n-InSb, полученного по методу Чохральского. Плотность ростовых дислокаций во всех исследованных монокристаллах не превышала $1 \cdot 10^2 \text{ см}^{-2}$, удельное сопротивление и подвижность носителей заряда варьировались в диапазоне соответственно 0,082...0,129 Ом·см и $(4,1...5,9) \cdot 10^5 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{с}$. На обратную (нерабочую) сторону части пластин методом магнетронного напыления наносились пленки Cr, Ta или Gd. Термообработка осуществлялась в инертной атмосфере (Ar) в диапазоне температур 300...450 °C длительностью от 24 до 70 часов.

Микротвердость (H) измерялась на приборе ПМТ-3 по методике, описанной в работе [5], при нагрузке на индентор 20...50 г. В качестве индентора использовался алмазный наконечник в форме четырехгранной пирамиды с квадратным основанием и углом при вершине 136°. Каждое значение H было получено в результате статистической обработки результатов (согласно [6]) не менее 50 измерений на одном образце. Точность измерений составляла 2...3 %.

Экспериментальные результаты и их обсуждение. Зависимости микротвердости от нагрузки (рис. 1, кривая 1) исходных пластин InSb имели вид, характерный для твердых материалов:

- с увеличением нагрузки микротвердость снижалась на 16...18 %;
- при нагрузке, равной 40 г, достигала стационарного значения.

Это свидетельствует о наличии приповерхностного упрочняющего слоя, наблюдающегося также в других полупроводниках и ряде металлов [7 – 9]. Распределение измеренных значений H было близко к гауссову. Его ширина $\Delta H/H$ не превышала 3,5 % при всех исследованных нагрузках (таблица). Для исходных пластин были характерны отпечатки квадратной формы. Трещины располагались в углах отпечатков и параллельно сторонам отпечатков. Средний балл микрохрупкости монокристалла

составлял от 2,5 (при нагрузке 20 г) до 3,1 (при 50 г). Глубина проникновения индентора варьировалась от 1,2 до 2,8 мкм.

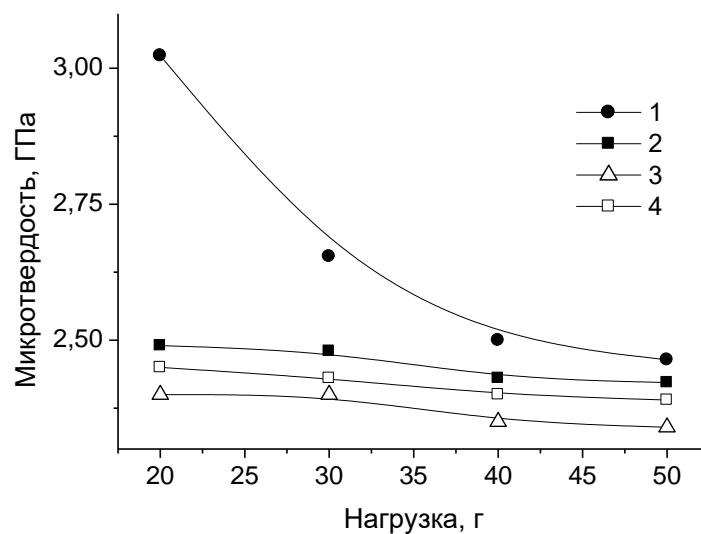


Рис. 1. Зависимость микротвердости от нагрузки для исходных (1) и термообработанных при 300 °С, 70 часов (2); 385 °С, 24 часа (3) и 450 °С, 24 часа (4) образцов InSb

Ширина профилей распределения микротвердости со стороны металлической пленки

№ образцов	Вид термообработки	ΔН/Н, в % при нагрузках		
		50 г	30 г	20 г
1	Исходный	3,1	3,5	3,6
2	300 °С, 70 часов	3,3	3,3	4,2
3	345 °С, 50 часов	3,3	5,0	6,9
4	345 °С, 50 часов (Ta)	3,2	5,6	7,1
5	385 °С, 24 часа	4,7	5,5	6,4
6	385 °С, 24 часа (Cr)	4,6	4,8	5,1
7	450 °С, 24 часа	5,1	5,3	8,2
8	450 °С, 24 часа (Ta)	5,1	7,9	10,5
9	450 °С, 24 часа (Gd)	2,8	3,6	5,9

Примечание. Образцы 4, 6, 8, 9 индентировались через металлическую (Ta, Cr или Gd) пленку

Термообработка приводила к снижению микротвердости приповерхностного слоя и существенно не изменяла значения *H* в объеме пластин во всем исследовавшемся интервале температур (см. рис. 1). Так, при малых (20 г) нагрузках микротвердость уменьшалась на 15...25 %, а при больших (50 г) ее изменения не превышали 3...5 %, что близко к погрешности измерений.

Таким образом, термообработка приводит к исчезновению эффекта приповерхностного упрочнения – значения *H* при малых и больших нагрузках становятся практически идентичными. Увеличение температуры термообработки от 300 до 450 °С приводило к незначительному (близкому к погрешности измерения) снижению величины *H* при всех исследовавшихся нагрузках (см. рис. 1, кривые 2 – 4).

Отметим также, что термообработка приводит к уширению распределения микротвердости в 1,5...3 раза (см. таблицу), наиболее отчетливо проявляющемся при высоких температурах и малых нагрузках. Это свидетельствует о снижении в процессе термообработки однородности монокристаллов InSb, особенно вблизи поверхности.

В процессе термообработки наблюдалось частичное отслоение металлических пленок Ta (рис. 2, а) и в меньшей степени Cr (рис. 2, б). С ростом температуры площадь отслоившейся пленки увеличивалась. При индентировании через пленки указанных металлов вокруг отпечатков имело место дополнительное отслоение пленки, наблюдавшееся как светлые овалы вокруг отпечатков (рис. 2, а, б). Причем для образцов с пленкой Ta характерным являлось отслоение пленки при любых нагрузках на индентор, а для пле-

нок Cr – только при больших нагрузках. Наличие пленок не оказывало существенного влияния на величину микротвердости термообработанных пластин (см. таблицу). Наилучшей адгезией обладали пленки Gd. Их отслоения не наблюдалось как при термообработке, так и последующем индентировании (рис. 2, в). Отпечатки имели четкие границы, овалов вокруг них не наблюдалось.

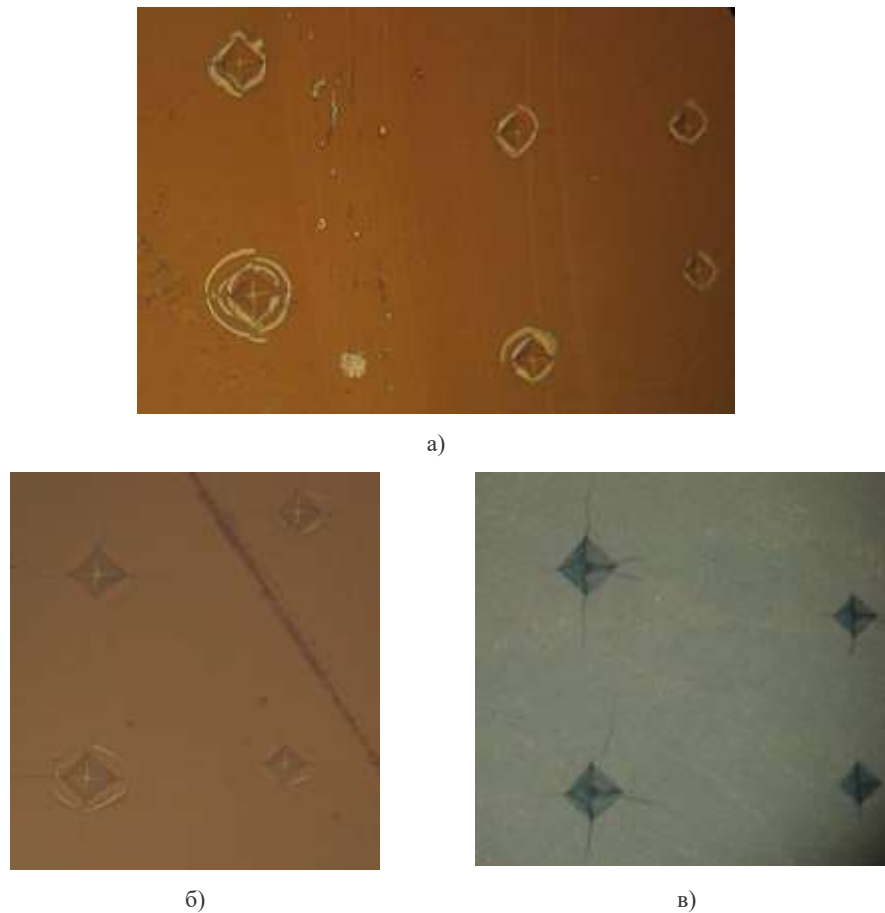


Рис. 2. Характерные отпечатки термообработанных образцов InSb при индентировании через металлическую пленку Ta (а), Cr (б) или Gd (в)

Полученные экспериментальные результаты можно объяснить со следующих позиций.

Изменение микротвердости в процессе термообработки обусловлено образованием новых и перестройкой «ростовых» дефектно-примесных комплексов [10]. Дефектно-примесный состав монокристаллов InSb существенно зависит от условий выращивания [11]. В кристаллах, состав которых близок к стехиометрическому, преобладают анизотропные микродефекты, имеющие размытую границу с матрицей. В образцах с отклонением от стехиометрического состава наблюдаются дефекты кубической симметрии. Указанные обстоятельства приводят к существенным различиям в их поведении при термообработке. Так, распад «ростовых» микродефектов, сопровождающийся уменьшением параметра решетки, в образцах с отклонением от стехиометрического состава наблюдается в процессе отжига при 360 °С, длительностью 8 часов [12], а в образцах стехиометрического состава – при кратковременном нагреве до температур свыше 460 °С [13]. Уменьшение параметра решетки InSb при термообработке должно приводить к увеличению энергии связи и, соответственно, к возрастанию микротвердости монокристалла. Однако нами не наблюдалось указанного эффекта, наоборот, имело место некоторое снижение микротвердости в объеме монокристаллов антимонида индия. Это свидетельствует о том, что распада ростовых микродефектов в образцах стехиометрического состава даже при длительных термообработках в диапазоне температур 300...450 °С не наблюдается, что согласуется с данными работы [13].

На наш взгляд, приповерхностное упрочнение монокристаллов антимонида индия обусловлено наличием в n-InSb низкоомного инверсного приповерхностного тонкого (менее 0,1 мкм) слоя, концентрация дырок в котором достигает примерно 10^{13} см^{-3} [14]. Природа его до настоящего времени не установлена. Экспериментальные данные о возможной его трансформации в процессе термообработки в литературе отсутствуют. Вследствие высокой концентрации носителей в наших образцах (более 10^{14} см^{-3})

было невозможно однозначно установить наличие либо отсутствие указанного приповерхностного проводящего слоя и тем более исследовать его возможную трансформацию при термообработке.

Возможное влияние на величину H испарения сурьмы в процессе термообработки, на наш взгляд, можно исключить по нескольким причинам:

- во-первых, наши микроскопические исследования не показали искажений поверхности (холмиков) после термообработки даже при 450 °С, что согласуется с данными работы [13], в которой испарение сурьмы при термообработке InSb в атмосфере гелия наблюдалось только при температурах выше 490 °С;

- во-вторых, наличие микрорельефа поверхности должно приводить к увеличению микротвердости приповерхностного слоя [7]; мы же наблюдали, наоборот, существенное снижение микротвердости приповерхностного слоя.

Согласно [7], приповерхностное упрочнение полупроводников обусловлено димеризацией несбалансированных химических связей у поверхности. Таким образом, наблюдавшееся нами снижение микротвердости приповерхностной области связано, вероятнее всего, с разрушением димеризованных связей в процессе термообработки.

Выводы

Установлено, что термообработка пластин InSb в диапазоне температур 300...450 °С приводит к снижению микротвердости приповерхностного слоя. Существенного изменения микротвердости в объеме антимионида индия не наблюдается. Наилучшей адгезией обладают пленки Gd.

ЛИТЕРАТУРА

1. Криксунов, Л.З. Справочник по основам инфракрасной техники / Л.З. Криксунов. – М.: Сов. радио, 1978. – С. 251 – 268.
2. Физический энциклопедический словарь. – М.: Сов. энциклопедия, 1983. – 745 с.
3. Ashley, T. Novel InSb-based quantum well transistors for ultra-high speed, low power logic applications / T. Ashley [etc.] // Solid-State and Integrated Circuits Technology: Proc. 7th Int. Conf., 2004 – V. 3. – P. 2253 – 2256.
4. Myers, S.M. Mechanisms of transition-metal gettering in silicon / S.M. Myers, M. Seibt, W. Schroter // J. Appl. Phys. – 2000. – V. 88, № 7. – P. 3795 – 3819.
5. Боярская, Ю.С. Физика процессов микроиндентирования / Ю.С. Боярская, О.З. Грабко, М.С. Кац. – Кишинев: Штиинца, 1986. – 294 с.
6. Микулик, Н.А. Решение технических задач по теории вероятностей и математической статистике / Н.А. Микулик, Г.Н. Рейзина. – Минск: Высшая школа, 1991. – 164 с.
7. Герасимов, А.Б. Физическая природа изменения микротвердости по глубине образца / А.Б. Герасимов [и др.] // Физика и химия обработки материалов. – 2004. – № 3. – С. 71 – 74.
8. Герасимов, А.Б. О распределении величины микротвердости по глубине образца / А.Б. Герасимов [и др.] // Физика твердого тела. – 1999. – Т. 41, № 7. – С. 1225 – 1227.
9. Герасимов, А.Б. Влияние света на микротвердость металлов / А.Б. Герасимов [и др.] // Физика и химия обработки материалов. – 2003. – № 4. – С. 5 – 8.
10. Березина, Г.М. Изменение микротвердости кремния при низкотемпературном отжиге / Г.М. Березина, Ф.П. Коршунов, Л.И. Мурин // Изв. АН СССР. Неорганические материалы – 1990. – Т. 26, № 4. – С. 683 – 686.
11. Бублик, В.Т. Диффузионное рассеяние рентгеновских лучей микродефектами в монокристаллах InSb, выращенных с различными отклонениями от стехиометрии / В.Т. Бублик, К.Д. Щербачев // Кристаллография. – 1997. – Т. 42, № 2 – С. 326 – 330.
12. Бублик, В.Т. Собственные точечные дефекты в нелегированных монокристаллах антимионида индия / В.Т. Бублик [и др.] // Изв. АН СССР. Неорганические материалы – 1984. – Т. 20, № 3. – С. 364 – 366.
13. Абаева, Т.В. Природа собственных точечных дефектов в монокристаллах InSb / Т.В. Абаева [и др.] // Изв. АН СССР. Неорганические материалы. – 1987. – Т. 23, № 2. – С. 195 – 198.
14. Петровский, В.И. Влияние поверхностной проводимости на электрофизические свойства компенсированного n-InSb / В.И. Петровский [и др.] // Физика и техника полупроводников. – 1978. – Т. 12, № 12. – С. 1904 – 1908.

Поступила 05.03.2007