

УДК 621.315.592

## Разупрочнение приповерхностного слоя монокристаллов антимонида индия при термообработке

© 2007 Д.И.Бринкевич\*, С.А.Вабищевич, Н.В.Вабищевич

УО "Полоцкий государственный университет", Новополоцк, Беларусь  
E-mail: vabser@fut.by

\* Белорусский государственный университет, Минск, Беларусь  
E-mail: brinkevich@bsu.by

Поступила в редакцию 13 марта 2007 г.

Показано, что термообработка пластин InSb, покрытых пленками Cr, Ta и Gd, при температурах 300-450°C приводит к снижению микротвердости приповерхностного слоя. Наилучшей адгезией с подложкой обладают пленки Gd.

It is shown that heat treatment of InSb coated with Cr, Ta and Gd films at 300-450°C leads to decrease of microhardness of near the surface layer. The best adhesion with the substrate has Gd film.

### 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 этому материалу обусловлен также возможностью изготовления на базе InSb транзисторов, обладающих более высоким (в ~3 раза) быстродействием и на порядок меньшим энергопотреблением, чем кремниевые аналоги [3]. В процессе изготовления приборов монокристаллы подвергаются контактным воздействиям (резка, шлифовка, полировка и т.д.) и термообработке.

Для очистки полупроводниковых пластин от нежелательных технологических примесей перед термообработкой на их поверхность часто наносят металлические пленки. Известно, что после термообработки пластин кремния с нанесенной металлической пленкой концентрация технологических примесей в нем существенно (иногда на порядки)

уменьшается, что приводит к снижению микротвердости. Данная работа проведена с целью проверки существования подобного эффекта на пластинах антимонида индия [4], покрытых пленками Cr, Ta и Gd.

### Методика эксперимента

Исследовалось влияние термообработки на микротвердость пластин монокристаллического *n*-InSb, полученного по методу Чохральского и близкого по составу к стехиометрическому. Плотность ростовых дислокаций в монокристаллах не превышала  $1 \cdot 10^2 \text{ см}^{-2}$ , удельное сопротивление и подвижность носителей заряда варьировались в диапазоне 0,082-0,129 Ом·см и  $(4,1-5,9) \cdot 10^5 \text{ см}^2/(\text{В} \cdot \text{с})$  соответственно. На обратную (нерабочую) сторону некоторых пластин методом магнетронного напыления наносились пленки Cr, Ta или Gd толщиной ~10 нм. Термообработка пластин проводилась в инертной атмосфере (Ar) при температурах 300-450°C, длительность отжига составляла от 24 до 70 ч.

Микротвердость пластин измерялась на приборе ПМТ-3 по методике [5] при нагрузке на индентор 20-50 г. В качестве индентора использовалась алмазная четырехгранная пирамида с квадратным основанием и углом при вершине 136°. Большинство измерений проводилось на чистой (не покрытой пленкой) поверхности пластин. Каждое значение микротвердости  $H$  было получено в результате статистической обработки [6] результатов не менее 50 измерений на одном образце. Точность измерений составляла 2-3%.

**Результаты и обсуждение**

Зависимости микротвердости исходных пластин InSb от величины нагрузки на индентор  $P$  имели вид, характерный для твердых материалов. С увеличением нагрузки микротвердость снижалась на 16-18% и при  $P=40$  г достигала стационарного значения (рис.1, кривая 1), что свидетельствует о существовании в InSb поверхностного упрочненного слоя, такого же, как и в других полупроводниках и некоторых металлах [7-9].

Статистическая обработка результатов измерения показала, что распределение значений микротвердости, характеризуемое величиной  $\Delta H/H$ , близко к гауссовскому. Ширина распределения  $\Delta H/H$  во всех случаях не превышала 3,5% (табл.1). Трещины располагались в углах отпечатков и были параллельны сторонам отпечатков. Средний балл микрохрупкости [10] монокристалла составлял от 2,5 (при нагрузке 20 г) до 3,1 (при 50 г). Глубина проникновения индентора в зависимости от нагрузки на индентор варьировалась от 1,2 до 2,8 мкм.

Термообработка приводила к снижению микротвердости поверхностного слоя и не оказывала существенного влияния на величину  $H$  в объеме

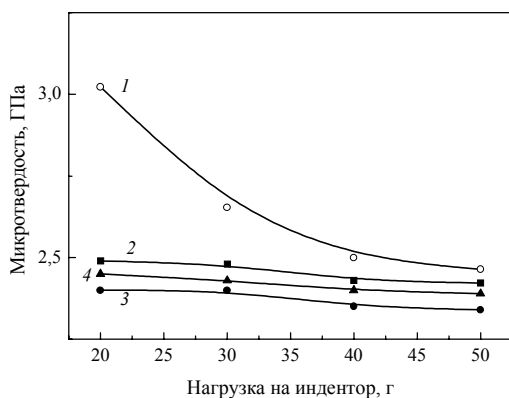


Рис.1. Зависимость микротвердости  $H$  от нагрузки на индентор  $P$  для исходных (1) и отожженных при 300°C/70 ч (2), 385°C/24 ч (3) и 450°C/24 ч (4) образцов InSb.

Таблица 1

Ширина профиля распределения значений микротвердости при индентировании пластин InSb со стороны металлической пленки

№ образцов	Вид термообработки	$\Delta H/H$ (%) при нагрузке на индентор		
		50 г	30 г	20 г
1	Исходный	3,1	3,5	3,6
2	300°C, 70 ч	3,3	3,3	4,2
3	345°C, 50 ч	3,3	5,0	6,9
4	345°C, 50 ч (Ta)	3,2	5,6	7,1
5	385°C, 24 ч	4,7	5,5	6,4
6	385°C, 24 ч (Cr)	4,6	4,8	5,1
7	450°C, 24 ч	5,1	5,3	8,2
8	450°C, 24 ч (Ta)	5,1	7,9	10,5
9	450°C, 24 ч (Gd)	2,8	3,6	5,9

Примечание: образцы 4, 6, 8, 9 индентировались через металлические (Ta, Cr, Gd) пленки.

пластин (рис. 1). При нагрузке на индентор 20 г микротвердость после отжига уменьшалась на 15-25%, тогда как при нагрузке 50 г — не более чем на 3-5%, что близко к погрешности измерений. Таким образом, термообработка приводит к разупрочнению поверхностного слоя, и значения  $H$  при малых и больших нагрузках становятся практически одинаковыми. Повышение температуры отжига от 300 до 450°C приводило к незначительному (близкому к погрешности измерения) снижению величины  $H$  при любых нагрузках (рис.1, кривые 2-4).

Термообработка также приводит к уширению распределения  $\Delta H/H$  в 1,5-3 раза (табл.1), наиболее заметно при высоких температурах и малых нагрузках, что можно рассматривать как свидетельство снижения однородности монокристаллов InSb в процессе термообработки, особенно вблизи поверхности, вследствие формирования мелких (<1 мкм) дефектных областей.

После термообработки наблюдалось частичное отслаивание металлических пленок Ta и, в меньшей степени, Cr. С повышением температуры отжига площадь отслоившейся пленки увеличивалась. При индентировании через эти пленки вокруг отпечатков происходило дополнительное отслаивание пленки, проявляющееся в виде светлых овалов вокруг отпечатков (рис.2а). Для образцов с пленкой Ta отслаивание пленки происходит при любых нагрузках на индентор, а для образцов с пленкой Cr — только при больших нагрузках.

Наличие металлической пленки не оказывало существенного влияния на величину микротвердости термообработанных пластин (табл.1). Наилучшей адгезией обладали пленки Gd, отслаивание которых не наблюдалось ни после термообработки, ни после индентирования (рис.2б). Отпечатки на образцах с

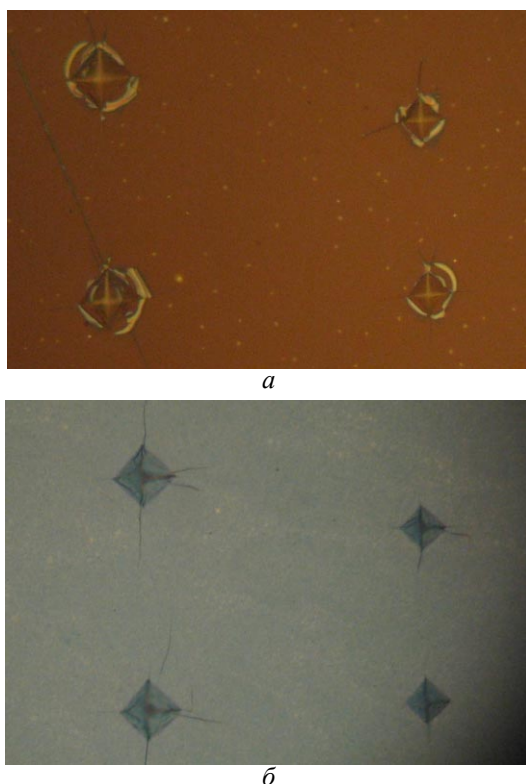


Рис.2. Микрофотографии отпечатков отожженных образцов InSb при индентировании через металлическую пленку Ta (а) или Gd (б).

пленкой Gd имели четкие границы, овалов вокруг них не наблюдалось.

Изменение микротвердости в процессе термообработки объясняется образованием новых и перестройкой “ростовых” дефектно-примесных комплексов [11]. Дефектно-примесный состав монокристаллов InSb существенно зависит от условий их выращивания [12]. В кристаллах, состав которых близок к стехиометрическому, преобладают анизотропные микродефекты, имеющие размытую границу с матрицей. В образцах с отклонением от стехиометрии наблюдаются дефекты кубической симметрии. Все это приводит к существенным различиям в поведении кристаллов с различной стехиометрией при термообработке. Так, распад “ростовых” микродефектов, сопровождающийся уменьшением параметра решетки, в образцах с отклонением от стехиометрического состава наблюдается в процессе отжига при 360°C длительно 8 ч [13], а в образцах стехиометрического состава — при кратковременном нагреве до температур выше 460°C [14]. Уменьшение параметра решетки InSb при термообработке должно приводить к увеличению

энергии связи и, соответственно, возрастанию микротвердости монокристалла. Однако в наших экспериментах этот эффект не наблюдался, наоборот, происходило некоторое снижение микротвердости в объеме монокристаллов антимонида индия, что свидетельствует об отсутствии распада ростовых микродефектов в образцах стехиометрического состава даже при длительной термообработке в интервале температур 300-450°C. Этот результат согласуется с данными работы [14].

Поверхностное упрочнение монокристаллов антимонида индия, по-видимому, связано с наличием в *n*-InSb тонкого (менее 0,1 мкм) низкоомного инверсного поверхностного слоя, концентрация дырок в котором достигает  $\sim 10^{13} \text{ см}^{-3}$  [15]. Природа этого слоя не установлена. Экспериментальные данные о возможности его трансформации в процессе термообработки в литературе также отсутствуют. Вследствие высокой концентрации носителей в наших образцах ( $\text{более } 10^{14} \text{ см}^{-3}$ ) однозначно установить наличие или отсутствие поверхностного проводящего слоя и, тем более, исследовать его возможную трансформацию при термообработке было невозможно.

Влияние на величину микротвердости испарения сурьмы в процессе термообработки, по-видимому, можно исключить. Во-первых, микроскопические исследования не показали искажений поверхности (холмиков) после термообработки даже при 450°C, что согласуется с данными работы [14], в которой испарение сурьмы при термообработке InSb в атмосфере гелия наблюдалось только при температурах выше 490°C. Во-вторых, наличие микро-рельефа поверхности должно приводить к увеличению микротвердости поверхностного слоя [7], тогда как в наших экспериментах, наоборот, наблюдалось существенное снижение микротвердости.

Согласно [7], поверхностное упрочнение полупроводников вызвано димеризацией несбалансированных химических связей вблизи поверхности, так что наблюдавшееся в наших экспериментах снижение микротвердости поверхностного слоя связано, вероятнее всего, с разрушением димеризованных связей в процессе термообработки.

## Выводы

Термообработка пластин InSb в интервале температур 300-450°C приводит к снижению микротвердости приповерхностного слоя, при этом существенного изменения микротвердости в объеме не наблюдается.

**Литература**

1. Криксунов Л.З. Справочник по основам инфракрасной техники. М.: Сов. радио, 1978, с.251-268.
2. Физический энциклопедический словарь. М.: Сов. энциклопедия, 1983, с.745.
3. Ashley T., Barnes A.R., Buckle L., Datta S., Dean A.B., Emery M.T., Fearn M., Hayes D.G., Hilton K.P., Jefferies R., Martin T., Nash K.J., Phillips T.J., Tang W.H.A., Wilding P.J., Chau R. Novel InSb-based quantum well transistors for ultra-high speed, low power logic applications. Proc. 7 Int. Conf. Solid-State and Integrated Circuits Technology. Beijing, Oct. 18-21, 2004. V.3, p.2253-2256.
4. Myers S.M., Seibt M., Schroter W. Mechanisms of transition-metal gettering in silicon. J.Appl.Phys., 2000, v.88, No.7, p.3795-3819.
5. Боярская Ю.С., Грабко О.З., Кац М.С. Физика процессов микроиндентирования. Кишинев: Штиинца, 1986, 294 с.
6. Микулик Н.А., Рейзина Г.Н. Решение технических задач по теории вероятностей и математической статистике. Мн.: Высшая школа, 1991, 164 с.
7. Герасимов А.Б., Чирадзе Г.Д., Казаров Р.Э., Ломидзе И.Д., Ратиани Т.К. Физическая природа изменения микротвердости по глубине образца. ФХОМ, 2004, №3, с.71-74.
8. Герасимов А.Б., Чирадзе Г.Д., Кутивадзе Н.Г., Бибилашвили А.П., Бохочадзе З.Г. О распределении величины микротвердости по глубине образца. ФТТ, 1999, т.41, №7, с.1225-1227.
9. Герасимов А.Б., Кутелия Э.Р., Чирадзе Г.Д., Бохочадзе З.Г., Кимеридзе Д.А., Ратиани Т.К. Влияние света на микротвердость металлов. ФХОМ, 2003, №4, с.5-8.
10. Глазов В.М., Вигдорович В.Н. Микротвердость металлов и полупроводников. М.: Металлургия, 1983, 384 с.
11. Березина Г.М., Коршунов Ф.П., Муринов Л.И. Изменение микротвердости кремния при низкотемпературном отжиге. Изв.АН СССР, Неорганич. материалы, 1990, т.26, №4, с.683-686.
12. Бублик В.Т., Щербачев К.Д. Диффузионное рассеяние рентгеновских лучей микродефектами в монокристаллах InSb, выращенных с различными отклонениями от стехиометрии. Кристаллография, 1997, т.42, №2, с.326-330.
13. Бублик В.Т., Кеворков М.Н., Освенский В.Б., Попков А.Н., Столяров О.Г. Собственные точечные дефекты в нелегированных монокристаллах антимонида индия. Изв.АН СССР, Неорганич. материалы, 1984, т.20, №3, с.364-366.
14. Абаева Т.В., Бублик В.Т., Морозов А.Н., Переверзев А.Т. Природа собственных точечных дефектов в монокристаллах InSb. Изв.АН СССР, Неорганич. материалы, 1987, т.23, №2, с.195-198.
15. Петровский В.И., Соловьев Н.Н., Омеляновский Э.М., Ивлева В.С. Влияние поверхностной проводимости на электрофизические свойства компенсированного *n*-InSb. ФТП, 1978, т.12, №12, с.1904-1908.