

ФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

PHYSICAL CHARACTERISTICS AND THEIR STUDY

Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. 2021. Т. 24, № 1. С. 48—56.
DOI: 10.17073/1609-3577-2021-1-48-56

УДК 621.315.61

Исследование влияния вида обработки на прочность монокристаллических пластин нелегированного антимионда индия

© 2021 г. С. С. Кормилицина^{1,§}, Е. В. Молодцова¹, С. Н. Князев¹, Р. Ю. Козлов¹,
Д. А. Завражин¹, Е. В. Жарикова¹, Ю. В. Сыров²

¹ АО «Гиредмет»,
Электродная ул., д. 2, Москва, 111524, Россия

² МИРЭА – Российский технологический университет,
просп. Вернадского, д. 78, Москва, 119454, Россия

Аннотация. Методом плоско–поперечного изгиба проведены измерения прочности тонких монокристаллических пластин нелегированного InSb с кристаллографической ориентацией (100). Установлено, что прочность пластин (толщиной ≤ 800 мкм) зависит от их обработки. Использование полного цикла обработки (шлифовки и химической полировки) позволяет увеличить прочность пластин InSb в 2 раза (от 3,0 до 6,4 кг/мм²). Показано, что зависимость прочности от обработки для пластин с ориентацией (100) аналогична этой зависимости для пластин (111), при этом величина прочности пластин (111) в 2 раза выше. Методом контактной профилометрии измерена шероховатость тонких пластин, также прошедших последовательные этапы обработки. Установлено, что при проведении полного цикла обработки шероховатость пластин InSb уменьшается (R_a от 0,6 до 0,04 мкм), приводя к общему выравниванию шероховатости на поверхности. Проведено сравнение прочности и шероховатости пластин (100) InSb и GaAs. Установлено, что прочность резаных пластин GaAs в 2 раза выше прочности резаных пластин InSb и незначительно увеличивается после полного цикла их обработки. Показано, что шероховатость пластин GaAs и InSb после полного цикла обработки поверхности значительно уменьшается: в 10 раз для InSb за счет общего выравнивания поверхности и в 3 раза для GaAs (R_z от 2,4 до 0,8 мкм) за счет снижения пиковой составляющей. Проведение полного цикла обработки пластин InSb позволяет повысить их прочность, удаляя нарушенные слои последовательными операциями и снижая риск развития механических повреждений.

Ключевые слова: антимионд индия, метод Чохральского, тонкие пластины, предел прочности, механическая обработка, химическая полировка, кристаллографическая ориентация, шероховатость пластин

Введение

Монокристаллический антимионд индия, по-прежнему, является одним из основных полупроводниковых материалов, составляющих элементную

базу широкой области твердотельной электроники — оптоэлектроники. На его основе изготавливаются линейные и матричные фотоприемники, работающие в спектральном диапазоне длин волн 3—5 мкм, которые используются в качестве фоточувствитель-

Кормилицина Светлана Сергеевна^{1,§} — стажер–исследователь, e-mail: kormilicina_0796@mail.ru; <https://orcid.org/0000-0002-2741-556X>; Молодцова Елена Владимировна¹ — канд. техн. наук, ведущий научный сотрудник; <https://orcid.org/0000-0002-2699-9524>; Князев Станислав Николаевич¹ — канд. техн. наук, начальник лаборатории; <https://orcid.org/0000-0002-2580-1707>; Козлов Роман Юрьевич¹ — зам. начальника лаборатории, аспирант НИТУ «МИСиС» (2 курс, технологии материалов), e-mail: rykozlov@giredmet.ru; Завражин Дмитрий Алексеевич¹ — инженер; Жарикова Елена Викторовна¹ — ведущий инженер–технолог; <https://orcid.org/0000-0001-6670-3102>; Сыров Юрий Вячеславович² — канд. физ.–мат. наук, доцент, кафедра Физики и химии материалов им. Б.А. Догадкина; <https://orcid.org/0000-0003-2226-5790>

§ Автор для переписки

ного элемента в системах тепловидения [1]. Такие тепловизионные системы находят широкое применение в различных областях народного хозяйства (медицине, материаловедении, мониторинге загрязнений окружающей среды и т. д.). Фокальные матрицы из антимонида индия используются в приборах специального назначения, которые устанавливаются в авиационных системах навигации и точного наведения, в зенитных тепловых головках самонаведения, а также в морских тепlopеленгаторах и на беспилотных летательных аппаратах.

Антимонид индия занимает особое место в ряду полупроводниковых соединений $A^{III}B^V$. Самая низкая температура кристаллизации, малая ширина запрещенной зоны, высокая подвижность носителей заряда, сравнительная простота получения монокристаллов особой чистоты с высоким структурным совершенством и хорошей однородностью электрофизических параметров обеспечивают новые перспективы использования этого материала. В настоящее время антимонид индия находит применение в полевых транзисторах, обладающих высоким быстродействием и малым потреблением энергии, что является существенным фактором для приборов цифровой техники [2]. Проводятся также работы по изготовлению матриц нанопроводов из антимонида индия в регулярных порах анодного оксида алюминия с различными металлическими контактами, на основе которых могут быть созданы генераторы электромагнитного излучения терагерцового диапазона частот [3].

Анализ рекламных сообщений [4—8] показывает, что в настоящее время основной продукцией, представленной как на зарубежных, так и на отечественном рынках, являются не объемные монокристаллы, а полированные пластины толщиной 450—600 мкм качества «*epi-ready*», которые служат подложками для изготовления на них сложных гомо- и гетероэпитаксиальных структур. Как правило, наращивание эпитаксиальных слоев антимонида индия производится на подложки, ориентированные в кристаллографических плоскостях (100) или (111) [9]. При этом выращивание монокристаллов в кристаллографическом направлении [111] всегда приводит к проявлению «эффекта грани» (присутствие канальной неоднородности электрофизических свойств в центральной части кристалла по всей его длине) [10]. Для устранения этого эффекта монокристаллы антимонида индия ранее выращивали в направлении [211], а пластины нужной ориентации получали с помощью резки монокристаллов под углом 19° для (111) и 59° для (100). При этом потери материала составляли не менее 50 %. Очевидно, что с экономической точки зрения рационально выращивать монокристаллы антимонида индия в кристаллографическом направлении [100], которое, помимо этого, обеспечивает более высокое совершен-

ство структуры полученных монокристаллов [11]. Аналогичные результаты получены и для других соединений $A^{III}B^V$ (GaSb, GaAs, InAs) [12].

В России технология изготовления «*epi-ready*» пластин антимонида индия практически отсутствует, а ее создание требует углубленного изучения индивидуальных механических свойств этого полупроводникового соединения, существенно отличающегося от других соединений группы $A^{III}B^V$. Операции калибровки монокристаллов, разделения кристалла на пластины, механическая и химико-механическая обработка пластин представляют собой низкотемпературные процессы, которые, однако, оказывают значительное влияние на качество конечной продукции (подложек) и, следовательно, влияют на выход годных приборов [13]. В работе [14, 15] показано, что каждая следующая после резки стадия обработки пластин осуществляется с целью удаления дефектных слоев, остающихся после предыдущей обработки, приводя, таким образом, к достижению ненарушенного слоя пластины. При этом режимы каждой операции по обработке монокристаллов полупроводниковых соединений $A^{III}B^V$ будут существенно отличаться между собой, вследствие различных механических и прочностных свойств этих соединений.

Тенденция к увеличению диаметра монокристаллов (а, следовательно, и пластин) наблюдается для всех соединений $A^{III}B^V$, что связано с постоянным увеличением объема рынка приборов опто-, микро- и наноэлектроники. При этом требования к качеству поверхности пластин по структуре и геометрии становятся более жесткими. Поэтому для совершенствования технологического процесса механической и химико-механической обработки пластин большого диаметра требуются объективные знания глубины и структуры нарушенного слоя и геометрических параметров пластины после каждого вида обработки, их зависимости от технологических факторов и собственных свойств каждого обрабатываемого материала.

Следует отметить, что характерной особенностью антимонида индия является чрезвычайно высокая хрупкость, которая существенным образом осложняет любую химико-механическую обработку кристаллов, приводя к трещинообразованию и последующему разрушению. Для крупногабаритных кристаллов эта проблема приобретает весьма существенное значение. Причиной этого являются термоупругие напряжения, возникающие в процессе роста и последующего охлаждения кристалла. В кристаллах InSb, выращиваемых в направлении [100], осевой градиент температуры вблизи фронта кристаллизации значителен и составляет 35—40 град./см [16, 17]. При этом фронт кристаллизации в кристалле имеет характерную форму «блюдца», выпуклую в расплав, что определяется малым ра-

диальным градиентом температуры на фронте кристаллизации. Наблюдаемая плотность дислокаций в кристаллах [100] InSb составляет $\sim 50 \text{ см}^{-2}$, что на порядок величины меньше, чем в кристаллах, выращенных в направлении [211]. Поскольку образование дислокаций в кристалле происходит под действием сдвиговых напряжений в плоскости скольжения, можно предположить, что при выращивании в направлении [100], сдвиговые напряжения, действующие для системы скольжения [111] $\langle 110 \rangle$, малы, а результирующая плотность дислокаций в кристалле незначительна. В этом случае сдвиговые напряжения не компенсируют термоупругие напряжения, возникающие в процессе выращивания, а следовательно, кристалл остается напряженным, что значительно затрудняет разделение его на пластины и последующую обработку пластин.

Цель работы — исследование влияния различного вида обработки (резки, шлифовки и полирующего травления) на прочность монокристаллических пластин нелегированного антимонида индия.

Образцы и методы исследования

Монокристаллы антимонида индия получали методом Чохральского в двухстадийном процессе, в условиях статического вакуума [17]. На первой стадии из исходных компонентов In и Sb (чистотой 7N) проводили синтез антимонида индия и выращивание поликристалла на затравку. На второй стадии из полученного поликристалла выращивали монокристалл с заданными свойствами в кристаллографическом направлении [100]. Для получения монокристаллов диаметром 55—60 мм с низкой плотностью дислокаций на завершающей стадии процесса роста кристалла формировали обратный конус. После этого, с целью снижения термопластических деформаций в монокристаллах проводили их посткристаллизационную термообработку по экспериментально подобранному режиму непосредственно в печи выращивания.

Для контроля электрофизических параметров и плотности дислокаций из верхней и нижней части кристаллов вырезали пластины, перпендикулярные оси роста с кристаллографической ориентацией (100).

Для выявления дислокационных ямок пластины шлифовали последовательно на порошках М14 и М7 и подвергали химическому травлению сначала в полирующем травителе СР-4, а затем в селективном травителе состава: $\text{HCl}_{\text{конц.}} : \text{H}_2\text{O}_2 = 2 : 1$ (время травления 5 мин.) [18].

Распределение плотности дислокаций контролировали с помощью оптического микроскопа; подсчет ямок травления проводили по методике измерения плотности дислокаций в монокристаллах InSb по девяти полям, находящимся на двух диаме-

трах, расположенных под углом 90° друг к другу [19]. Плотность дислокаций в полученных кристаллах в верхней и нижней частях не превышала 50 см^{-2} , и не изменялась при появлении других структурных дефектов (ламелей или двойников).

Электрофизические параметры полученных нелегированных монокристаллов антимонида индия измеряли методом Ван-дер-Пау [20] при температуре 77 К, используя те же пластины.

Концентрация носителей заряда в выращенных кристаллах составляла $2 \cdot 10^{14}$ — $3 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$ (77 К), а подвижность электронов не менее $2 \cdot 10^5 \text{ см}^2/(\text{В} \cdot \text{с})$. Полученные значения соответствуют параметрам нелегированного антимонида индия.

Цилиндрическую часть кристалла калибровали на кругло-шлифовальном станке до диаметра 50,8 мм и затем ориентировали его на рентгеновском дифрактометре, для точного определения плоскостей (100). После подготовки кристалл помещали в установку проволоочной резки и проводили нарезку пластин толщиной $\sim 830 \text{ мкм}$. После резки пластины промывали в водном растворе с моющими компонентами, сушили и отбирали для исследований механической прочности и контроля параметров нарушенного слоя.

Для проведения механических испытаний прочности был использован метод плоско-поперечного изгиба (ППИ) [21], характерной особенностью которого является статическое нагружение образца вплоть до его полного разрушения.

На рис. 1 показаны схема метода ППИ и эпюры изгибающих моментов при трехточечном (рис. 1, а) и четырехточечном (рис. 1, б) способах нагружения.

При трехточечной схеме нагружения (рис. 1, а) наиболее напряженные точки образца А и В находятся в одноосном напряженном состоянии. При испытаниях такого рода измеряются усилие P и прогиб w в середине образца. Для образца прямоугольной формы максимальное разрушающее напряжение σ_{max} (кг/мм^2) равно:

$$\sigma_{\text{max}} = \frac{1,5pl}{bh^2}, \quad (1)$$

где p — нагрузка, кг; l , b , h — линейные размеры: длина, ширина и толщина образца, мм, соответственно.

При четырехточечной схеме нагружения (рис. 1, б) эпюра изгибающих моментов имеет плоскую вершину, соответствующую максимальному растягивающему напряжению σ_{max} на участке ВВ нижней растягиваемой стороны образца. Для образца прямоугольного сечения:

$$\sigma_{\text{max}} = \frac{pl}{bh^2}. \quad (2)$$

Для проведения измерений механической прочности методом ППИ из полученных пластин выреза-

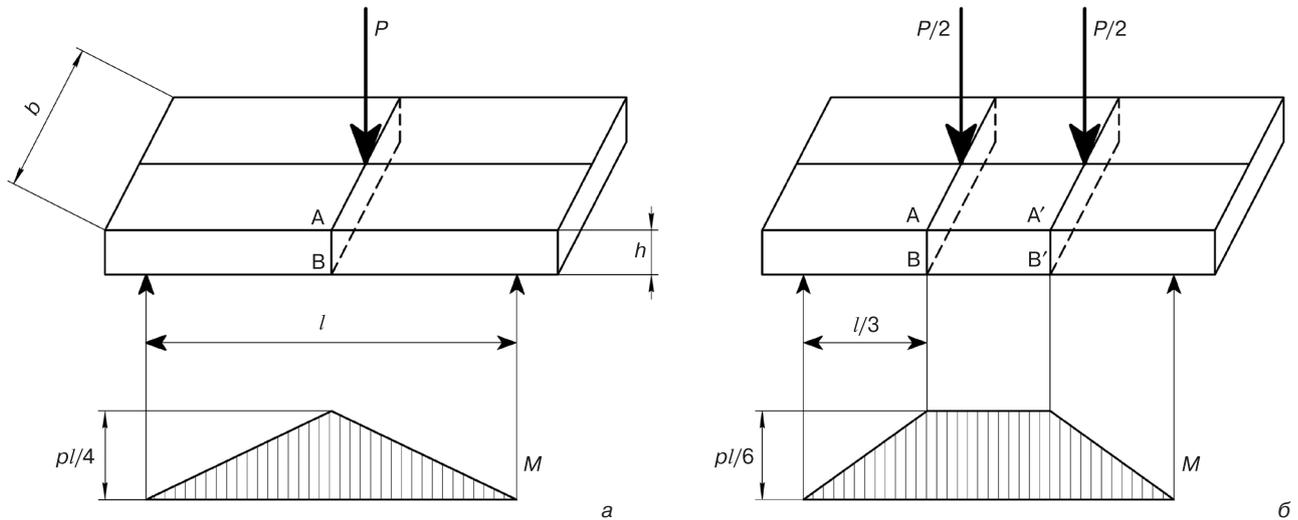


Рис. 1. Схемы нагружения образца (3-х точечная и 4-х точечная) и эпюры изгибающих моментов при испытании на плоско-поперечный изгиб

Fig. 1. Specimen loading patterns (3-point and 4-point) and bending moment curves for plane transverse bending method

ли прямоугольные образцы длиной 3—14 мм, шириной 1—6 мм, толщиной 0,5—0,8 мм. Далее вырезанные образцы подвергали шлифовке на порошке М7 и последующей обработке в полирующем травителе СР-4. Таким образом, получали 4 партии образцов (~25 шт., каждая), отличающиеся видом обработки поверхности: резанные, шлифованные, полированные и шлифовано-полированные. Каждая партия проходила механические испытания методом ППИ. Диапазон нагрузок на образцы составлял 0,25—2 кг. Расчет предела прочности (напряжения хрупкого разрушения) проводили по формуле:

$$\tilde{\sigma}_{\text{пр}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} \sigma_{\text{пр}i}, \quad (3)$$

где n — количество образцов.

Средняя квадратичная ошибка измерений:

$$\Delta \tilde{\sigma}_{\text{пр}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\sigma_{\text{пр}i} - \tilde{\sigma}_{\text{пр}})^2}{n-1}}. \quad (4)$$

Кроме измерения прочностных характеристик на оставшихся частях пластин были проведены измерения шероховатости поверхности с различной обработкой. Измерения шероховатости R_a , R_z выполняли методом контактной профилометрии [22] на профилометре при помощи программного обеспечения. Ошибка измерения прибора составляла не более 1 %.

Под шероховатостью поверхности понимают совокупность неровностей поверхности с относительно малыми шагами. Для отделения шероховатости поверхности от других неровностей с относительно большими шагами (отклонения формы и волнистости) её рассматривают в пределах ограниченного участка, длина которого называется базовой дли-

ной. Шероховатость поверхности оценивается по неровностям профиля, получаемого путем сечения реальной поверхности плоскостью. Пример профиля поверхности представлен на рис. 2 [23]. Числовые значения параметров шероховатости поверхности определяют от единой базы, за которую принята средняя линия профиля, т.е. базовая линия. Для количественной оценки шероховатости наиболее часто используют три основных параметра:

- R_a — среднее арифметическое из абсолютных значений отклонений профиля в пределах базовой длины, мкм;
- R_z — сумма средних абсолютных значений высот пяти наибольших выступов профиля и глубин пяти наибольших впадин профиля в пределах базовой длины, мкм;
- R_{max} — наибольшая высота неровностей профиля в пределах базовой длины, мкм [24].

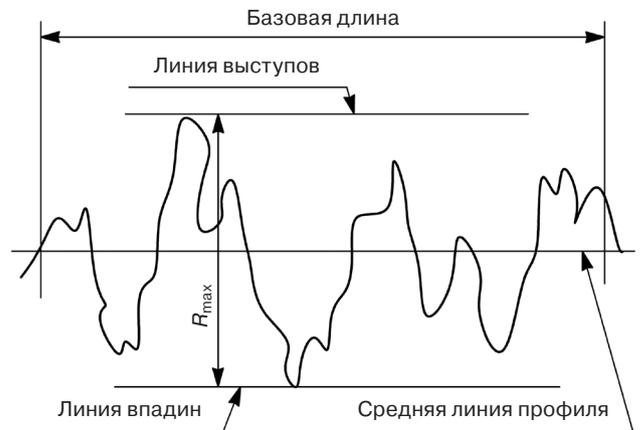


Рис. 2. Профиль поверхности, полученный при помощи профилометра

Fig. 2. Surface profile obtained with a profilometer

Результаты и их обсуждение

Метод измерения прочности (ППИ) является разрушающим и не допускает повторного использования исследуемых образцов. Каждая партия исследованных образцов состояла из 25 прямоугольников размером $10 \times 5 \times 0,8$ мм. Первая партия включала образцы, полученные из резаных пластин; вторая содержала шлифованные образцы; третья — полированные, а четвертая — шлифовано-полированные. Все четыре партии прямоугольных образцов последовательно подвергали плоско-поперечному изгибу, при этом напряжение разрушения росло при переходе от образцов с более грубой обработкой к образцам с более тонкой обработкой.

На рис. 3 представлены результаты измерения прочности образцов антимонида индия методом ППИ в зависимости от вида обработки при трех- и четырехточечной схемах нагружения.

Как видно из рис. 3, а среднее значение механической прочности резаных образцов InSb, не прошедших последующих обработок, при трехточечной схеме нагружения составляет $\sigma_{\text{ср.}} = 3,0 \pm 0,9$ кг/мм².

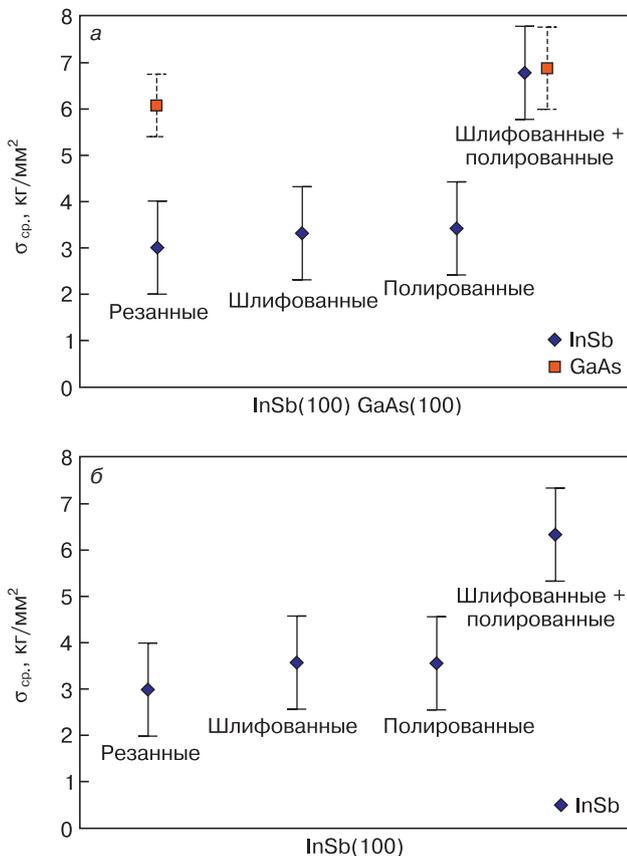


Рис. 3. Значения предела прочности монокристаллических образцов антимонида индия, ориентированных в плоскости (100) и прошедших разные виды обработки: а — трехточечная схема нагружения; б — четырехточечная схема нагружения

Fig. 3. Yield strength of (100) single crystal indium antimonide specimens after different types of mechanical treatment: (a) three-point loading pattern; (b) four-point loading pattern

Шлифовка или полировка таких образцов приводят к некоторому увеличению прочности, величина которой остается в пределах ошибки измерения резаных образцов. Значительное увеличение прочности наблюдается в образцах, последовательно прошедших полный цикл обработки (шлифовку и полировку); среднее значение предела прочности при этом составляет $\sigma_{\text{ср.}} = 6,8 \pm 0,9$ кг/мм².

Из рис. 3, б следует, что при четырехточечной схеме нагружения наблюдается аналогичная картина увеличения предела прочности в образцах, подвергнутых полному циклу обработки (шлифовке и полировке). При этом значение предела прочности этих образцов составляет $\sigma_{\text{ср.}} = 6,4 \pm 0,9$ кг/мм² и совпадает в пределах ошибки с величиной $\sigma_{\text{ср.}}$ измеренной при трехточечной схеме нагружения. Полученные по двум схемам нагружения значения предела прочности находятся в хорошем соответствии между собой и свидетельствует об увеличении прочности образцов, обработанных по полному циклу.

Для сравнения методом ППИ по трехточечной схеме были проведены измерения механической прочности резаных и шлифовано-полированных образцов слаболегированного GaAs ($n = 2 \cdot 10^{16}$ см⁻³) с ориентацией (100). При этом для образцов GaAs использовали полирующий травитель состава $\text{H}_2\text{O} : \text{H}_2\text{O}_2 : \text{H}_2\text{SO}_4 = 1 : 1 : 3$. На рис. 3, а нанесены средние значения предела прочности для исследованных образцов GaAs. Как видно из рис. 3, а значения прочности резаных образцов GaAs выше, чем InSb. При этом прочность обработанных по полному циклу образцов InSb практически не отличается от прочности GaAs, которая в свою очередь незначительно зависит от обработки.

Представленные на рис. 3 результаты свидетельствуют о том, что прочность тонких (≤ 800 мкм) пластин для различных соединений $A^{\text{III}}B^{\text{V}}$ является индивидуальной характеристикой материала и определенным образом зависит от обработки. Более высокая прочность резаных образцов GaAs ($\sigma_{\text{ср.}} = 6,1 \pm 0,8$ кг/мм²), по-видимому, определяется небольшим уровнем остаточных напряжений в кристалле и достаточно высокой плотностью дислокаций ($N_d = 2 \cdot 10^4$ см⁻²), энергия образования которых значительно ниже, чем энергия термических напряжений в растущем кристалле. Вследствие этого каждый вид обработки пластин GaAs не вносит дополнительных дефектов и не создает условия для их развития. Низкая прочность резаных образцов InSb может быть связана со значительным уровнем остаточных напряжений и очень низкой плотностью дислокаций (≤ 50 см⁻²) в кристалле. Проведение полного цикла обработки приводит к существенному увеличению прочности образцов InSb (~ 2 раза), тогда как прочность образцов GaAs увеличивается незначительно. Можно предположить, что присут-

ствие многочисленных микротрещин после калибровки кристаллов и резки пластин InSb, может приводить к их развитию при использовании различных методов ХМП и ХДП обработки. Поэтому для повышения прочности образцов InSb необходимо проведение предварительной шлифовки резаных образцов для получения минимального нарушенного слоя и использование последующей полировки в быстром травителе СР-4, в результате которой полностью снимаются нарушенные слои. Однако, при подготовке подложки InSb для изготовления приборов быстрое травление в СР-4 не используется, а полирование в медленных травителях приводит к развитию микротрещин. Следовательно, необходимо уделять особое внимание шлифовке образцов на мелкодисперсных порошках.

Для GaAs прочность образцов не столь значительно зависит от обработки, однако последова-

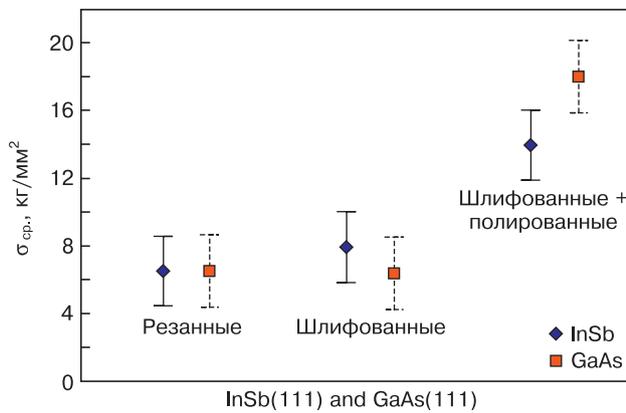


Рис. 4. Значения предела прочности монокристаллических образцов антимонида индия, ориентированных в плоскости (111) и прошедших разные виды обработки, при трехточечной схеме нагружения [21]

Fig. 4. Yield strength of (111) single crystal indium antimonide specimens after different types of mechanical treatment for three-point loading pattern [21]

Значения шероховатости пластин InSb и GaAs при различных видах их обработки

[Roughness of InSb and GaAs wafers for different mechanical treatments]

Виды обработки пластин					
Резаные		Шлифованные		Шлифованные + полированные	
R _a , мкм	R _z , мкм	R _a , мкм	R _z , мкм	R _a , мкм	R _z , мкм
<i>InSb</i>					
0,6	3	0,4	2,6	0,04	0,17
0,7	3,2	0,4	2,3	0,03	0,13
0,6	3,1	0,4	2,4	0,03	0,12
0,6	3	—	—	0,04	0,15
0,6	3,5	—	—	0,05	0,18
<i>GaAs</i>					
0,3	2,4	0,4	1,8	0,16	0,8
0,4	2,3	0,4	1,8	0,14	0,7
0,4	2,4	0,4	1,9	0,19	0,8
0,5	2,4	0,4	1,7	0,19	0,9

тельное удаление нарушенных слоев остается необходимым для получения ненарушенных поверхностей и, следовательно, качественных приборных структур. Это подтверждается нашими данными по измерению шероховатости поверхности пластин (см. далее).

На рис. 4 представлены значения предела прочности для пластин InSb и GaAs с ориентацией (111), приведенные в работе [21].

Как следует из рис. 3 и 4 приведенные значения прочности для пластин с ориентацией (100), прошедших различную обработку, значительно отличаются по величине от пластин с ориентацией (111), обработанных аналогично. При этом прочность пластин (100) в 2 и более раз ниже, чем прочность пластин (111). Такое различие в прочности пластин с разной ориентацией наблюдается как для InSb, так и для GaAs. В работе [21] приведена также зависимость прочности пластин с ориентацией (111) от вида их обработки, которая обнаруживает аналогичную тенденцию значительного увеличения прочности пластин с полным циклом обработки, как и для пластин (100). По-видимому, высокая прочность пластин с ориентацией (111) по сравнению с пластинами (100) связана с наиболее плотной упаковкой плоскостей (111) в кристаллической решетке кристаллов A^{III}B^V.

В данной работе для пластин InSb с ориентацией (100) также были получены данные по шероховатости поверхности после резки, шлифовки и полного цикла обработки. Для сравнения была измерена шероховатость пластин GaAs. В таблице приведены полученные значения шероховатости для пластин InSb и GaAs.

Как видно из результатов, представленных в таблице, значения шероховатости резаных пластин (100) по параметрам R_a и R_z значительно отличаются друг от друга, при этом шероховатость пластин InSb на 25 % больше, чем шероховатость пластин GaAs. После проведения шлифовки резаных образцов шероховатость пластин InSb уменьшается, примерно на 25 % как по параметру R_a, так и по параметру R_z, тогда как шероховатость пластин GaAs не изменяется по параметру R_a, однако снижается также на 25 % по параметру R_z. По-видимому, шлифовка пластин InSb приводит к общему выравниванию шероховатости поверхности, тогда как в GaAs в результате шлифовки исчезают только наиболее высокие пики профиля шероховатости. Данное явление может быть связано с различной твердостью этих соединений (микротвердость антимонида индия — 3,8 и арсенида галлия — 4,5). Значительное уменьшение шероховатости наблюдается после травления шлифован-

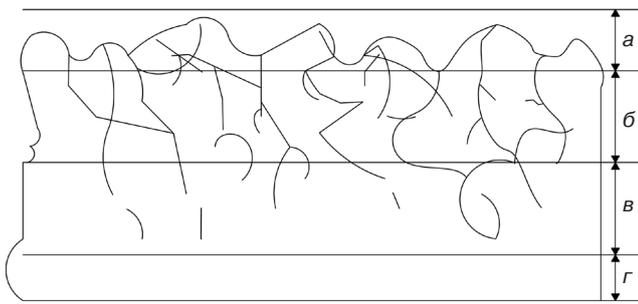


Рис. 5. Структура приповерхностного слоя монокристалла после резки:
а — рельефный слой; б — трещиноватый слой; в — деформированный слой; г — ненарушенная структура монокристалла

Fig. 5. Superficial layer of as-cut single crystal:
(a) roughness layer, (б) crack layer, (r) deformed layer and (б) undamaged single crystal structure

ных образцов как InSb, так и GaAs. При этом оба параметра шероховатости для каждого соединения снижаются примерно на порядок величины. Следует отметить, что полирующее травление InSb и GaAs производили в разных травителях, которые известны из литературных источников; при этом толщина нарушенных слоев в InSb, удаленных в результате полного цикла, составляла $\sim 300\text{--}350$ мкм, а толщина нарушенных слоев в GaAs $\sim 150\text{--}200$ мкм. Для образцов InSb, прошедших полный цикл обработки, шероховатость поверхности по R_a и R_z достигала $\sim 0,04$ и $0,16$ мкм, соответственно, а для GaAs $\sim 0,16$ и $0,8$ мкм. Таким образом, использование полного цикла обработки пластин позволяет не только повысить их прочность, но и практически удалить нарушенные слои последовательными операциями, не приводя к развитию механических повреждений, возникающих при калибровке кристаллов и их разделению на пластины. Дальнейшая химическая полировка таких пластин в специальных травителях обеспечит достижение ненарушенного слоя и создание молекулярной поверхности для эпитаксии. На рис. 5 показана структура приповерхностного слоя монокристалла после резки [25]. По-видимому, полный цикл обработки тонких пластин GaAs в основном оказывает влияние на шероховатость поверхности и не столь значителен для повышения прочности тонких пластин, поскольку остаточные пластические деформации в материале малы и толщина нарушенных слоев меньше, чем в InSb.

Заключение

Методом ППИ проведены измерения прочности тонких монокристаллических пластин нелегированного антимонида индия с ориентацией (100). Установлено, что прочность пластин (толщиной ≤ 800 мкм) зависит от их обработки. При этом шлифовка и травление, как отдельные операции, не приводят к значительному увеличению прочности пластин.

Проведение полного цикла обработки с использованием быстрого полирующего травителя CP-4, удаляющего микротрещины и дефекты поверхности быстрее, чем основную матрицу кристалла, позволяет увеличить прочность пластин InSb в 2 раза (от $3,0$ до $6,4$ кг/мм²). Показано, что зависимость прочности от обработки для пластин с ориентацией (100) аналогична этой зависимости для пластин (111), при этом величина прочности пластин (111) в 2 раза ($6,2$ кг/мм²) выше.

Методом контактной профилометрии измерена шероховатость тонких пластин, также прошедших последовательные этапы обработки. Установлено, что при проведении полного цикла обработки шероховатость пластин InSb значительно уменьшается (R_a от $0,6$ до $0,04$ мкм), приводя к общему выравниванию шероховатости поверхности.

Проведено сравнение прочности пластин InSb и их шероховатости со свойствами пластин GaAs. Установлено, что прочность резанных пластин GaAs (6 кг/мм²) в 2 раза выше прочности резанных пластин InSb (3 кг/мм²) и незначительно увеличивается после проведения полного цикла их обработки. Показано, что шероховатость пластин GaAs и InSb после полного цикла обработки поверхности значительно уменьшается: в 10 раз для InSb за счет общего выравнивания поверхности и в 3 раза для GaAs за счет снижения пиковой составляющей (R_z от $2,4$ до $0,8$ мкм).

Таким образом, использование полного цикла обработки пластин InSb позволяет повысить их прочность и снизить шероховатость поверхности, удаляя нарушенные слои последовательными операциями и снижая риск развития механических повреждений.

Библиографический список

1. Гринченко Л. Я., Пономаренко В. П., Филачев А. М. Современное состояние и перспективы ИК-фотозлектроники // Прикладная физика. 2009. № 2. С. 57—62.
2. Intel and QinetiQ Collaborate on Transistor Research. URL: <http://www.intel.com/pressroom/arihive/releases/2005/20050208corp.htm> (дата обращения: 28.10.2020).
3. Обухов И. А., Горюх Г. Г., Лозовенко А. А., Смирнова Е. А. Матрицы нанопроводов из антимонида индия и их применения для генерации СВЧ-излучения // Наноиндустрия. 2017. Т. 77, № 6. С. 96—108. DOI: 10.22184/1993-8578.2017.77.6.96.108
4. Electronics and Materials Corporation limited. URL: http://eandmint.co.jp/eng/wafer/product_detail/product_insb.html (дата обращения: 28.10.2020).
5. Trail: Wafer Technology Ltd. URL: <http://www.wafertech.co.uk> (дата обращения: 28.10.2020).
6. MTI Corporation. URL: <http://www.mtixtl.com/> (дата обращения: 28.10.2020).
7. Galaxy Compound Semiconductors, Inc. URL: <http://www.galaxywafer.com/> (дата обращения: 28.10.2020).
8. Xiamen Powerway Advanced Material Co, Ltd. URL: <https://www.powerwaywafer.com/compound-semiconductor/insb-wafer.html> (дата обращения: 28.10.2020).
9. Акчурин Р. Х., Мармалюк А. А. МОС-гидридная эпитаксия в технологии материалов фотоники и электроники. М.: Техносфера, 2018. 488 с.
10. Горелик С. С., Дашевский М. Я. Материаловедение полупроводников и диэлектриков: учебник для вузов. М.: МИСИС, 2003. 480 с.

11. Ежлов В. С., Мильвидская А. Г., Молодцова Е. В., Колчина Г. П., Меженный М. В., Резник В. Я. Исследование свойств крупногабаритных монокристаллов антимонида индия, выращенных методом Чохральского в кристаллографическом направлении [100] // Известия вузов. Материалы электронной техники. 2012. № 2. С. 13—17. DOI: 10.17073/1609-3577-2012-2-13-17
12. Мильвидский М. Г. Полупроводниковые материалы в современной электронике. М.: Наука, 1986. 143 с.
13. Болтарь К. О., Власов П. В., Ерощенков В. В., Лопухин А. А. Исследование фотодиодов с токами утечки в матричных фотоприемниках на основе антимонида индия // Прикладная физика. 2014. № 4. С. 45—50.
14. Бирюков Н. В., Хохлов А. И., Теплова Т. Б., Лапшин И. В. Влияние неравномерного трещиноватого слоя поверхности обработанных пластин хрупких материалов на качество готовых изделий // Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал). 2018. № 8. С. 26—35. DOI: 10.25018/0236-1493-2018-8-0-26-35
15. Захаров Б. Г. Исследование и разработка технологии и способов получения подложек и эпитаксиальных слоев полупроводниковых материалов с высоким структурным совершенством: дис. ... д-ра техн. наук. Калуга, 1984. 423 с.
16. Мильвидский М. Г., Освенский В. Б. Структурные дефекты в монокристаллах полупроводников. М.: Металлургия, 1984. 256 с.
17. Пат. 2482228 (РФ). Способ получения крупногабаритных кристаллов антимонида индия InSb / В. С. Ежлов, А. Г. Мильвидская, Е. В. Молодцова, Г. П. Колчина, М. В. Меженный, В. Я. Резник, 2012.
18. Фост Дж. Травление соединений $A^{III}B^V$ / В кн.: Травление полупроводников. М.: Мир, 1965. 382 с. (С. 202—264)
19. Амелинкс С. Методы прямого наблюдения дислокаций. М.: Мир, 1968. 440 с.
20. van der Pauw L. J. A method of measuring specific resistivity and Hall effect of discs of arbitrary shape // Philips Res. Rep. 1958. V. 13. P. 220—224. URL: <http://electron.mit.edu/~gsteele/vanderpauw/vanderpauw.pdf>
21. Фаттахов Э. А., Концевой Ю. А., Литвинов Ю. М. Пластичность и прочность полупроводниковых материалов и структур. М.: Радио и связь, 1982. 239 с.
22. Мальков О. В., Литвиненко А. В. Измерение параметров шероховатости поверхности детали: метод. указания. М.: МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2012. 22 с.
23. Хусу А. П., Витенберг Ю. Р., Пальмов В. А. Шероховатость поверхностей (теоретико-вероятностный подход). М.: Наука, 1975. 344 с.
24. Назаров Ю. Ф., Шкилько А. М., Тихоненко В. В., Компанец И. В. Методы исследования и контроля шероховатости поверхности металлов и сплавов // Физическая инженерия поверхности. 2007. Т. 5, № 3-4. С. 207—216.
25. Карбань В. И., Борзанов Ю. И. Обработка монокристаллов в микроэлектронике. М.: Радио и связь, 1988. 104 с.

Статья поступила в редакцию 3 августа 2020 г.

Izvestiya vuzov. Materialy elektronnoy tekhniki = Materials of Electronics Engineering. 2021, vol. 24, no. 1, pp. 48—56.
DOI: 10.17073/1609-3577-2021-1-48-56

Study of the influence of treatment on the strength of undoped indium antimonide single-crystal plates

S. S. Kormilitsina^{1,§}, E. V. Molodtsova¹, S. N. Knyzev¹, R. Yu. Kozlov¹,
D. A. Zavrazhin¹, E. V. Zharikova¹, Yu. V. Syrov²

¹ *Federal State Research and Development Institute of Rare Metal Industry (“Giredmet” JSC),
2 Elektrodnaya Str., Moscow 111524, Russia*

² *MIREA – Russian Technological University, 78 Vernadsky Ave., Moscow 119454, Russia*

Abstract. The method of plane-transverse bending was used to measure the strength of thin single-crystal plates of undoped InSb with a crystallographic orientation of (100). It was found that the strength of the plates (thickness $\leq 800 \mu\text{m}$) depends on their processing. Using a full processing cycle (grinding and chemical polishing) allows to increase the strength of InSb plates by 2 times (from 3.0 to 6.4 kg/mm²). It is shown that the dependence of strength on processing for wafers with (100) orientation is similar to this dependence for wafers (111), while the strength of wafers (111) is 2 times higher. The contact profilometry method was used to measure the roughness of thin plates, which also passed successive processing steps. It was found that during a full cycle of processing, the roughness of InSb plates decreases (Ra from 0.6 to 0.04 μm), leading to a general smoothing of the surface roughness. The strength and roughness of the (100) InSb and GaAs wafers are compared. It was found that the strength of GaAs cut wafers is 2 times higher than the strength of InSb cut wafers and slightly increases after a full cycle of their processing. It was shown that the roughness of GaAs and InSb plates after a full cycle of surface treatment is significantly reduced: 10 times for InSb due to overall surface leveling and 3 times for GaAs (Rz from 2.4 to 0.8 μm) due to a decrease in the peak component. Conducting a full cycle of processing InSb plates can increase their strength by removing broken layers by sequential operations and reducing the risk of mechanical damage.

Keywords: indium antimonide, Czochralski method, thin plates, tensile strength, machining, chemical polishing, crystallographic orientation, plate roughness

Information about authors:

Svetlana S. Kormilitsina¹: Trainee Researcher; <https://orcid.org/0000-0002-2741-56X> (kormilitsina_0796@mail.ru); **Elena V. Molodtsova¹:** Cand. Sci. (Eng.), Leading Researcher; <https://orcid.org/0000-0002-2699-9524>; **Stanislav N. Knyzev¹:** Cand. Sci. (Eng.), Head of Laboratory; <https://orcid.org/0000-0002-2580-1707>; **Roman Yu. Kozlov¹:** Deputy Head of the Laboratory, Postgraduate Student of NUST MISIS (2nd year, Materials Technology) (rykozlov@giredmet.ru); **Dmitry A. Zavrazhin¹:** Engineer; **Elena V. Zharikova¹:** Leading Process Engineer; <https://orcid.org/0000-0001-6670-3102>; **Yuri V. Syrov²:** Cand. Sci. (Phys.–Math.), Associate Professor, Department of Physics and Chemistry of Materials. B. A. Dogadkin; <https://orcid.org/0000-0003-2226-5790>

§ Corresponding author

References

1. Grinchenko L. Ya., Ponomarenko V. P., Filachev A. M. Current state and outlook of Ir photoelectronics development. *Prikladnaya fizika*, 2009, no. 2, pp. 57—62. (In Russ.)
2. Intel and QinetiQ Collaborate on Transistor Research. URL: <http://www.intel.com/pressroom/arihive/releass/2005/20050208corp.htm> (accessed: 28.10.2020).
3. Obukhov I., Gorokh G. G., Lozovenko A., Smirnova E. Matrices of indium antimonide nanowires and their applications in microwave generators. *Nanoindustry*, 2017, vol. 77, no. 6, pp. 96—108. (In Russ.). DOI: 10.22184/1993-8578.2017.77.6.96.108
4. Electronics and Materials Corporation Limited. URL: http://eandmint.co.jp/eng/wafer/product_detail/product_insb.html (accessed: 28.10.2020).
5. Trail: Wafer Technology Ltd. URL: <http://www.wafertech.co.uk> (accessed: 28.10.2020).
6. MTI Corporation. URL: <http://www.mtixtl.com/> (accessed: 28.10.2020).
7. Galaxy Compound Semiconductors, Inc. URL: <http://www.galaxywafer.com/> (accessed: 28.10.2020).
8. Xiamen Powerway Advanced Material Co, Ltd. URL: <https://www.powerwaywafer.com/compound-semiconductor/insb-wafer.html> (accessed: 28.10.2020).
9. Akchurin R. Kh., Marmalyuk A. A. *MOS-gidridnaya epitaksiya v tekhnologii materialov fotoniki i elektroniki* [MOS hydride epitaxy in photonics and electronics materials technology]. Moscow: Tekhnosfera, 2018. 488 p. (In Russ.)
10. Gorelik S. S., Dashevskii M. Ya. *Materialovedenie poluprovodnikov i dielektrikov* [Materials science of semiconductors and dielectrics]. Moscow: MISiS, 2003. 480 p. (In Russ.)
11. Ezhlov V. S., Milvidskaya A. G., Molodtsova E. V., Kolchina G. P., Mezheny M. V., Resnick V. Y. Investigation on the properties of large [100]-oriented InSb single crystals grown by Czochralski method. *Izvestiya Vysshikh Uchebnykh Zavedenii. Materialy Elektronnoi Tekhniki = Materials of Electronics Engineering*, 2012, no. 2, pp. 13—17. (In Russ.). DOI: 10.17073/1609-3577-2012-2-13-17
12. Milvidskii M. G. *Poluprovodnikovye materialy v sovremennoi elektronike* [Semiconductor materials in modern electronics]. Moscow: Nauka, 1986. 143 p. (In Russ.)
13. Boltar K. O., Vlasov P. V., Eroshenkov V. V., Lopuhin A. A. Research of photodiodes with a leakage current in the InSb FPA. *Prikladnaya fizika*, 2014, no. 4, pp. 45—50. (In Russ.)
14. Biryukov E. N., Khokhlov A. I., Teplova T. B., Lapshin I. V. Impact of nonuniform fractured surface layer of processed brittle material plates on end product quality. *Mining informational and analytical bulletin (scientific and technical journal)*, 2018, no. 8, pp. 26—35. (In Russ.). DOI: 10.25018/0236-1493-2018-8-0-26-35
15. Zakharov B. G. *Issledovanie i razrabotka tekhnologii i sposobov polucheniya podlozhek i ehpitaksial'nykh sloev poluprovodnikovykh materialov s vysokim strukturnym sovershenstvom* [Research and development of technology and methods for producing substrates and epitaxial layers of semiconductor materials with high structural perfection]. Diss. ... Dr. Sci. (Eng). Kaluga, 1984. 423 p. (In Russ.)
16. Milvidskii M. G., Osvenskii V. B. *Strukturnye defekty v monokristallakh poluprovodnikov* [Structural defects in single crystals of semiconductors]. Moscow: Metallurgiya, 1984. 256 p. (In Russ.)
17. Patent 2482228 (RF) *Sposob polucheniya krupnobaritnykh kristallov antimonida indiya InSb* [A method of obtaining large crystals of indium antimonide InSb]. V. S. Ezhlov, A. G. Mil'vidskaya, E. V. Molodtsova, G. P. Kolchina, M. V. Mezheny, V. Ya. Reznik, 2012.
18. Fost J. *Travlenie poluprovodnikov* [Semiconductor etching]. Moscow: Mir, 1965, 382 p. (In Russ.)
19. Amelinks S. *Metody pryamogo nablyudeniya dislokatsii* [Direct observation of dislocations]. Moscow: Mir, 1968. 438 p. (In Russ.)
20. van der Pauw L. J. A method of measuring specific resistivity and Hall effect of discs of arbitrary shape. *Philips Res. Rep.*, 1958, vol. 13, pp. 220—224. URL: <http://electron.mit.edu/~gstele/vanderpauw/vanderpauw.pdf>
21. Kontsevoi Yu. A., Litvinov Yu. M., Fattakhov Eh. A. *Plastichnost' i prochnost' poluprovodnikovykh materialov i struktur* [Plasticity and strength of semiconductor materials and structures]. Moscow: Radio i svyaz', 1982. 239 p. (In Russ.)
22. Mal'kov O. V., Litvinenko A. V. *Izmerenie parametrov sherokhovatosti poverkhnosti detali* [Measurement of the surface roughness parameters of the part]. Moscow: Bauman MSTU, 2012. 22 p. (In Russ.)
23. Khusu A. P., Vitenberg Yu. R., Pal'mov V. A. *Sherokhovatost' poverkhnosti (teoretiko-veroyatnostnyi podkhod)* [Surface roughness (probability-theoretical approach)]. Moscow: Nauka, 1975. 344 p. (In Russ.)
24. Nazarov Yu. F., Shkilko A. M., Tikhonenko V. V., Kompaneets I. V. Methods of research and control of surface roughness of metals and alloys. *Fizicheskaya inzheneriya poverkhnosti*, 2007, vol. 5, no. 3-4, pp. 207—216. (In Russ.)
25. Karban V. I., Borzanov Yu. I. *Obrabotka monokristallov v mikroelektronike* [Processing of single crystals in microelectronics]. Moscow: Radio i svyaz', 1988. 103 p. (In Russ.)

Received August 3, 2020