

## Метод синтеза полупроводниковых структур $n\text{-InSb}_{1-x}\text{Bi}_x\text{-i-GaAs}$ , $n\text{-InSb}_{1-x}\text{Bi}_x\text{-i-GaAs/Te}$ , перспективных для изготовления высокостабильных элементов холла

Шилагарди Г.<sup>1\*</sup>, Яромлович В.А.<sup>2\*\*</sup>, Прокошин В.И.<sup>3</sup>, Төмөрбаатар Д.<sup>4</sup>, Цооху Х.<sup>5</sup>,  
Эрдэнэбаатар Д.<sup>1</sup>, Хандма Ц.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Монгольский Национальный Университет, Школа физики и электроники, Кафедра общей физики

<sup>2</sup> Республика Беларусь, Белорусский государственный университет,

<sup>3</sup> Республика Беларусь, Белорусский республиканский фонд фундаментальных исследований,

<sup>4</sup>Монгольский Национальный Университет, Школа биологии, Кафедра биофизики,

<sup>5</sup>Монгольский Национальный Университет, Школа физики и электроники, Кафедра теоретической физики

\*Э-почта: [gshilagardi@yahoo.com](mailto:gshilagardi@yahoo.com)

\*\*Э-почта: [mail.ru@vgs-05](mailto:mail.ru@vgs-05)

### I. ВВЕДЕНИЕ

Полупроводниковые твердые растворы  $\text{InSb-InBi}$  привлекают исследователей возможностью плавного изменения ширины запрещенной зоны  $E_g$  вплоть до нуля. Первыми структуры  $n\text{-InSb}_{1-x}\text{Bi}_x\text{-i-GaAs}$  получили J. L. Zilko, J. E. Greene, используя метод эпитаксиального выращивания пленок в установке молекулярной эпитаксии в условиях бомбардировки низкоэнергетическими ионами висмута. Исследования пленок, полученных с помощью этого метода, показали присутствие метастабильных фаз, что резко сужает область практического использования этих гетероструктур. Кроме того в переходном (буферном) слое «пленка-подложка» возникают значительные механические напряжения, которые вызывают образование дислокаций, что значительно ухудшает структуру и уменьшает подвижность носителей заряда. В работе [1] использовался метод диффузионного насыщения висмутом заготовок  $n\text{-InSb-i-GaAs}$  в вакуумированной кварцевой ампуле. При этом висмут распределялся неравномерно с убыванием к подложке. Наибольшее распространение получил метод жидкофазной эпитаксии [2], но при этом получают многослойные упругонапряженные гетерокомпозиции, а также более поздние его модификации. Гетероструктуры  $n\text{-InSb-i-GaAs}$ , в том числе легированные оловом, с приемлемыми

параметрами и перспективные для изготовления датчиков Холла были получены вакуумным напылением в [3]. Характеристики миниатюрных первичных преобразователей Холла на основе  $n\text{-InSb-i-GaAs}$  (без висмута при толщине пленки  $\text{InSb}$  в 2–4 мкм) приведены в [4].

### II. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ

Главная цель настоящих исследований – разработать метод получения гетероэпитаксиальных структур  $n\text{-InSb}_{1-x}\text{Bi}_x\text{-i-GaAs}$ , в том числе легированных теллуром, обладающих высокой подвижностью носителей заряда и высокой временной и температурной стабильностью и разработать лабораторную технологию группового изготовления первичных миниатюрных магниточувствительных преобразователей с улучшенными характеристиками и новыми функциональными возможностями.

Реализованный метод получения тонких монокристаллических слоев твердых растворов  $\text{InSb-InBi}$  [5] и  $\text{InSb-InBi/Te}$  [6] на полуизолирующем арсениде галлия не требовал использования уникальной и дорогостоящей аппаратуры, например, установки молекулярной эпитаксии. Формирование классического элемента Холла из указанных гетероструктур производилось стандартными методами микроэлектроники средней точности [7].

Таблица 1. Последовательность основных технологических операций была следующей.

При изготовлении миниатюрных элементов Холла из $n\text{-InSb}_{1-x}\text{Bi}_x\text{-i-GaAs}$	При изготовлении миниатюрных элементов Холла из $n\text{-InSb}_{1-x}\text{Bi}_x\text{-i-GaAs/Te}$
1	2
<p>Реализация в три стадии, а именно: на первой стадии термическим напылением в вакууме изготавливаются гетероэпитаксиальные структуры <math>n\text{-InSb-i-GaAs}</math>, на второй стадии заготовки <math>n\text{-InSb-i-GaAs}</math> вакуумируются в кварцевой ампуле вместе с навеской висмута и подвергаются термическому отжигу, при котором происходит процесс диффузионного насыщения висмутом и образуется пленочный сэндвич <math>n\text{-InSb}_{1-x}\text{Bi}_x \dots n\text{-InSb -i-GaAs}</math> (пленочные образцы с неравномерным распределением висмута по глубине).</p> <p>На третьей стадии сэндвич подвергается длительному изотермическому отжигу в стандартной вакуумной камере при давлении <math>3 \cdot 10^{-4}</math> Па с последующим медленным охлаждением. В результате термообработки происходит разгонка висмута практически на всю глубину пленки InSb вплоть до подложки из GaAs. При этом висмут распределяется практически равномерно по глубине с образованием твердых растворов <math>\text{InSb}_{1-x}\text{Bi}_x</math> стехиометрического состава с электронным типом проводимости и величиной <math>x</math>, зависящей от температуры термообработки.</p> <p>Проведение экспресс-методики определения концентрации висмута в пленочных образцах, которая базирующаяся на изменении оптической ширины запрещенной зоны. Для этого снимались спектры ИК – поглощения при комнатной температуре.</p> <p>Формирование классического элемента Холла производится стандартными методами микроэлектроники средней точности. Выполняются следующие технологические циклы:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- контактная фотолитография, включающая следующие основные операции: нанесение фоторезиста ФН-11 или ФН-15 на поверхность пленки InSb-InBi (установка фотолитографии и фотогравировки ЛФ-3, режимы - 200 об/мин, 20 секунд, транспортировка в светонепроницаемом контейнере), сушка фоторезиста</li> </ul>	<p>На первой стадии термическим напылением в вакууме изготавливаются гетероэпитаксиальные структуры <math>n\text{-InSb-i-GaAs}</math> легированные теллуром в диапазоне концентраций носителей заряда <math>(0,7 \cdot 10^{18} - 9 \cdot 10^{18}) \text{см}^{-3}</math>.</p> <p>На второй стадии заготовки <math>n\text{-InSb-i-GaAs}</math>, легированные теллуром вакуумируются в кварцевой ампуле вместе с навеской висмута и подвергаются термическому отжигу, при котором происходит процесс диффузионного насыщения висмутом и образуется пленочный сэндвич <math>n\text{-InSb}_{1-x}\text{Bi}_x \dots n\text{-InSb -i-GaAs}</math>, легированный теллуром.</p> <p>На третьей стадии сэндвич подвергается длительному изотермическому отжигу в стандартной вакуумной камере при давлении <math>3 \cdot 10^{-4}</math> Па с последующим медленным охлаждением. В результате термообработки происходит разгонка висмута практически на всю глубину пленки InSb вплоть до подложки из GaAs. При этом висмут распределяется практически равномерно по глубине с образованием твердых растворов <math>\text{InSb}_{1-x}\text{Bi}_x</math>, легированных теллуром, стехиометрического состава с электронным типом проводимости и величиной <math>x</math>, зависящей от температуры термообработки.</p> <p>Проведение экспресс-методики определения концентрации висмута в пленочных образцах, которая базирующаяся на изменении оптической ширины запрещенной зоны. Для этого снимались спектры ИК – поглощения при комнатной температуре.</p> <p>Измерение коэффициента термо-э.д.с. <math>\alpha</math>. Определение содержания висмута, по результатам обсчета рентгеновских дифрактограмм.</p> <p>Выполняются следующие технологические циклы (стандартными методами микроэлектроники средней точности): контактная фотолитография, включающая следующие основные операции: нанесение фоторезиста ФН-11 или ФН-15 на поверхность пленки InSb-InBi/Te (установка фотолитографии и фотогравировки ЛФ-3, режимы - 200 об/мин, 20 секунд, транспортировка в светонепроницаемом контейнере), сушка фоторезиста (сушильный шкаф, режимы - <math>90 \pm 5^\circ\text{C}</math>, 15 минут), экспонирование с хромовым шаблоном для</p>

<p>(сушильный шкаф, режимы - <math>90 \pm 5^\circ\text{C}</math>, 15 минут), экспонирование с хромовым шаблоном для миниатюрных элементов (4000 люкс, 1 минута) на установке средней точности ЭМ 526, проявление (толуол, 80 секунд), задубливание (не более <math>150^\circ\text{C}</math>, 30 минут), химическое травление при комнатной температуре под микроскопом МБС-3 в растворе винной кислоты или в СР4, промывка в трижды дистиллированной воде;</p> <p>- групповая резка миниатюрных магниточувствительных элементов на установке скрайбирования "Алмаз-1" (размер одного электронного элемента 0,5 x 0,5 мм, максимальная плотность элементов <math>400 \text{ см}^{-2}</math>);</p> <p>- приварка микроконтактов на установке сварки расщепленным электродом "Контакт -3А" (золотой микропровод, диаметром до 20 мкм, два токовых и два потенциальных вывода на каждом элементе, сварка 20-40 миллисекунд при электрическом напряжении на электроде 70-90 В). Элемент располагался на плоском специальном держателе (приклеивался каплей клея БФ-2), состоящем из четырех проводов марки ПЭЛШО в шелковой изоляции, диаметром 0.2мм, скрепленных эпоксидным универсальным клеем "ЭДП" ТУ 6-15-1070-02 и залуженных до образования плоских дорожек.</p> <p>- подгонка начального напряжения смещения (выходного напряжения в отсутствии магнитного поля) по мере необходимости осуществлялась механическим воздействием в области перехода пленки к контактным площадкам при включенном состоянии магниточувствительного элемента до величины менее 10 мкВ;</p> <p>- герметизация элемента Холла из <math>n\text{-InSb}_{1-x}\text{Bi}_x\text{-i-GaAs}</math> осуществлялась двумя компаундами- первоначально "Эластосилом", затем смесью эпоксидного клея универсального типа "ЭДП" в соотношении 50% и талька - 50%.</p>	<p>миниатюрных элементов (4000 люкс, 1 минута) на установке средней точности ЭМ 526, проявление (толуол, 80 секунд), задубливание (не более <math>150^\circ\text{C}</math>, 30 минут), химическое травление при комнатной температуре под микроскопом МБС-3 в растворе винной кислоты или в СР4, промывка в трижды дистиллированной воде;</p> <p>групповая резка миниатюрных магниточувствительных элементов на установке скрайбирования "Алмаз-1" (размер одного электронного элемента 0,5 x 0,5 мм, максимальная плотность элементов <math>400 \text{ см}^{-2}</math>);</p> <p>- приварка микроконтактов на установке сварки расщепленным электродом "Контакт -3А" (золотой микропровод, диаметром до 20 мкм, два токовых и два потенциальных вывода на каждом элементе, сварка 20-40 миллисекунд при электрическом напряжении на электроде 70-90 В). Элемент располагался на плоском специальном держателе (приклеивался каплей клея БФ-2), состоящем из четырех проводов марки ПЭЛШО в шелковой изоляции, диаметром 0.2 мм, скрепленных эпоксидным универсальным клеем "ЭДП" ТУ 6-15-1070-02 и залуженных до образования плоских дорожек.</p> <p>-подгонка начального напряжения смещения (выходного напряжения в отсутствии магнитного поля) по мере необходимости осуществлялась механическим воздействием в области перехода пленки к контактным площадкам при включенном состоянии магниточувствительного элемента до величины менее 10 мкВ;</p> <p>- герметизация элемента Холла из <math>n\text{-InSb}_{1-x}\text{Bi}_x\text{-i-GaAs/Te}</math> осуществлялась двумя компаундами- первоначально "Эластосилом", затем смесью эпоксидного клея универсального типа "ЭДП" в соотношении 50% и талька - 50%.</p>
--	--

### III. РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЯ

Исследование временной стабильности магнитной чувствительности, механизмов деградации и статистики отказов миниатюрных элементов Холла проводились при повышенных температурах,

электрических и механических воздействиях. Использовалась методика ускоренных испытаний на надежность. Для испытаний был выбран диапазон температур, при котором соблюдается автомодельность процессов старения [7].

Установлено, что деградация пленочных элементов Холла является термоактивационным процессом. Это позволяет рассматривать температуру активной зоны элементов в качестве основного фактора, задающего темп их деградации. Накопленные отказы представительных выборок элементов Холла подчиняются логарифмически-нормальному распределению по времени наработки, что обусловлено исходной дисперсией распределения дефектов, ответственных за деградацию, а также

дисперсиями распределения температур и механических напряжений в активных зонах элементов Холла испытываемых выборок. Получено, что логарифмически-нормальное распределение не является достаточным основанием для вывода о единственности термоактивационной реакции, лимитирующей скорость деградации. Все признаки единственности могут выполняться только потому, что ускоренные испытания на долговечность реально проводятся в узком интервале повышенных температур  $T = (50-80)^\circ\text{C}$ , ограниченном сверху предельно допустимыми режимами и условиями ускоренных испытаний, а снизу предельным временем, реально отводимым на такие испытания. Вероятно, что только параллельные, или только последовательные ускоренные испытания недостаточны для достоверного установления коэффициентов форсирования ( $K_f$ ), а, следовательно, для прогноза гамма-процентного ресурса элементов Холла на нормальные условия эксплуатации. Отсюда вытекает, что для повышения достоверности такого прогноза необходимо сочетание параллельных и последовательных ускоренных испытаний.

В процессе изотермических отжига полупроводниковые элементы Холла деградируют монотонно. Монотонная деградация выражается в росте коэффициента расходимости, т.е. зависимости выходного сигнала от изменения направления магнитного поля на противоположное.

Квазистатические электровоздействия (плотности прямых токов меньше  $10^4 \text{A}/\text{cm}^2$ ) не изменяют термический характер монотонной деградации элементов. Этот результат согласуется с известными экспериментальными данными о том, что электровоздействия малого и среднего уровня мощности не влияют на термический характер деградации (ускорение деградации

вызывается только дополнительным разогревом элементов рассеиваемой электрической мощностью). Напротив, в процессе мощных импульсных электровоздействий коэффициент расходимости почти не изменяется, что говорит о слабой деградации периферии контактов. Вследствие неоднородного импульсного разогрева приборного кристалла температура центра магниточувствительного элемента оказывается на сотню градусов выше температуры его периферии. При этом вся пленка полупроводника на подложке попадает в зону действия термомеханических напряжений сжатия, не влияющих на скорость деградации. В итоге причиной «выгорания» элемента становится тепловая деградация центра, перерастающая в развитие электротепловой неустойчивости. Этот вывод подтверждается исследованиями по деструкции центральных участков под микроскопом, отказавших при испытаниях на «выгорание».

Дисперсия распределения отказов классических элементов Холла по времени наработки связана с разбросами среди элементов выборки собственных механических напряжений.

Последовательный анализ процессов монотонной деградации и катастрофических отказов показывает, что увеличение электросопротивлений при наработке обусловлено ростом электрической неоднородности n-слоя из-за проникновения в него дефектов извне. Можно предположить, что такими дефектами являются дислокации. Источниками испускания дислокаций являются зародышевые микротрещины и скопления поверхностных дислокаций, внесенные в приборный кристалл при его скрайбировании и при сборке элемента. Высокая подвижность дислокаций обеспечивается, по-видимому, известным для ряда полупроводников электропластическим эффектом.

Измерены параметры тензочувствительности  $n\text{-InSb}_{1-x}\text{Bi}_x\text{-i-GaAs}$  при  $x=0$  в зависимости от концентрации носителей заряда, полученные в условиях упругих деформаций (растяжения – сжатия) подложки из  $i\text{-GaAs}$  и коэффициенты аномального тензоэлектрического эффекта (необратимого), при которых начинаются отказы элементов Холла (таблица 2).

Зависимость электрических характеристик полупроводниковых элементов Холла от

внешних механических воздействий (аномальный тензоэлектрический эффект) вероятно, обусловлена пластическими деформациями золотого микропровода на контакте с InSb и (или) микропластическими деформациями полупроводника InSb на

неоднородностях структуры кристалла i-GaAs. Элементы, склонные к демонстрации аномальных тензоэлектрических эффектов, склонны также к ранним отказам при наработке.

Таблица 2. Тензоэлектрические параметры элементов Холла n-InSb на i-GaAs

Концентрация электронов, см <sup>-3</sup>	Коэффициент тензочувствительности, минус S	Аномальный тензоэффект, диапазон  S
1,0·10 <sup>17</sup> – 1,1·10 <sup>17</sup>	9,4 – 7,3	25 - 45
1,3 ·10 <sup>17</sup> -1,5·10 <sup>17</sup>	6,0 – 5,6	
1,8·10 <sup>17</sup>	4,8	20 - 28
15 ·10 <sup>17</sup> -20 ·10 <sup>17</sup>	2,1- 1,8	12 - 15

Структурные неоднородности, вызывающие аномальные тензоэлектрические эффекты и провоцирующие ранние отказы, могут не присутствовать в элементе исходно, а развиваться в процессе его наработки. Такому развитию способствуют электрические неоднородности активной зоны элемента Холла, локализуящие рассеиваемую электрическую мощность.

Опробована методика позволяющая выявлять потенциальные отказы полупроводниковых преобразователей Холла. В ее основе лежит проявления нестабильности нулевого сигнала полупроводниковых преобразователей Холла в процессе изготовления и испытаний, т.е.  $U_c$  при  $V=0$  (внешнее магнитное поле отсутствует). Показано, что контроль нестабильности нулевого сигнала позволил реально прогнозировать возможные эксплуатационные отказы. Причина дрейфа нулевого сигнала полупроводниковых преобразователей Холла была установлена в процессе электротермотренировки. Дрейф  $U_c(0)$  в 90% случаев обусловлен миграцией поверхностных ионов загрязнений.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Прокошин В.И., Шепелевич В.Г., Ярмолевич В.А., Игнатенко Е.А. Распределение висмута в пленках InSb-InBi // Доклады АН БССР 1989 . Т. 32, №12. С. 1090–1092.

2. Акчурин Р.Х., Комаров В.В. Формирование многослойных упругонапряженных гетерокомпозиций методом жидкофазной эпитаксии. //Журнал технической Физики. 1997. Т. 67, №7. С.50–56.

3. Mironov O.A., Durov S., Igumenov V.T., Konstantinov V.M., Paramonov V.V., Zhang T., Cohen L.F. The sub-micrometer thickness n-insb/i-gaas epilayers for magnetoresistor applications at room temperatures of operation //Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures, 2004. V20, No. 3–4. Pp. 523–526.

4. Прокошин В.И., Драпезо А.П., Ярмолевич В.А. Новые методы контроля с помощью прецизионных механоэлектрических микропреобразователей //Наука и инновации. Научно-практический журнал 2008. №11. С. 69–71.

5. Прокошин В.И., Драпезо А.П., Шилагарди Г., Х. Цооху, Ярмолевич В.А. Синтез и исследование свойств полупроводниковых структур n-InSb<sub>1-x</sub>Bi<sub>x</sub>-i-GaAs, перспективных для изготовления миниатюрных элементов Холла повышенной стабильности // Наноструктуры в конденсированных средах. Сборник научных статей, Минск, Изд. Центр БГУ, 2011 , С. 141-146.

6. Прокошин В.И. , Ярмолевич В.А. Драпезо А.П., Шилагарди Г. Синтез и исследование свойств полупроводниковых структур n-InSb<sub>1-x</sub>Bi<sub>x</sub>-i-GaAs, в том числе

легированных теллуrom, перспективных для изготовления высокостабильных миниатюрных элементов Холла // Сборник докладов Международной научн. конференции «Актуальные проблемы физики твердого тела», 18-21 октября 2011 г., Минск, в трех том. А.Н. Вркисин ,Том 3, С.208-210 .

7. Прокошин В.И. , Ярмолович В.А., Драпезо А.П. Исследование стабильности датчиков Холла, изготовленных из полупроводниковых структур  $n\text{-InSb}_{1-x}\text{Bi}_x\text{-i-GaAs}$ .//Материалы 4-й Международной научно технической конференции «Приборостроение 2011». 16-18 ноября 2011, Минск, Республика Беларусь, БНТУ, С. 387-389.