

УДК 621.791.037

**МЕТОДОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ
ЭЛЕМЕНТНОЙ БАЗЫ
ИНФРАКРАСНОЙ ТЕХНИКИ В
УСЛОВИЯХ ГРАДИЕНТНОЙ
ЖИДКОФАЗНОЙ ЭПИТАКСИИ***Политов О. А., Благин А. В., Попова И. Г.*

Донской государственный технический
университет, Ростов-на-Дону, Российская
Федерация

O.POLITOV123@icloud.coma-blagin@mail.ruinna111109@rambler.ru

Рассматриваются базовые аспекты методологии получения твердых растворов с мезоструктурой (структурой, занимающей промежуточное положение между монокристаллическими пленками и наноразмерными системами, в частности, сверхрешетками). Обсуждается механизм формирования многослойных структур в условиях метода градиентной жидкофазной эпитаксии. Особое внимание уделено контролирующим функциям, в частности, динамической характеристике нагревательного устройства, программируемого в системе автоматической поддержки температурно-временного режима. Результаты проведенных исследований структурных и электрофизических характеристик свидетельствуют о перспективности рассмотренных материалов с точки зрения технологии активных оптоэлектронных материалов.

Ключевые слова: узкозонные твердые растворы, многослойные эпитаксиальные слои, сверхрешетки, мезоструктура, динамическая характеристика, электрофизические параметры, механические напряжения.

Введение. Одним из перспективных способов получения новых материалов оптической электроники является метод градиентной жидкофазной кристаллизации [1,2].

Одной из значимых проблем в технологии полупроводниковых материалов считается конечная скорость теплопереноса. Измерение и изменение температуры отстает от актуального состояния на минуты, в лучшем случае — десятки секунд. Это обстоятельство значительно усложняет контроль температурных параметров в области кристаллизации. Управление

UDC 621.791.037

**METHODOLOGY OF OBTAINING THE
ELEMENT BASE OF INFRARED
EQUIPMENT IN THE CONDITIONS OF
GRADIENT LIQUID-PHASE EPITAXY***Politov O. A., Blagin A. V., Popova I. G.*

Don State Technical University, Rostov-on-Don,
Russian Federation

O.POLITOV123@icloud.coma-blagin@mail.ruinna111109@rambler.ru

The paper considers the basic aspects of the methodology for obtaining solid solutions with a mesostructure (a structure occupying an intermediate position between traditional single-crystal films and nanoscale systems, in particular, superlattices). The mechanism of formation of multilayer structures under the conditions of the gradient liquid-phase epitaxy method is discussed. Particular attention is paid to monitoring functions, in particular, the dynamic characteristic of the heating device programmed in the system of automatic support of the temperature-time regime. The results of the conducted studies of structural and electrophysical characteristics testify to the prospects of the materials considered in terms of the technology of active optoelectronic materials.

Keywords: narrow-band solid solutions, multilayer epitaxial layers, superlattices, mesostructure, dynamic characteristics, electrophysical parameters, mechanical stresses.

температурным режимом сталкивается с расхождением программных и фактических тепловых полей. Прогнозирование динамических характеристик тепловых датчиков становится проблематичным. Требуется комбинация экспериментальных и модельных данных.

Как отмечает А. И. Егоров в работе «Оптимальное управление тепловыми и диффузионными процессами», «датчик выполняет функцию передачи измеряемой температуры от материала или потока к его чувствительному элементу, от которого электрический сигнал передается соединительному звену системы. Если существует точное равенство между температурой датчика и входной температурой, то датчик имеет идеальные динамические характеристики. Таким образом, идеальная характеристика датчика равна единице. В реальных конструкциях это не достигается, так как материал датчика всегда имеет конечную теплоемкость и должна всегда существовать разность температур для создания теплового потока в датчике или из датчика» [3]. В связи с этим входная температура является средней температурой по ростовому объему композиции. В задачи авторов настоящей работы входило предложить пути решения указанного круга проблем — модельные, полученные на основе теоретической интерпретации опытных данных, и экспериментальные. Впервые получено решение научно-прикладной задачи прогнозирования физики процессов жидкофазной эпитаксии в поле температурного градиента для сложных по химическому составу материалов оптоэлектронной техники

Модельные представления. С хорошим приближением процесс кристаллизации твердых растворов в поле температурного градиента можно считать адиабатным [4]. Изменение температуры датчика сопровождается малым изменением температуры на периферии ростовой композиции, подвод тепла к графитовым нагревателям сопровождается теплоотводом, водяной рубашкой реакционной камеры. Изменение температуры датчика происходит в соответствии с уравнением [3]

$$\frac{dQ}{dt} = \rho_d V_d C_d \frac{dT_d}{dt}, \quad (1)$$

где $\frac{dQ}{dt}$ — мощность теплового потока в измерительной системе,

ρ_d — средняя плотность ее материалов,

V_d — объём измерительной системы,

C_d — средняя теплоёмкость датчика,

T_d — его температура.

Теплоперенос через измерительную систему включает три части: конвективный перенос через поверхность датчика, радиационный отвод тепла в окружающую среду, теплоотвод через части фиксации измерительной системы в камере. Эти потоки могут быть описаны уравнениями

$$\frac{dQ}{dt} = \frac{dQ_k}{dt} + \frac{dQ_p}{dt} + \frac{dQ_{эл}}{dt},$$

$$\frac{dQ_k}{dt} = \lambda S (T_{BX} - T_d),$$

где λ — коэффициент теплопроводности поверхности измерительной системы, обусловленный рядом факторов: геометрией и ориентацией системы, материалом, из которого изготовлен сенсорный элемент датчика, и пр.

Значение λ ищется из экспериментальных данных

$$\frac{dQ_p}{dt} = spc(T_{BX}^4 - T_D^4),$$

где p — эмиссионная способность поверхности измерительной системы,
 s — коэффициент поглощения материала.

Если T_1 и T_2 равны с точностью до $|T_1 - T_2|/T_1 \approx 0,15$, то, считая эти температуры равными (T_1 — температура на входе измерительной системы, T_2 — значение температуры, отправляемое датчиком на монитор), уравнение принимает вид:

$$\frac{dQ}{dt} = a_{meas} S (T_1 - T_2),$$

где a_{meas} — коэффициент радиационного теплопереноса системы,

$$a_{meas} = 4\rho c T_2,$$

$\frac{dQ_{эл}}{dt}$ — мощность теплотокана в измерительной системе.

Если сечение датчика постоянно, то мощность пропорциональна разности температур:

$$\frac{dQ_{эл}}{dt} = \frac{\lambda'_k \cdot S_k}{L_k} (T_{BX} - T_D), \quad (2)$$

где λ'_k — теплопроводность соединительных элементов,

S_k, L_k — площадь и длина панели измерительного устройства.

Уравнение теплотокана в измерительной системе имеет вид:

$$\frac{dQ}{dt} \cdot \rho_D V_D C_D = (\lambda S + a_D S + \lambda'_k S) (T_{ex} - T_D).$$

Термодинамическая константа времени —

$$\tau_D = (\rho_D V_D C_D) / (\lambda S + a_D S + \lambda'_k S), \quad (3)$$

или

$$\tau_D = \frac{dT_D}{dt} + T_D = T_{ex}.$$

Термометрическое уравнение (контроль температуры — прибора)

$$\tau_n = \frac{dT_n}{dt} + T_n = T_{ex}.$$

Схема алгоритма может быть охарактеризована так:

1. Программа определяет динамическую характеристику оборудования. Для этого используется «пробный» сигнал — на вход блока питания подается команда «НАГРЕВ». Ток увеличивается, также — температура в рабочей зоне.

2. По достижении заданного значения T (например, 670 К) подается команда «СТОП НАГРЕВ», рабочая зона охлаждается и температура записывается с интервалом в 15 с. В динамической характеристике учитывается конечная скорость теплопередачи и инерционность нагревательных элементов.

Передаточная функция датчика в параметрическом виде записывается как

$$W(p) = \frac{K}{1 + T_1 p + T_2 p^2}, \quad (4)$$

где K — коэффициент передачи,

T_1 и T_2 — постоянные времени.

Гистерезис управляющего элемента отображается функцией

$$W(p) = ke^{-p\tau}, \quad (5)$$

где τ — время запаздывания,

k — поправка на инерционность нагревателя.

Реакция нагревательной системы на импульсы тока может быть представлена как

$$Y(t) = \alpha + \frac{a}{(T_1 + T_2)} (T_2 \exp(T_1(t - \tau)) - T_1 \exp(T_2(t - \tau))), \quad (6)$$

где a — параметр усиления,

T_1 и T_2 — постоянные времени,

τ — постоянная времени задержки.

То есть функция описывает изменение температуры на сигнал нагревательной системы (рис.1). Программа может изменять градиент температуры с необходимым периодом, что отражается на динамике кристаллизации. Если температура периодически уменьшается и возрастает, слой растёт с переменным химическим составом, возможна кристаллизация системы слоев — прототипов сверхрешеток. На рис. 2 отображена реакция тепловой системы на импульсы тока.

Результаты экспериментов. Авторами проводились опыты по формированию сверхрешеточных слоев антимонида галлия-индия, легированного алюминием и висмутом (система Al-Ga-In-Sb-Bi). Фазовые равновесия в системе моделировались с модулями, отображающими вклад ассоциирования в расплаве и кластеризации упруго-напряженной твердой фазы [5]. Рост осуществлялся на подложках InSb с ориентацией (100), толщина пластин составляла 0,3 мм, диаметр — 250 мм.

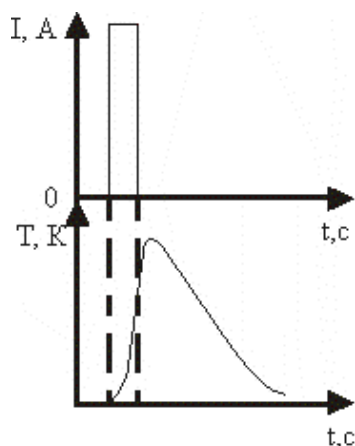


Рис. 1. Отклик тепловой системы на импульс тока

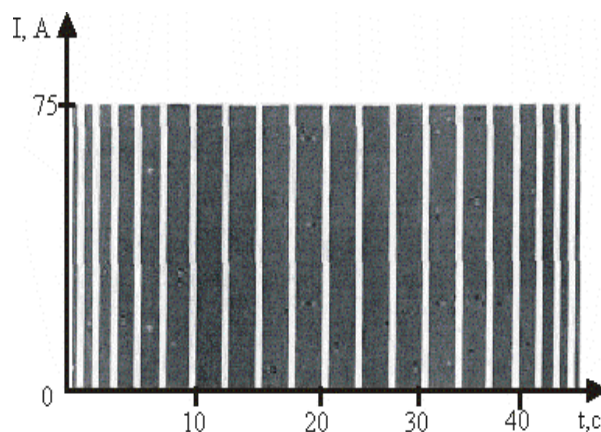


Рис. 2. Модуляция тока, осуществляемая программой

Подпитка осуществлялась из слоев твердого раствора AlGaAs. Композиция помещалась в кассете, расплав имеет состав In:Sb:Bi (1:2:5). Установка ГЖЭ включала в себя реакционную камеру, графитовые нагреватели, газотранспортную и измерительную системы.

Устройство кассеты предусматривало формирование комплекса линейных жидких зон, полученных капиллярной фильтрацией [1]. Их формирование представлено схемой (рис. 3). Использовались фотолитографические процессы для задания топологии комплекса параллельных «линеек» шириной до 60 мкм. Расплав продавливался с тыльной стороны пластин-затравок InSb.

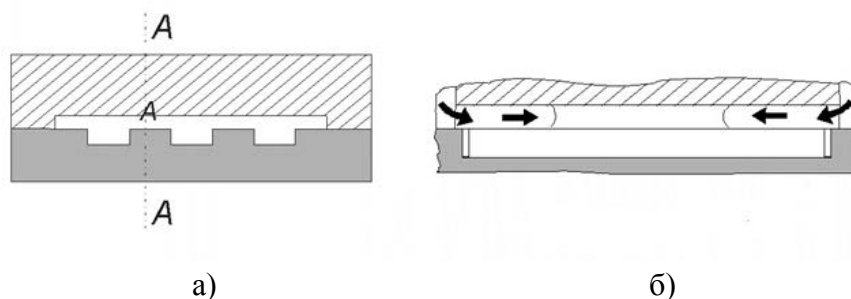


Рис. 3. Формирование «линеек» методом капиллярного втягивания

Скорость роста, измеренная как отношение толщин скола ко времени роста, составила около 1,2 мкм/мин. Температуры роста варьировались в диапазоне 670÷690 К, содержание висмута в расплаве — от 65 до 90%. С ростом последнего скорость миграции увеличивалась, что соответствует данным работы [6].

Управляющая программа пересчитывала теплоотдачу в соответствии с динамической характеристикой нагревателей. Зависимость тока от времени, определяемая характеристикой установки, давала возможность получать многослойные эпитаксиальные слои с мезоструктурой (период составлял около 300 нм) [7].

Параметры структуры приборных слоев. Задавались составы с $x \leq 0,25$ и $y \leq 0,35$. Шихта формировалась размельченным Bi (ВИ-0000), галлием и индием маркировки 99.999.

Концентрация Al использовалась постоянная, $C_{Al}^L = 0,025$ мол. дол. Многослойные твердые растворы AlGaInSb формировались из расплавов In:Sb:Bi (1:2:5) в поле с $\nabla T = 32,5$ К/см со скоростью до 30 нм/с, нижняя температура имела значение 685 К, период сверхструктуры $d = 250$ нм.

Были проведены электрофизические измерения на холловской установке (тип проводимости, концентрация носителей и их подвижность измерялись на основе измерений коэффициента Холла в слабом магнитном поле и удельной электропроводности материала. Относительная погрешность не превышала 0,05). Тип проводимости: n. Концентрация составила $n = 6,5 \cdot 10^{17} \div 1,8 \cdot 10^{18}$ см⁻³, подвижность $\mu = 750 \div 4250$ см²/(В×с) (295 К). Структурные параметры многослойных твердых растворов AlGaInSbBi исследовались методом дифракции рентгеновских лучей на дифрактометре ДРОН-3М по двукристалльной схеме в геометрии (п, -п) с монохроматором Ge, Cu_{α1} ($\lambda = 0,154$ нм).

Период вариации состава определялся согласно формуле

$$d = \lambda \cos \vartheta_s^l / \Delta(2\vartheta),$$

(ϑ_s — брэгговский угол отражения, пластина-затравка InSb [8]).

В дифракционных спектрах наблюдались пики — сателлиты, наличие которых подтверждает сверхструктурность эпитаксиальных слоев с резкими границами областей различающегося состава. По их интенсивности оценка упругих напряжений составила около 120 Па/см².

Заключение. Таким образом, низкоразмерные гетероструктуры AlGaInSbBi/InSb с высокими структурными и электрофизическими характеристиками могут быть получены методом градиентной жидкофазной эпитаксии с применением системы, основанной на динамической характеристике нагревателей.

Основные пункты данной методологии:

а) линейные жидкие зоны должны задаваться с использованием фотошаблонов,

б) необходимо применение легирующих добавок: Al — стягивающего решетку наращиваемого слоя и Bi — растягивающего ее,

в) использование модуляции тока нагревателей, позволяющей варьировать температуру и ее градиент в зоне роста.

Библиографический список

1. Лозовский, В. Н. Градиентная жидкофазная кристаллизация многокомпонентных полупроводниковых материалов / В. Н. Лозовский, Л. С. Лунин, А. В. Благин. — Ростов-на-Дону : Изд-во СКНЦ ВШ, 2003. — 376 с.
2. Физические свойства светоизлучающих твердых растворов, изопериодных антимониду галлия / А. В. Благин [и др.] : [Электронный ресурс] / Инженерный вестник Дона. — Режим доступа: ivdon.ru/ru/magazine/ahive/n4y2017/4613 (дата обращения: 25.04.18).
3. Егоров, А. И. Оптимальное управление тепловыми и диффузионными процессами / А. И. Егоров. — Москва : Наука, 1978. — 463 с.
4. Физика кристаллизации и дефектов твердотельных структур на микро- и наноуровне / А. В. Благин [и др.]. — Ростов-на-Дону : Изд-во ЮНЦ РАН, 2009. — 288 с.
5. Пигулев, Р. В. Получение и исследование многокомпонентных гетероструктур на основе твердых растворов AZB5 : дис. ... канд. техн. наук / Р. В. Пигулев. — Ставрополь, 2007. — 213 с.
6. Кинетика кристаллизации в висмутсодержащих гетеросистемах Al-In-Sb-Bi и Ga-As-P-Bi / А. А. Баранник [и др.] // Неорганические материалы. — 2008. — Т. 44, № 12. — С. 1430–1433.
7. Сложные системы электронной техники на основе антимонида галлия: исследование характеристик в условиях градиентной жидкофазной эпитаксии / А.В. Благин [и др.] // Современные наукоемкие технологии. — 2016. — № 8–2. — С. 199–204.
8. Эпитаксиальные слои и сверхрешетки Si/Si_{1-x}Gex. Получение и структурные характеристики / Ф. Ф. Сизов [и др.] // Физика и техника полупроводников. — 1997. — Т.31, № 8. — С. 922–925.