

Wpływ wyjściowego arsenku galu na moc promieniowania dyfuzyjnych diod elektroluminescencyjnych

WSTĘP

Podstawowym problemem w technologii dyfuzyjnych diod elektroluminescencyjnych /DEL/ jest właściwy dobór materiału wyjściowego, umożliwiającego otrzymanie DEL o maksymalnej sprawności przemiany energii elektrycznej w energię promienistą. W chwili obecnej brak jest jednoznacznych kryteriów oceny jakości materiałów elektroluminescencyjnych. Coraz większe znaczenie mają więc badania tych materiałów poprzez wytwarzanie i badanie testowych struktur diodowych.

Diody elektroluminescencyjne z arsenku galu, emitujące promieniowanie w zakresie bliskiej podczerwieni, są obecnie szeroko stosowane w sprzęcie profesjonalnym i powszechnego użytku np. w komputerach, automatyce, systemach transmisji danych, układach logicznych i innych. Ze wzrostem zapotrzebowania na DEL z arsenku galu związany jest wzrost zapotrzebowania na materiał wyjściowy, a równocześnie wzrastają wymagania dotyczące jego parametrów. Celem omawianych poniżej prac było więc opracowanie metodyki badań przydatności arsenku galu do wytwarzania dyfuzyjnych DEL oraz zbadanie za pomocą tej metodyki wpływu defektów strukturalnych na ich moc promieniowania.

OPIS PRAC TECHNOLOGICZNYCH I POMIAROWYCH

Materiał wyjściowy i jego obróbka

Do badań wykorzystano monokryształy arsenku galu otrzymane metodą Bridgmana lub metodą Czochralskiego z hermetyzacją cieczową. Z przeznaczonych do badań monokryształów wycinano płytki w płaszczyznach krystalograficznych (111) bądź (100) z dokładnością $\Delta\alpha \leq 1^\circ$. Płytki były następnie obustronnie szlifowane i jednostronnie polerowane mechaniczno-chemicznie. Końcowa grubość płytek wynosiła 300 - 350 μm . Badanie jakości strukturalnej arsenku galu przeprowadzono metodą selektywnego trawienia chemicznego. Jamki dyslokacyjne na płaszczyznach (111) ujawniono stosując uniwersalną mieszaną trawiącą o składzie: 3cz. H_2SO_4 : 1cz. H_2O_2 : 1cz. H_2O /proporcje objętościowe/, natomiast na płaszczyznach (100) - w stopionym KOH. Jamki dyslokacyjne obserwowano za pomocą mikroskopu metalograficznego przy powiększeniu 60 ÷ 170x.

Dyfuzja cynku

Przygotowane w opisany wyżej sposób płytki poddawano dyfuzji cynku. Przed procesem dyfuzji ampułę kwarcową z wsadem odpompowywano /próżnia rzędu $5 \cdot 10^{-6} \text{Tr}$ /

a następnie wygrzewano w temperaturze 290°C przez około 30 min. w celu oczyszczenia arsenu i płytek GaAs z istniejących na powierzchni tlenków. Proces dyfuzji przeprowadzano w temperaturze $850 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ w piecu jednostrefowym. Wysuwanie ampuły z pieca i jej chłodzenie prowadzono w sposób zapewniający otrzymanie gładkiej i bez nalotów powierzchni płytek. Ocena warunków panujących w ampule w czasie trwania procesu przeprowadzono dla każdej dyfuzji zgodnie z metodyką podaną w [1].

Ocenę płaskorównoległości złącz p-n i pomiar ich głębokości przeprowadzono poprzez badania przełomów płytek w płaszczyźnie łatwej łupliwości $(1\bar{1}0)$ po uprzednim selektywnym trawieniu chemicznym w mieszanice o składzie: 1cz. HF : 10cz. H_2O_2 : 10cz. H_2O /proporcje objętościowe/ bądź w mieszanice: 12g KOH + 8g $\text{K}_3\text{F}_6/\text{CN}/_6$ + 100g H_2O przy jednoczesnym silnym oświetleniu [2].

Montaż struktur testowych i pomiary

Do oceny wyjściowego arsenku galu, z punktu widzenia jego własności elektroluminescencyjnych, wykorzystano pomiary mocy promieniowania emitowanego z krawędzi testowej struktury diodowej o powierzchni $0,25\text{ mm}^2$ i grubości $250 \pm 300\text{ }\mu\text{m}$. Po zeszlifowaniu warstwy typu p z jednej strony płytki, obustronnie nanoszono kontakty niskoomowe Au-Ni-Au i wtapiano je w temp. 550°C [3].

Średnią moc promieniowania określano na podstawie pomiarów co najmniej dziesięciu struktur diodowych z każdego procesu dyfuzji i dla każdego monokryształu GaAs. Przy polaryzacji złącza p-n w kierunku przewodzenia /gęstość prądu płynącego przez strukturę wynosiła 40 A/cm^2 / mierzono prąd w obwodzie fotodetektora.

W czasie pomiaru struktura diodowa wraz z fotodetektorem znajdowała się w światłoszczelnej ciemnej komorze. Jako fotodetektora używano fotodiodę krzemową typu BPYP-01 o czułości $F_p=0,38\text{ A/W}$ dla $\lambda=0,9\text{ }\mu\text{m}$.

METODYKA BADAŃ I Dyskusja Wyników

W celu określenia wpływu wyjściowego arsenku galu na moc promieniowania dyfuzyjnych DEL konieczny jest dobór odpowiednich warunków procesu dyfuzji testującej.

Przeprowadzono więc szereg procesów dyfuzji cynku do materiału wyjściowego o jednakowych parametrach elektrycznych i strukturalnych. Procesy te prowadzono w różnych warunkach tj. przy różnych prężnościach par arsenu i różnych koncentracjach atomów cynku w ampule. Dyfuzję cynku prowadzono z pary nasyconej /koncentracja atomów cynku $C_{Zn}=4,6 \cdot 10^{18}\text{ cm}^{-3}$ / oraz z pary nienasyconej /koncentracja atomów cynku $C_{Zn}=4,6 \cdot 10^{16}\text{ cm}^{-3}$, $C_{Zn}=1,4 \cdot 10^{17}\text{ cm}^{-3}$ /.

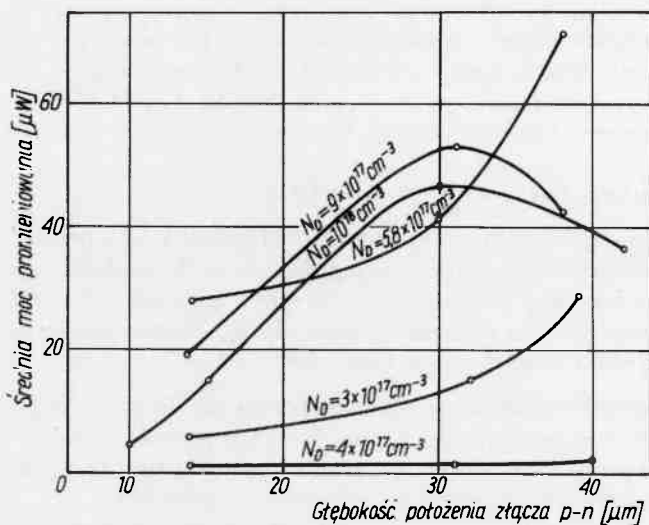
Najmniejszą średnią moc promieniowania miały złącza p-n otrzymane w wyniku dyfuzji cynku z pary nasyconej a największą średnią moc promieniowania - złącza otrzymane z pary nienasyconej przy koncentracji atomów cynku $C_{Zn}=1,4 \cdot 10^{17}\text{ cm}^{-3}$.

Badania wpływu prężności par arsenu w czasie procesu dyfuzji na moc promieniowania otrzymanych złącz p-n wykazały, że złącza otrzymane w wyniku dyfuzji przy prężnościach par arsenu $p_{As}=1,5\text{ atm}$. miały największe moce promieniowania zarówno dla koncentracji atomów cynku $C_{Zn}=1,4 \cdot 10^{17}\text{ cm}^{-3}$, jak i $C_{Zn}=4,6 \cdot 10^{16}\text{ cm}^{-3}$.

Na podstawie otrzymanych rezultatów ustalono najbardziej korzystne warunki procesu dyfuzji z punktu widzenia testowania wyjściowego arsenku galu: $C_{Zn}=1,4 \cdot 10^{17}\text{ cm}^{-3}$;

$p_{As} = 1,5$ atm. Należy podkreślić fakt, że po procesie dyfuzji prowadzonej w wyżej wymienionych warunkach nie zaobserwowano zwiększonej gęstości defektów w badanym arsenku galu [4].

Przy tak zoptymalizowanych warunkach procesu dyfuzji w wybranych monokryształach GaAs wytwarzano złącza p-n o głębokościach $14 \div 42 \mu\text{m}$.

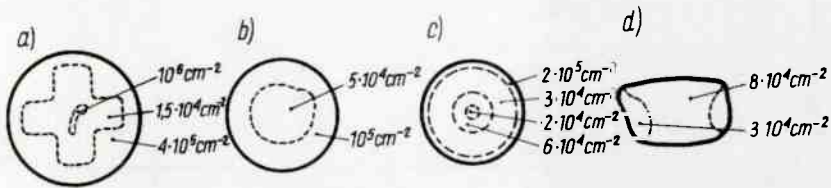


Rys. 1. Zależność średniej mocy promieniowania struktur diodowych od głębokości położenia złącza p-n.

Dla wszystkich badanych monokryształów, jak to wynika z zależności przedstawionych na rys. 1, obserwowano największe moce promieniowania przy określonych głębokościach położenia złącza p-n. Zarówno płytsze, jak i głębsze od optymalnego dla danej koncentracji donorów, złącza p-n odznaczały się mniejszą mocą promieniowania. Spadek wartości mocy promieniowania dla płytszych od optymalnego złącza p-n spowodowany jest wzrastającym wpływem niepromienistej rekombinacji powierzchniowej. W przypadku złącza głębokich, spadek wartości mocy promieniowania związany jest ze wzrostem strat wynikających z absorpcji części promieniowania przechodzącego dwukrotnie przez grubszą warstwę typu p. Stwierdzono, że istnieje zależność optymalnej głębokości położenia złącza p-n od koncentracji donorów w wyjściowym arsenku galu. W przypadku materiału o większej koncentracji donorów optymalna głębokość położenia złącza p-n była mniejsza. Powyższą zależność należy tłumaczyć tym, że wraz ze wzrostem koncentracji donorów w materiale wyjściowym zmniejsza się czas życia elektronów w obszarze czynnym przyrządu oraz maleje długość ich drogi dyfuzyjnej [5]. Powoduje to wzrost szybkości rekombinacji promienistej w obszarze typu p, a zarazem zmniejszanie się udziału niepromienistej rekombinacji powierzchniowej.

Zróznicowanie w wartościach średniej mocy promieniowania emitowanego przez badane struktury diodowe spowodowane jest w decydującym stopniu różną jakością strukturalną /ogólny stopień zdefektowania badanych monokryształów GaAs określono na podstawie badań rentgenowskich, których wyniki zamieszczono w [3]/ i prawdopodobnie różnym stopniem zanieczyszczenia materiału wyjściowego.

Dalsze badania dotyczyły określenia zależności mocy promieniowania struktur diodowych od gęstości dyslokacji w materiale wyjściowym. Badania takie prowadzono poprzez porównywanie średniej mocy promieniowania emitowanego przez struktury diodowe o jednakowej głębokości położenia złącza p-n/14 μm /, wytworzone w materiale o zbliżonej koncentracji donorów lecz różniącym się gęstością dyslokacji.



Rys. 2. Rozkład gęstości dyslokacji na płytkach z badanych monokryształów arsenku galu o koncentracji donorów:

a/ $N_D = 4 \cdot 10^{17} \text{cm}^{-3}$

b/ $N_D = 10^{18} \text{cm}^{-3}$

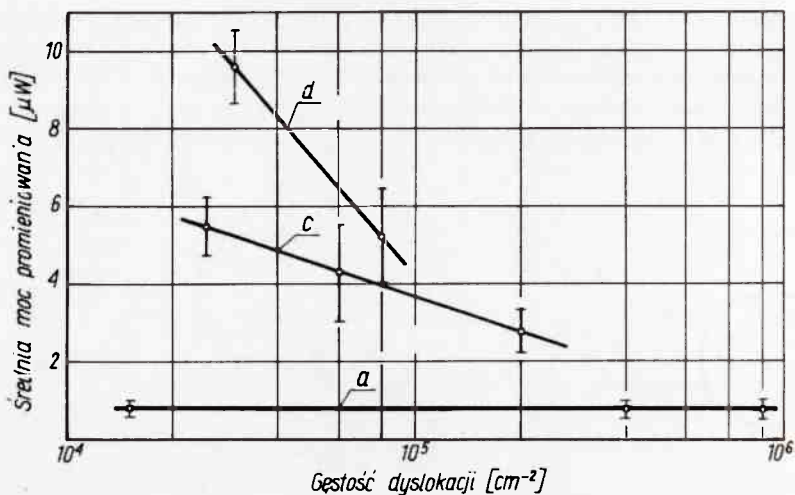
c/ $N_D = 3 \cdot 10^{17} \text{cm}^{-3}$

d/ $N_D = 9,5 \cdot 10^{17} \text{cm}^{-3}$.

Ponieważ zaobserwowano nierównomierny rozkład gęstości dyslokacji na płytkach /rys. 2/, dla dokładnego określenia wpływu gęstości dyslokacji na zjawisko elektroluminescencji wybrano struktury diodowe z obszarów różniących się ich gęstością. Widoczna jest wyraźna zgodność rozkładu gęstości dyslokacji, szczególnie w przypadku płytek przedstawionych na rys. 2b i 2c, z badaniami przeprowadzonymi w [6].

Średnią moc promieniowania ustalono na podstawie pomiaru dziesięciu struktur diodowych wybranych z obszaru płytek o jednakowej gęstości dyslokacji. W przypadku materiału najsilniej zdefektowanego nie stwierdzono zależności pomiędzy gęstością dyslokacji a mocą promieniowania struktur diodowych wytworzonych z tego materiału. Przy wzroście gęstości dyslokacji o prawie dwa rzędy /od 10^4cm^{-2} do 10^6cm^{-2} / nie zaobserwowano zmiany mocy promieniowania. Dla materiałów mniej zdefektowanych, dla analogicznej zmiany gęstości dyslokacji, moc emitowanego promieniowania malała dwukrotnie /rys. 3/.

Brak zależności pomiędzy mocą emitowaną przez struktury diodowe a gęstością dyslokacji w przypadku najsilniej zdefektowanego materiału wyjściowego może być związany z występowaniem w tym materiale innych defektów np. wydzieliń i defektów punktowych, które w znacznym stopniu zmniejszają wydajność elektroluminescencji i tłumią wpływ dyslokacji.



Rys. 3. Zależność średniej mocy promieniowania struktur diodowych od gęstości dyslokacji w wyjściowym arsenku голу. Wartości średnie i przedziały wartości błędów obliczono metodą Studenta-Fischera przy założeniu poziomu ufności $\alpha = 0,9$.

WNIOSKI

Stosując krawędziowe struktury diodowe stanowiące uproszczone modele DEL, przeprowadzono wstępne badania nad oceną przydatności wyjściowego arsenku galu do konstrukcji półprzewodnikowych przyrządów świecących i stwierdzono, że:

1. Dla wyjściowego arsenku galu o danej koncentracji donorów istnieje optymalna głębokość położenia złącza p-n, przy której moc promieniowania DEL osiąga wartość maksymalną. Ze wzrostem koncentracji donorów w wyjściowym arsenku голу maleje optymalna głębokość położenia złącza p-n.

2. Koncentracja nośników nie jest jedynym kryterium oceny materiału wyjściowego i jego przydatności na DEL. Dla materiałów o zbliżonej koncentracji donorów moc promieniowania emitowanego przez wytworzone z tych materiałów DEL może różnić się o około 1,5 rzędu wielkości. Tak duże zróżnicowanie w wartościach mocy promieniowania DEL spowodowane jest różną jakością strukturalną wyjściowego arsenku galu i prawdopodobnie różnym stopniem zanieczyszczenia.

3. Dyslokacje w wyjściowym arsenku голу są defektami, które wpływają na moc promieniowania DEL. Dla materiału silnie zdefektowanego wpływ dyslokacji jest tłumiony przez inne defekty strukturalne np. wydzielania i defekty punktowe, natomiast w przypadku materiału mniej zdefektowanego wzrost gęstości dyslokacji w materiale wyjściowym od 10^4 cm^{-2} do 10^5 cm^{-2} może powodować dwukrotne zmniejszenie mocy promieniowania DEL.

Literatura

1. Darek B., Pietras E.: Prace ITE, 4, s. 26, 1971.
 2. Ono Y., Kurata K.: Jap. J. Appl. Phys. 11, 1, s.56, 1972.
 3. Mroziewicz B., Ilka L.: Materiały z II Krajowego Sympozjum Elektroniki Półprzewodników, ITE PAN, s. 351, 1969.
 4. Kowalski J.: Praca Dyplomowa Inżynierska, Politechnika Warszawska, Wydz. Elektroniki, 1974.
 5. Herzog A., Keune D.L., Croford M.G.: J. Appl. Phys. 43, 2, s. 600, 1972.
 6. Laister D., Jenkins G.M.: J. Mat. Sc.8, s. 1218, 1973.
-

Bolesław JAKOWLEW, Franciszek STERMA
ONPMP

Spiekanie pod ciśnieniem proszków Al_2O_3

Opracowanie niniejsze stanowi pierwszą część serii artykułów poświęconych problematyce spiekania pod ciśnieniem proszków Al_2O_3 .

W dalszych częściach przedstawione zostaną zarówno podstawy teoretyczne takiego spiekania, jak i wyniki własnych prac zmierzających do ustalenia wpływu temperatury, ciśnienia i czasu na strukturę i własności wyrobów uzyskanych tą metodą.

WSTĘP

Dalszy rozwój techniki w poważnym stopniu uzależniony jest od opanowania technologii wytwarzania nowych materiałów o żądanych własnościach. Wiąże się to zarówno z doбором najwłaściwszych składników, jak i opanowaniem metod wytwarzania prowadzących do uzyskania tych żądanych cech. Jednym z materiałów o interesujących własnościach jest Al_2O_3 . Wyroby z tlenku glinu uzyskiwane metodą spiekania znajdują bardzo szerokie zastosowanie w elektronice jako podłoża cienko- i grubowarstwowych układów hybrydowych, elementy obudów diod energetycznych i tyrystorów, waraktorów, obudów półprzewodnikowych układów scalonych oraz jako elementy konstrukcyjne i izolatory podzespołów elektronicznych. Szereg wyrobów, a szczególnie układy mikrofalowe stawiają nowe, wyższe wymagania, których nie są w stanie spełnić kształtki z Al_2O_3 wytwarzane tradycyjnymi metodami spiekania.

Jedną z nowych, obiecujących metod wytwarzania kształtek o lepszych własnościach, jest spiekanie pod ciśnieniem. W metodzie tej tkwi potencjalna możliwość uzyskiwania wyrobów o bardzo wysokiej gęstości, a poprzez regulowanie struktury - podwyższenia takich własności użytkowych, jak wytrzymałość mechaniczna, termiczna i dielektryczna, przewodność cieplna, oporność skrośna itp.

Na szczególne podkreślenie zasługuje fakt, że wyroby o gęstości zbliżonej do teoretycznej można tą metodą uzyskać przy temperaturach znacznie niższych niż przy