

文章编号: 1672-8785(2021)03-0006-05

## 基于分子束外延的 4 in 硅基 碲镉汞材料工艺研究

高 达 李 震 王 丛 王经纬 刘 铭 宁 提

(华北光电技术研究所, 北京 100015)

**摘 要:** 现阶段, 大面阵碲镉汞红外焦平面探测器的需求持续增加, 面向更大尺寸的碲镉汞材料制备技术成为了研究热点。对 4 in 硅基碲镉汞材料外延技术进行了研究。通过提升设备参数的稳定性、控制外延片的平整度以及优化材料工艺参数等一系列手段, 突破了大尺寸硅基碲镉汞材料工艺的关键技术瓶颈, 并制备出了高平整度、高均匀性、低缺陷率、高质量的 4 in 硅基碲镉汞材料。结果表明, 该材料的双晶衍射半峰宽小于等于 90 arcsec, 表面宏观缺陷密度小于等于  $100 \text{ cm}^{-2}$ , 表面平整度小于等于  $15 \mu\text{m}$ 。

**关键词:** 4 in 硅衬底; 分子束外延; 碲镉汞

中图分类号: TN213 文献标志码: A DOI: 10.3969/j.issn.1672-8785.2021.03.002

## Research on the Technology of 4 in HgCdTe on Silicon Substrate by Molecular Beam Epitaxy

GAO Da, LI Zhen, WANG Cong, WANG Jing-Wei, LIU Ming, NING Ti

(North China Research Institute of Electro-Optics, Beijing 100015, China)

**Abstract:** At present, the demand for large-format HgCdTe infrared focal plane array (IRFPA) detectors continues to increase, and the development of larger HgCdTe material technology has become a research hotspot. The 4 in silicon-based HgCdTe epitaxy technology is studied. Through a series of measures such as improving the stability of equipment parameters, controlling the flatness of epitaxial wafers, and optimizing material process parameters, the key technical bottleneck of the large-size silicon-based HgCdTe material process has been broken through. 4 in silicon-based HgCdTe materials with low flatness, high uniformity, low defect rate and high quality are obtained. The results show that the material's full width at half maximum (FWHM) is not more than 90 arcsec, the surface macro defect density is not more than  $100 \text{ cm}^{-2}$ , and the surface flatness is not more than  $15 \mu\text{m}$ .

**Key words:** 4 in Si substrate; MBE; HgCdTe

收稿日期: 2020-09-21

作者简介: 高达(1988-), 男, 河北黄骅人, 工程师, 主要从事红外焦平面材料的制备与表征研究。

E-mail: 330589421@qq.com

## 0 引言

华北光电技术研究所从 2010 年开始开展 3 in 硅基碲镉汞材料研究, 并很快取得了突破, 掌握了可实现小批量生产的材料制备技术<sup>[1-4]</sup>。同年, 通过制备 1280×1024 碲镉汞中波红外探测器组件, 完成了对材料性能的验证。

随着大规格焦平面探测器需求的持续增加, 面向更大尺寸的碲镉汞材料制备技术成为了研究热点。因此, 我们开展了 4 in 硅基碲镉汞材料外延技术研究。材料尺寸从 3 in 提高到 4 in, 最大芯片尺寸由 50 mm×50 mm 提升至 68 mm×68 mm, 最大外延片可用面积由 38.5 cm<sup>2</sup> 提升至 70.8 cm<sup>2</sup>。以 42 mm×42 mm 芯片为例, 单片出芯数由以前的 1 个提升为 2 个, 如图 1 所示。因此, 4 in 材料可用于制备更大规格的碲镉汞探测器, 并可获得更多的大规格碲镉汞探测器。但随着面积的增大, 在硅基碲镉汞工艺中, 外延温区的束流均匀性以及源炉稳定性需要得到提升; 材料面积变大, 面型控制需要优化; 材料缺陷密度、缺陷尺寸以及材料均匀性需要加以控制。

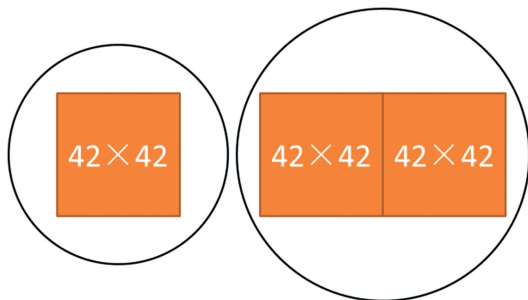


图 1 3 in 与 4 in 硅基碲镉汞材料的对比图

目前, 华北光电技术研究所已经突破了大尺寸硅基碲镉汞材料工艺的关键技术瓶颈, 并制备出了高平整度、高均匀性、低缺陷率、高质量的 4 in 硅基碲镉汞材料。

## 1 实验

实验所用设备为芬兰 DCA 公司生产的 P600 型分子束外延 (Molecular Beam Epitaxy, MBE) 系统, 它配有 CdTe 源、Te 源和阀控 Hg

源。由于材料尺寸要从原先的 3 in 提升至 4 in, 需从以下几个方面对 MBE 设备及工艺参数进行改进。

一是优化 4 in 硅基衬底低温表面处理工艺。在已有改进型 RCA 工艺的基础上, 优化湿化学清洗参数, 获得表面洁净、去氧化层温度低的 4 in 硅基衬底。改进湿化学清洗, 获得洁净的硅片。然后在 850 °C~900 °C 条件下热脱氧, 最后可得到原子级洁净的衬底。

二是优化 4 in 硅基碲镉汞分子束异质外延工艺。MBE 碲镉汞薄膜材料工艺的难点主要在于生长温度、Hg/Te 比和组分的精确控制。为了研究硅基 HgCdTe 的缺陷密度、缺陷大小与外延温度、Hg 束流、生长速率之间的关系, 设计了正交试验<sup>[5]</sup>。利用本次试验参数推算出最优工艺参数: 起始生长温度为 228 °C, 汞流量为 55 sccm, 生长速率为 1.5 μm/h。

三是优化 4 in 硅基碲镉汞材料的平整度。通过分析可知, 影响硅基碲镉汞材料表面平整度的因素如下: 硅衬底材料的平整度、工艺过程中高温导致材料变形以及材料厚度不均匀导致硅基碲镉汞材料表面面型变差。尤其在衬底加热器结构方面, 通过温场设计及加热盘定制, 将衬底加热器从单丝控制改进为双丝级联控制, 使温度均匀性得到大幅提升, 从而极大优化了材料的平整度。

四是实现硅基碲镉汞材料原位钝化与原位退火技术。建立 4 in 硅基碲镉汞材料的原位钝化和原位高低温多周期循环热处理工艺。通过退火处理可以提高 4 in 硅基碲镉汞晶体的质量, 目前可将材料的位错密度降低近一个量级。

## 2 材料参数表征

华北光电技术研究所已经拥有较为成熟的 MBE 生长 3 in 硅基碲镉汞材料技术。在 3 in 硅基碲镉汞工艺经验的基础上, 通过优化 4 in 硅基衬底低温表面处理工艺、4 in 硅基碲镉汞分子束异质外延工艺、4 in 硅基碲镉汞材料平整度和建立硅基碲镉汞材料原位钝化与原位退火技术, 使 4 in 硅基碲镉汞材料实现较好的材

料参数和晶体质量。如图 2 所示, 获得的 3 in 和 4 in 硅基碲镉汞材料全片光亮、均匀且没有明显的缺陷或划痕, 4 in 硅基碲镉汞材料的质量与 3 in 材料相当。后续的材料表征结果也显示, 4 in 硅基碲镉汞材料的质量可达到现有 3 in 材料的水平, 表明 4 in 硅基碲镉汞材料工艺研发成功。

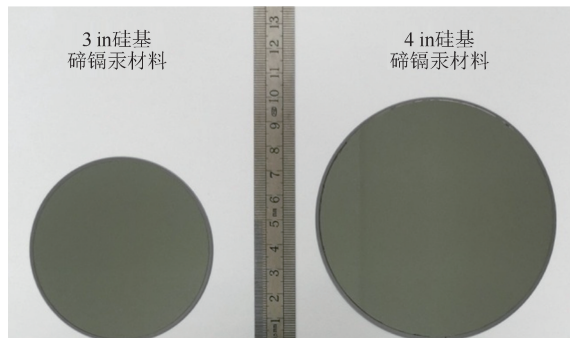


图 2 高质量 3 in 和 4 in 硅基碲镉汞材料

图 3 所示为 4 in 硅基碲镉汞材料在光学显微镜下 50 倍放大的光学成像结果。可以看出, 在 50 倍视野内几乎没有表面宏观缺陷, 且表面粗糙度良好。通过优化 4 in 硅基碲镉汞工艺, 4 in 硅基碲镉汞材料表面的宏观缺陷密度能够达到  $100 \text{ cm}^{-2}$  以内, 且分布均匀。这表明所有的 4 in 硅基碲镉汞材料工艺参数已经优化到适合材料生长的范围, 可保障 4 in 材料的质量达到较好的水准。

本文采用 WQF-310 型傅里叶变换红外光谱仪测量 4 in 硅基碲镉汞材料的厚度和组分。以 6 mm 步进值测量 4 in 硅基碲镉汞材料参数。

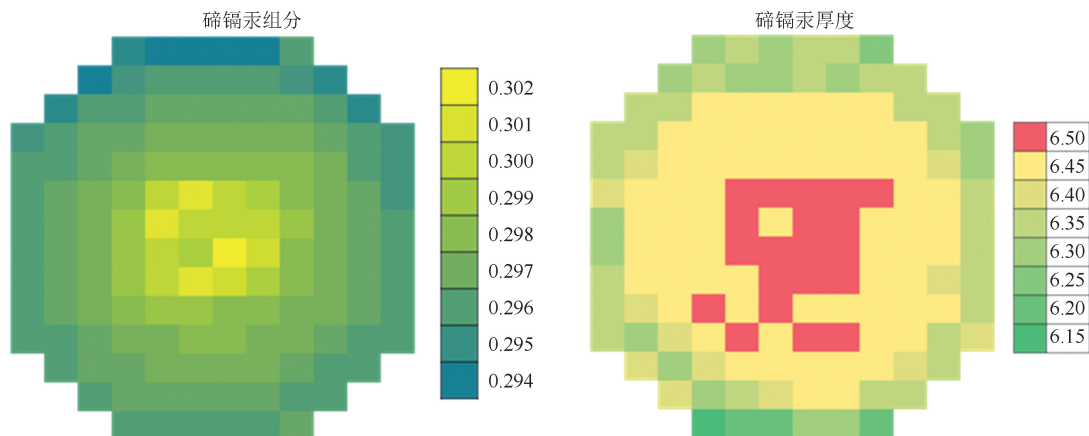


图 1 4 in 硅基碲镉汞材料参数的均匀性

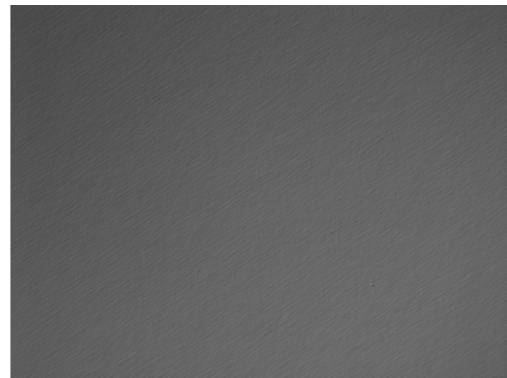


图 3 4 in 硅基碲镉汞材料的光学成像(50 倍放大)

图 4 所示为 4 in 硅基碲镉汞材料参数的分布情况。其中, 组分均值为 0.2965, 中心与边缘处的组分差距控制在 2.65% 以内(3 in 材料在 0.5% 以内); 厚度均值为  $6.387 \mu\text{m}$ , 中心与边缘处的厚度差距控制在 5.38% 以内(3 in 材料在 2.5% 以内)。虽然与 3 in 材料参数的均匀性有差距, 但考虑到二者尺寸的不同, 4 in 硅基碲镉汞材料参数的均匀性还是达到了较好水平。

图 5 给出了 4 in 硅基碲镉汞材料的 X 射线衍射(X-Ray Diffraction, XRD)形貌和双晶衍射半峰宽(Full Width at Half Maximum, FWHM)。可以看出, 貌相分析图中没有明显的絮状或者条纹状缺陷, 貌相整体的灰度均匀性良好, 表面材料整体质量均匀。4 in 硅基碲镉汞材料的 FWHM 值能够达到 90 arcsec 以内, 表明晶体质量良好。

本文采用白光干涉仪表征材料表面的平整度和粗糙度。图 6 给出了 4 in 硅基碲镉汞材料

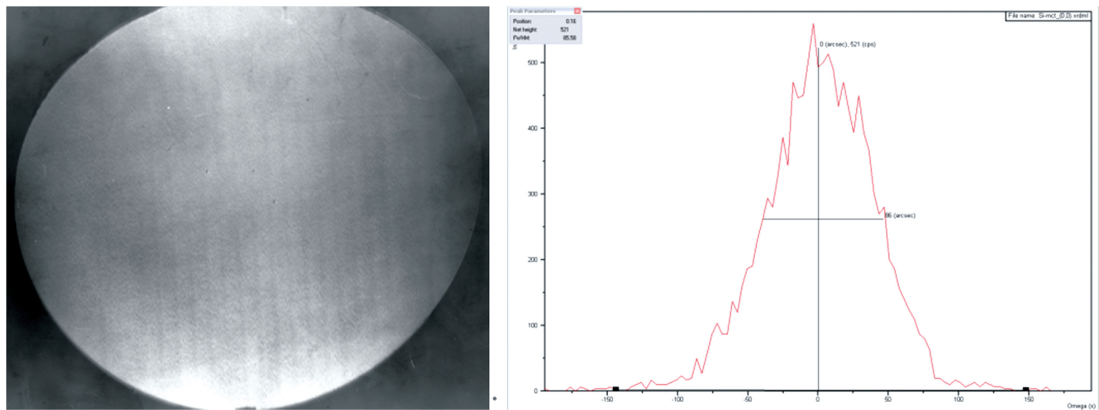


图 5 4 in 硅基碲镉汞材料的 XRD 形貌及 FWHM 数据

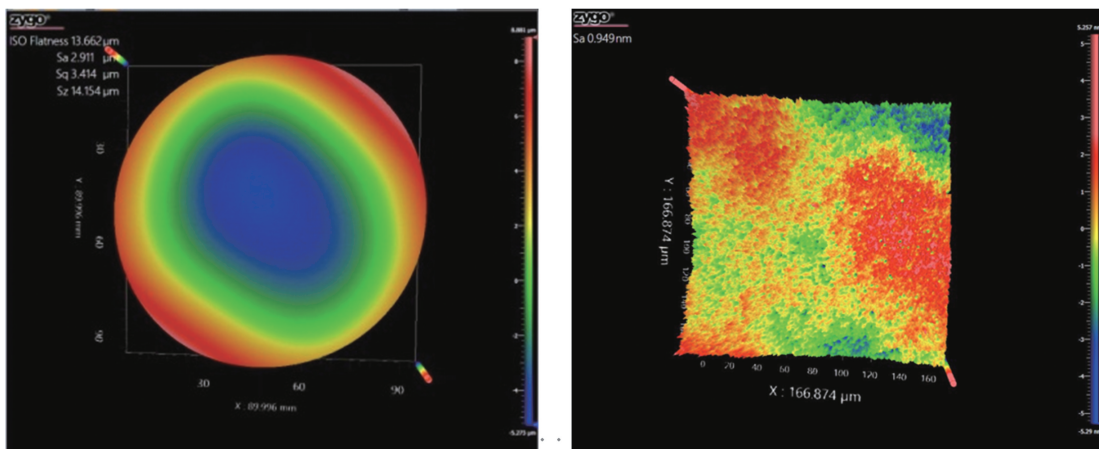


图 6 4 in 硅基碲镉汞材料表面的平整度与粗糙度

表面的平整度和粗糙度。其中, 平整度为  $13.66\ \mu\text{m}$ 。平整度的提高主要体现在边缘处。中心直径  $70\ \text{mm}$  处的平整度能达到  $7\ \mu\text{m}$  以内, 基本满足大阵列探测器的制备要求。该材料表面的粗糙度为  $0.95\ \text{nm}$ , 与较成熟的  $3\ \text{in}$  硅基碲镉汞材料基本接近。

采用湿化学腐蚀法对  $4\ \text{in}$  硅基碲镉汞材料进行腐蚀。统计多区域表面位错腐蚀坑密度的平均值, 并以此代表材料中的位错密度。这样可以比较准确地反映和评价材料内部的位错密度<sup>[1]</sup>。本实验采用 Chen 腐蚀液, 其配方为  $\text{H}_2\text{O}:\text{HCl}:\text{HNO}_3:\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 80\ \text{mL}:\text{10 mL}:\text{20 mL}:\text{8 g}$ 。图 7 为  $4\ \text{in}$  硅基碲镉汞材料经位错腐蚀后的扫描电镜(Scanning Electron Microscope, SEM)图像。通过优化  $4\ \text{in}$  硅基碲镉汞工艺和原位钝化及退火工艺, 将位错密度降到  $5 \times 10^6\ \text{cm}^{-2}$  以内。这与  $3\ \text{in}$  硅基碲镉汞材料的

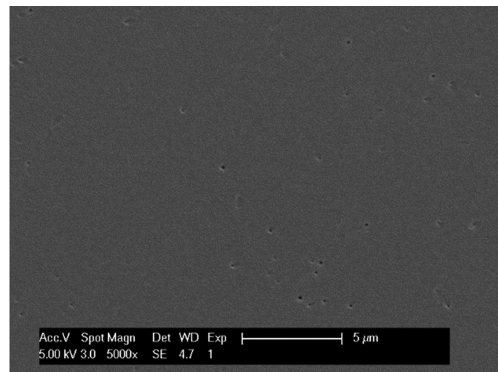


图 7 硅基碲镉汞材料经位错腐蚀后的 SEM 图像  
位错密度相当, 均处于较好的水平。

### 3 总结

在现有的  $3\ \text{in}$  硅基碲镉汞材料工艺经验的基础上, 经过工艺开发与后续优化, 华北光电技术研究所制备的  $4\ \text{in}$  硅基碲镉汞材料性能达到了国内领先水平。我们获得了材料参数均匀性良好、FWHM 值小于等于  $90\ \text{arcsec}$ 、表面

宏观缺陷密度小于等于  $100 \text{ cm}^{-2}$ 、表面平整度小于等于  $15 \text{ }\mu\text{m}$ 、表面粗糙度小于等于  $1.0 \text{ nm}$ 、位错密度低于  $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  的 4 in 硅基碲镉汞材料。该研究为后续的大面阵碲镉汞探测器研制奠定了坚实的材料基础。

### 参考文献

- [1] 巩锋, 周立庆, 王经纬, 等. 3 英寸硅基碲镉汞分子束外延工艺研究 [J]. *激光与红外*, 2012, **42**(7): 781–785.
- [2] 王经纬, 高达. 硅基短波碲镉汞材料分子束外

延生长研究 [J]. *激光与红外*, 2015, **45**(6): 646–649.

- [3] 王经纬, 巩锋, 刘铭, 等. 硅基碲镉汞分子束外延工艺优化研究 [J]. *激光与红外*, 2012, **42**(10): 1161–1164.
- [4] 周立庆, 刘铭, 巩锋, 等. 3 英寸 CdTe/Si 复合衬底外延技术研究 [J]. *激光与红外*, 2011, **41**(5): 537–541.
- [5] 葛玉斌, 高达, 王经纬, 等. 基于正交试验方法的 Si 基碲镉汞工艺优化 [J]. *激光与红外*, 2019, **49**(2): 209–212.

(上接第 5 页)

### 参考文献

- [1] 史衍丽. 第三代红外探测器的发展与选择 [J]. *红外技术*, 2013, **35**(1): 1–8.
- [2] Rogalski A. New Material Systems for Third Generation Infrared Detectors [C]. *SPIE*, 2009, **7388**: 73880J.
- [3] Razeghi M, Huang E, Nguyen B, et al. Type-II Antimonide-based Superlattices for the Third Gen-

eration Infrared Focal Plane Array [C]. *SPIE*, 2010, **7660**: 76601F.

- [4] Rogalski A, Antoszewski J, Faraone L. Third-generation Infrared Photodetector Arrays [J]. *J Appl Phys*, 2009, **105**(9): 1–44.
- [5] Frank F, Bürkle L, Pletschen W, et al. InAs/Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>Sb Infrared Superlattice Diodes: Correlation Between Surface Morphology and Electrical Performance [C]. *SPIE*, 1999, **3794**: 41–46.