

文章编号: 1672-8785(2021)04-0009-06

基于高温热处理的 InSb 晶片性能研究

柏 伟 张立超 徐强强 赵 超 刘 铭

(华北光电技术研究所, 北京 100015)

摘 要: 近年来, 为了满足新一代百万像元、高集成度、高性能红外焦平面探测器的发展需求, 人们对高晶格质量、高表面状态 InSb 晶片的要求越来越高。为了提高用生长态晶体加工的 InSb 晶片的性能, 对晶片高温热处理进行了研究。通过采用特殊设计的晶片承载装置并结合相应的晶片热处理配合方法, 优化了晶体生长态遗传的固有缺陷以及由晶片加工过程引入的加工缺陷; 改善了 InSb 晶片的化学计量比, 释放了晶片内部的残余应力; 提高了晶格质量, 优化了晶片整片的平面度, 最终提高了 InSb 晶片的整体质量, 为制备高性能大规模红外焦平面探测器奠定了材料基础。

关键词: 铟化铟晶片; 热处理; 应力; 平面度; 晶格质量

中图分类号: TN213 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3969/j.issn.1672-8785.2021.04.002

Study on Performance of InSb Wafer Based on High-temperature Heat Treatment

BAI Wei, ZHANG Li-chao, XU Qiang-qiang, ZHAO Chao, LIU Ming

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

Abstract: In recent years, in order to meet the development needs of a new generation of infrared focal plane detectors with megapixels, high integration and high performance, the demand for InSb wafers with high lattice quality and high surface state is increasing. In order to improve performance of the InSb wafers processed with as-grown crystal, the high temperature heat treatment of the wafer is studied. The inherent defects of crystal growth and the process defects introduced by wafer processing are optimized through using a specially designed wafer loading device combined with the corresponding heat treatment method. The stoichiometric ratio of the InSb wafer is improved, and the residual stress inside the wafer is released. The quality of the crystal lattice is improved, the flatness of the whole wafer is optimized, and the overall quality of the InSb wafer is finally improved, which laid a material foundation for the production of high performance and large size infrared focal plane detectors.

Key words: InSb wafer; heat treatment; stress; flatness; lattice quality

0 引言

铟化铟(InSb)是一种Ⅲ-V族化合物半导

体材料, 其禁带宽度极窄, 电子有效质量极小, 电子迁移率极高^[1]。由于具有优异且稳定的物

收稿日期: 2020-10-26

作者简介: 柏伟(1990-), 男, 山东济南人, 硕士, 主要从事红外材料制备及性能研究。

E-mail: yiyangluoxue@126.com

理化学性质, InSb 在霍尔器件、磁阻元件等工业技术领域获得了重要应用^[2]。尤其值得关注的是, InSb 在 3~5 μm 波段属于本征吸收, 因此 InSb 红外探测器具有极高的量子效率和响应率^[3], 使 InSb 晶体成为中波红外探测器的首选材料^[4]。InSb 红外探测器历经单元、多元、一维线列到二维面阵的快速发展, 促进了红外探测技术在侦察监视、搜索跟踪、天文观测、辅助驾驶、消防及安全生产等军民领域的广泛应用^[5-8]。随着科学技术的不断发展以及应用要求的日益提高, 人们希望 InSb 红外探测器的像元数目不断增加, 像元尺寸不断减小, 集成度越来越高^[9-10]。为了满足新一代百万像元、高集成度、高性能红外焦平面探测器的应用需求, 高质量的 InSb 晶片成为关键基础。

InSb 晶片制备工艺主要包括原料提纯、晶体生长及切割、晶片研磨和抛光。InSb 的熔点为 525 $^{\circ}\text{C}$ 。在晶体生长过程中, 生长态 InSb 晶体处于较高温的环境下, 晶体内部不可避免地会产生热应力, 进而导致缺陷产生。这些缺陷无法在后续机械加工中消除, 最终会遗传到晶片中。而低缺陷 InSb 晶片是制备高性能红外探测器的前提。因此, 我们开展了 InSb 晶片热处理研究, 以提高晶片的整体质量, 从而为高性能大规格红外焦平面探测器的发展奠定材料基础。

1 实验和测试

1.1 InSb 晶体生长

将高纯铟(6N)和高纯锑(6N)按照化学计量比在区域熔炼提纯炉中进行合成提纯, 然后将提纯后的 InSb 多晶料通过 Czochralski 法进行晶体生长。

1.2 InSb 晶片加工

在 InSb 晶体生长完成之后, 以 $\langle 111 \rangle$ 晶向对其进行定向切割。接着对切割后的晶片进行割圆、倒角、双面研磨及抛光处理, 最终得到 InSb 晶片。

1.3 InSb 晶片热处理

采用多温区管式炉对 InSb 晶片进行高温热

处理。首先, 对抛光后的 InSb 晶片进行去蜡处理。然后根据晶片的初始元素测试含量, 结合石英管体积以及待处理温度下元素的饱和蒸气压值, 计算相应的高纯补偿元素单质(7N)质量。用天平称取高纯补偿元素单质, 并将其放入石英管中。特殊设计的石英管前端设有缩口, 形成自然的防滚动格挡, 可防止后续元素补偿过程中高温熔融态的高纯补偿元素单质产生溢流。最后将多片晶片放置在具有梳子结构的石英支架上, 并将其推入石英管中进行抽真空处理。待真空度小于等于 1×10^{-5} Pa 后, 采用高温氢氧焰进行封接, 以维持高真空状态。将完成封接的石英管放入热处理炉中, 然后按照设定的温度曲线对 InSb 晶片进行高温热处理。

图 1 为特殊设计的 InSb 晶片热处理装置的示意图。其中, 标号 1 为高纯补偿元素单质, 标号 2 为防滚动格挡, 标号 3 为特殊设计的石英支架, 标号 4 为 InSb 晶片, 标号 5 为特殊设计的石英管, 标号 6 为石英塞子。图 2 和图 3 分别为 InSb 晶片的实物图和晶片放置右视图。

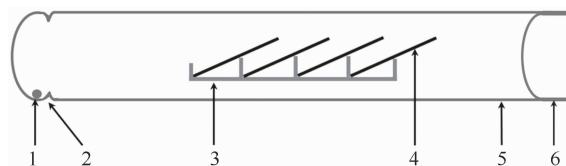


图 1 InSb 晶片热处理装置的示意图

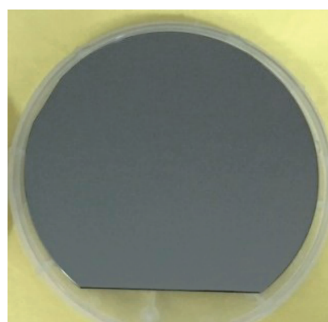


图 2 InSb 晶片的实物图

2 结果与讨论

在热处理前后, 对 InSb 晶片进行了多项无损测试表征, 以验证高温热处理效果。具体包括晶片表面形貌测试、晶片晶格质量测试以及晶片化学成分含量测试等。

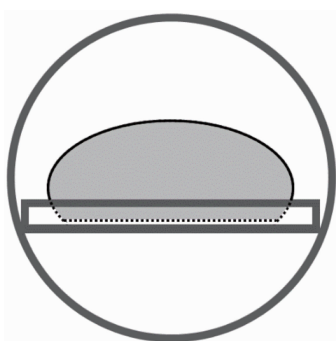


图 3 晶片放置右视图

2.1 InSb 晶片的表面形貌

采用 Zygo 表面轮廓仪对热处理前后的 InSb 晶片进行全表面平面度测试(结果见表 1)。图 4~图 7 为试验晶片的平面度测试图。从表 1 中可以看出, 经过高温热处理后, InSb 晶片整片的平面度呈现整体下降趋势。此外, 结合平面度测试图可以看出, 晶片的整体面型也发生了变化, 由原来的中间凹陷、边缘凸起变成了中间相对凸起。这正好向相反的方向变化, 说明高温热处理对释放引起晶片翘曲的屈服力和改善晶片整体形态具有明显影响。

表 1 InSb 晶片的表面形貌

编号	平面度/ μm	
	热处理前	热处理后
1#	5.184	3.489
2#	6.585	3.936
3#	4.991	3.481
4#	4.343	2.153

在 InSb 晶体生长完成之后, 需要通过切割、研磨、抛光等工艺将其制成 InSb 晶片。这些机械加工过程会不可避免地引入加工应力及缺陷, 进而降低 InSb 晶片的质量。例如,

在最关键的晶片抛光工序中, 需用蜡将晶片的背面粘接到专用的陶瓷盘上进行表面抛光, 但是在陶瓷盘粘片中, 晶片背面粘接蜡层的厚度及分布不可能完全均匀一致, 严重时晶片与陶瓷盘之间甚至会存在微气泡, 导致晶片翘曲、屈服受力。待晶片表面抛光完成后, 晶片抛光面是一个相对平整的表面。但当晶片从陶瓷盘上卸载之后, 原始的屈服力会使晶片向相反方向自由扩展。此时相对平整的抛光面就会发生翘曲, 晶片的整体平面度下降。经过高温热处理后, 晶体生长态的遗传热应力以及晶片加工的内部残余应力等都得到了有效释放, 使得晶片整片的平面度得到改善且晶片质量得到提高。

2.2 InSb 晶片的晶格质量

采用 ATX-E 型高分辨 X 射线衍射仪分别对热处理前后的 InSb 晶片进行 X 射线双晶衍射测试。其中, 选取晶片中间位置上的一点及其上下左右各 1.5 cm 处的四个点进行测试。表 2 列出了晶片衍射曲线的半峰宽值。可以看出, 在高温热处理后, 试验晶片的高分辨 X 射线双晶衍射曲线的半峰宽值呈现明显的减小趋势。作为评价晶体质量的重要参数之一, X 射线双晶衍射曲线的半峰宽对晶格损伤及畸变有很高的灵敏度。由缺陷导致的晶格损伤以及由应力导致的晶格畸变会使晶格常数 a_0 发生变化。当 X 射线入射到晶片原子层并发生衍射时, X 射线双晶衍射曲线的半峰宽值产生宽化。试验结果表明, 高温热处理对于释放晶片的残余应力、改善晶片内部的晶格质量(晶格畸变)和优化晶片整体质量具有有利影响。

表 2 InSb 晶片的晶格质量

	热处理前				热处理后			
	1#	2#	3#	4#	1#	2#	3#	4#
点 1/arcsec	13.06	9.34	11.73	12.90	7.69	7.17	7.06	7.24
点 2/arcsec	11.85	9.08	8.30	12.10	7.65	7.59	7.72	7.97
点 3/arcsec	12.33	9.04	9.03	12.00	7.84	7.40	7.37	7.52
点 4/arcsec	13.14	10.34	8.14	10.11	7.69	8.10	7.52	8.70
点 5/arcsec	10.13	9.51	10.11	17.50	7.64	7.56	7.29	7.27
平均值/arcsec	12.10	9.46	9.66	12.92	7.70	7.56	7.39	7.74

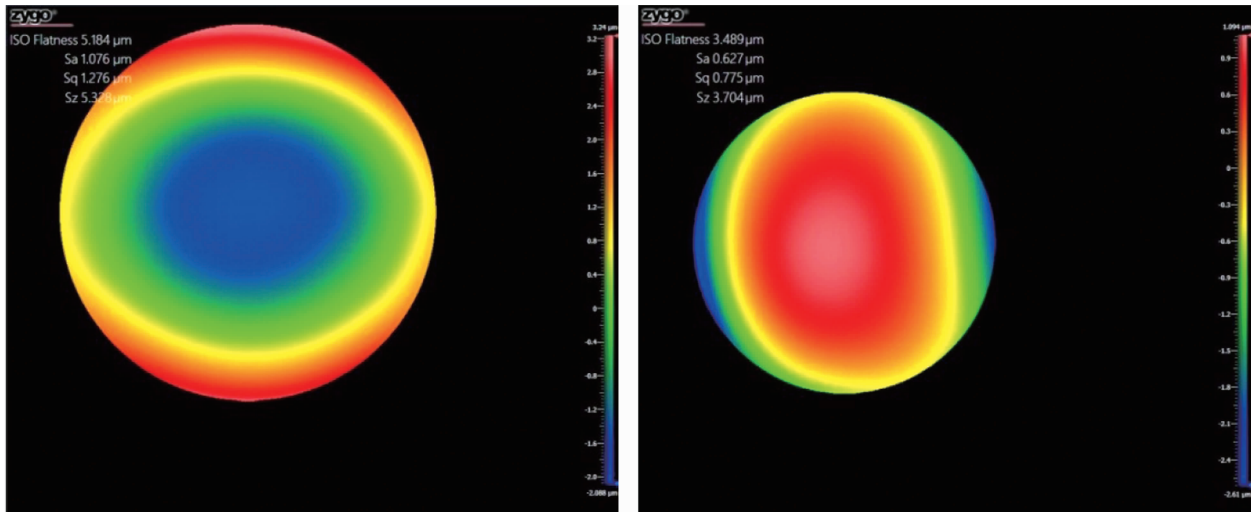


图 4 1# InSb 晶片的平面度测试图(热处理前后)

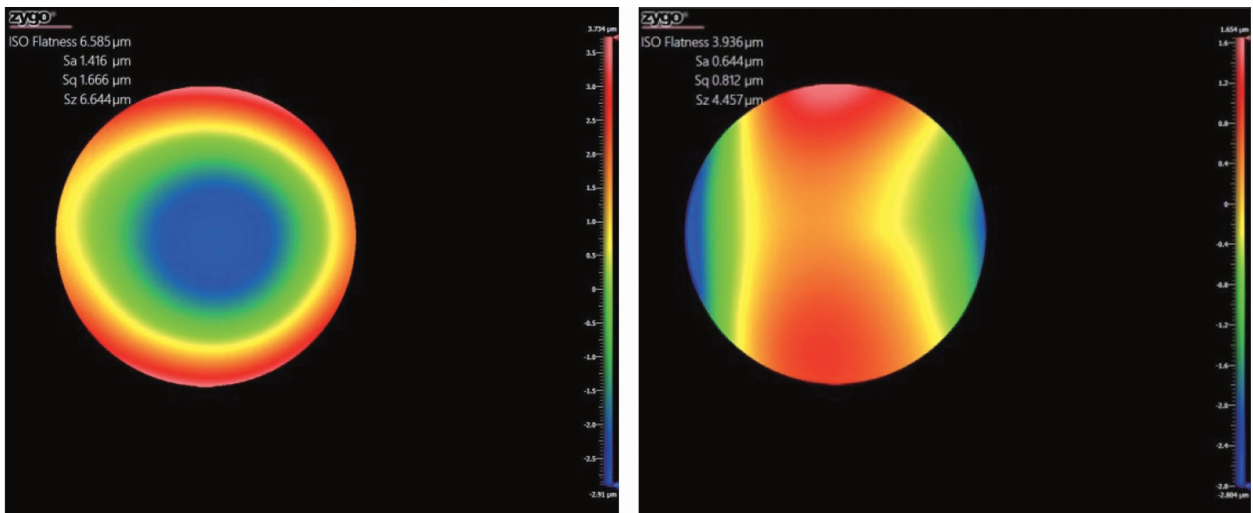


图 5 2# InSb 晶片的平面度测试图(热处理前后)

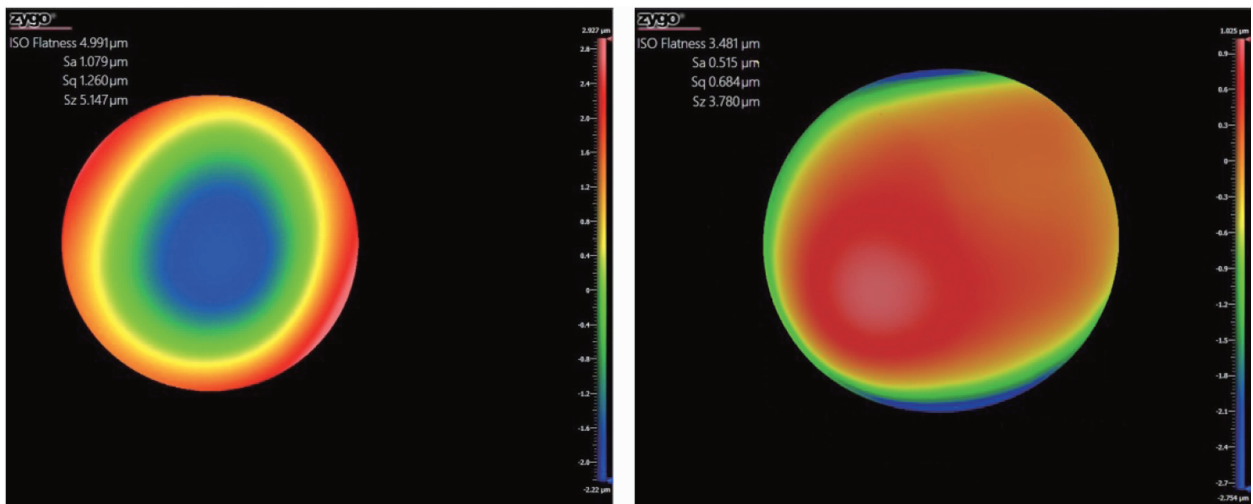


图 6 3# InSb 晶片的平面度测试图(热处理前后)

2.3 InSb 晶片的化学成分含量

采用集成 SIRION 型扫描电子显微镜的 EDAX 能谱仪对热处理前后的 InSb 晶片进行化学成分含量测试。其中, 选取晶片中间位置上的一个微区及其上下左右各 1.5 cm 处的四个微区进行

测试。表 3 列出了晶片的化学成分及含量测试结果。可以看出, 经高温热处理后, 试验晶片的整体化学计量比趋于平衡, 说明通过将特定的元素补偿方式与高温热处理技术相结合, 可以改善晶片的成分均匀性, 进而提高晶片质量。

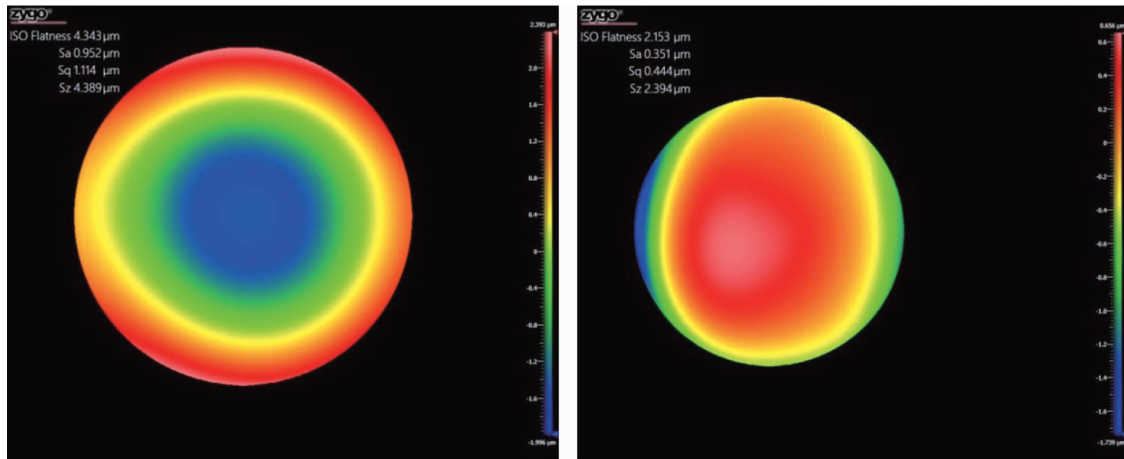


图 7 4# InSb 晶片的平面度测试图(热处理前后)

表 3 InSb 晶片的化学成分含量(原子百分比)

编号	位置	热处理前		热处理后	
		In	Sb	In	Sb
1#	微区 1/%	51.65	48.35	51.53	48.47
	微区 2/%	53.28	46.72	50.41	49.59
	微区 3/%	52.86	47.14	49.43	50.57
	微区 4/%	52.19	47.81	49.95	50.05
	微区 5/%	52.33	47.67	50.24	49.76
	平均值/%	52.46	47.54	50.31	49.69
2#	微区 1/%	51.46	48.54	50.34	49.66
	微区 2/%	51.03	48.97	50.20	49.80
	微区 3/%	51.68	48.32	49.95	50.05
	微区 4/%	50.94	49.06	49.34	50.66
	微区 5/%	51.07	48.93	50.52	49.48
	平均值/%	51.24	48.76	50.07	49.93
3#	微区 1/%	51.16	48.84	49.30	50.70
	微区 2/%	51.69	48.31	50.44	49.56
	微区 3/%	52.14	47.86	50.26	49.74
	微区 4/%	51.65	48.35	51.36	48.64
	微区 5/%	52.62	47.38	50.88	49.12
	平均值/%	51.85	48.15	50.45	49.55
4#	微区 1/%	52.25	47.75	49.83	50.17
	微区 2/%	52.28	47.72	51.25	48.75
	微区 3/%	52.05	47.95	50.61	49.39
	微区 4/%	51.34	48.66	50.64	49.36
	微区 5/%	51.81	48.19	50.38	49.62
	平均值/%	51.95	48.05	50.54	49.46

3 结束语

通过采用特殊设计的晶片承载装置并结合相应的晶片热处理配合方法,优化了晶体生长态遗传的固有缺陷以及由晶片加工过程引入的加工缺陷;改善了 InSb 晶片的化学计量比,释放了晶片内部的残余应力;提高了晶格质量,优化了晶片整片的平面度,最终提高了 InSb 晶片的整体质量,为制备高性能大规格红外焦平面探测器奠定了良好的材料基础。接着我们将从多方面进一步提升晶片质量并进行器件制备,以提高红外探测器的整体性能。

参考文献

- [1] Hamidreza S. Optimisation of Cooled InSb Detectors [J]. *III-Vs Review*, 2004, **17**(7): 27-31.
- [2] 陆春明, 李喆深, 董国胜. 化学腐蚀和硫处理对 InSb(111)表面的影响 [J]. *物理学报*, 1992, **41**(4): 675-682.
- [3] 柏伟, 庞新义. 4 英寸高质量 InSb 晶体生长研究 [J]. *红外*, 2018, **39**(9): 8-13.
- [4] 付安英, 马睿, 薛三旺. 高灵敏度室温铽化铟红外探测器研制 [J]. *现代电子技术*, 2007, **30**(2): 182-183.
- [5] 王利平, 孙韶媛, 王庆宝, 等. 红外焦平面探测器的读出电路 [J]. *光学技术*, 2000, **26**(2): 122-125.
- [6] Lucy Z, Meimei T, Leslie A. Developing High-performance III-V Superlattice IRFPAs for Defense-challenges and Solutions[C]. *SPIE*, 2010, **7660**: 76601E.
- [7] 方家熊. *红外探测器技术的进展* [M]. 天津: 天津科学技术出版社, 2003.
- [8] 何力. *先进焦平面技术导论* [M]. 北京: 国防工业出版社, 2011.
- [9] 彭焕亮. 红外焦平面热成像技术的发展 [J]. *激光与红外*, 2006, **36**(Z): 776-780.
- [10] 张雪, 梁晓庚. 红外探测器发展需求 [J]. *电光与控制*, 2013, **20**(2): 41-44.