

文章编号: 1672-8785(2020)08-0015-06

InAs/GaSb II 类超晶格长波红外探测器 背面减薄技术研究

程 雨 鲍英豪 肖 钰 李春领 亢 喆 刘 铭

(华北光电技术研究所, 北京 100015)

摘 要: 在长波红外波段, InAs/GaSb II 类超晶格材料具有比碲镉汞材料更优越的性能, 因此得到了广泛研究。对 InAs/GaSb II 类超晶格红外探测器芯片的背面减薄技术开展了一系列试验。针对 $\langle 100 \rangle$ GaSb 单晶片进行了单点金刚石机床精密加工、机械化学抛光和化学抛光方法研究, 并去除了加工损伤。InAs/GaSb II 类超晶格红外器件的流片结果表明, 长波探测器组件获得了较好的红外成像图片, 提高了 InAs/GaSb II 类超晶格长波红外探测器芯片的研制水平。

关键词: InAs/GaSb; 单点金刚石机床切削; 表面形貌; 机械化学抛光; 长波红外探测器

中图分类号: TN362 文献标志码: A DOI: 10.3969/j.issn.1672-8785.2020.08.003

Study on Back Thinning Technologies of Long-wave InAs/GaSb Type-II Superlattice Infrared Detectors

CHENG Yu, BAO Ying-hao, XIAO Yu, LI Chun-ling, KANG Zhe, LIU Ming

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

Abstract: In long-wave infrared region, InAs/GaSb type-II superlattice material has more superior performance than HgCdTe, thus has been widely studied. A series of experiments were carried out on the InAs/GaSb type-II superlattice infrared detector to improve the technology level of back thinning. For $\langle 100 \rangle$ GaSb single wafers, different single-point diamond turning (SPDT), mechanical chemical polishing and chemical polishing methods were studied. The machining damage was removed. Through the experiments of InAs/GaSb type-II superlattice infrared devices, good infrared imaging pictures were obtained by the long-wave detector assembly, which can improve the technology level of InAs/GaSb type-II superlattice long-wave infrared detector.

Key words: InAs/GaSb; single-point diamond turning (SPDT); surface morphology; chemical mechanical polishing; long-wave infrared detector

收稿日期: 2020-06-27

作者简介: 程雨(1989-), 女, 黑龙江大庆人, 工程师, 主要从事红外材料与器件研究。

E-mail: chengyu0431@aliyun.com

0 引言

1977 年, Sakaki H 和 Esaki L 首次提出了 InAs/GaSb II 类超晶格的概念。由于 InAs 的导带底比 GaSb 的价带顶低, 两者间隔可形成周期性势阱。当 InAs 和 GaSb 的厚度都很薄时, 电子和空穴各自的波函数之间会发生较强的耦合, 形成微带能级。通过调整 InAs 和 GaSb 的周期, 可实现 $3\sim 30\ \mu\text{m}$ 波长的调控。因此, 该方法可应用在红外探测器制备技术中^[1]。通过设计能带结构, 可抑制 InAs/GaSb II 类超晶格的俄歇复合机制; 同时配合成熟的分子束外延 (Molecular Beam Epitaxy, MBE) 生长技术, 可获得均匀性良好的外延层。理论计算结果表明, 在长波红外波段, 超晶格器件的性能比碲镉汞器件更优越。InAs/GaSb 因此成为长波红外材料的有力竞争者^[2]。

按信号采集方向分类, InAs/GaSb II 类超晶格探测器芯片属于背面入射器件。在低温工作时, GaSb 单晶衬底的红外透过率较低。因此, 有必要对 GaSb 衬底的无损伤减薄方法进行研究。通过将背面减薄技术用于 InAs/GaSb II 类超晶格探测器芯片, 可以保证红外信号的采集。

常用的减薄方法有机械研磨、机械抛光、机械化学抛光、化学抛光、化学腐蚀以及各种精密加工等。表面粗糙度 R_a 是衡量减薄后材料表面形貌的重要参数, 是取样面积内轮廓偏离平均线的算术平均值。X 射线双晶衍射法是减薄后单晶材料损伤层厚度的常用测量方法, 具有简便、定量、非破坏性等优点, 能测出大致的损伤层厚度。当晶体内部结构完美时, 衍射出来的 X 射线线束会比较窄, 反之则会变宽。因此可以利用 X 射线衍射强度半峰宽 (Full Width at Half Maximum, FWHM) 来检测晶体材料内部结构的被破坏程度^[3]。

本文根据 GaSb 单晶的特性, 采用单点金刚石机床精密加工、机械化学抛光和化学抛光等方法对 GaSb 衬底进行减薄工艺研究。利用检测显微镜和白光干涉仪对表面情况进行观察

和测量, 再结合 X 射线双晶衍射测试和化学抛光进行损伤层测试, 使材料表面逐渐变光洁、损伤逐渐减小并完全去除。最后, 将该方法应用于 InAs/GaSb II 类超晶格长波红外探测器芯片的背面减薄技术。

1 实验

1.1 用 MMC600 单点金刚石机床精密加工 GaSb 单晶

MMC600 单点金刚石切削机床的工作原理如图 1 所示。主轴安装在静压气浮轴承上, 轴向为 Z 轴。金刚石刀具通过夹具被安装在主轴圆盘边缘。机床底部框架由大理石组成, 内部安装 X 轴滑带。通过气动隔离器对滑带进行精确控制。滑带使工作台在 X 轴轴向稳速进给。通过真空控制将待切削材料稳定吸附在工作台上。通过移动主轴圆盘的 Z 轴位置, 使金刚石刀具与待切削材料接触 (步进精度为 $0.2\ \mu\text{m}$)。伴随合适的主轴转速和稳定的 X 轴进给, 实现厚度切削。切削过程会在材料表面留下沿切削路径的微纹^[4]。

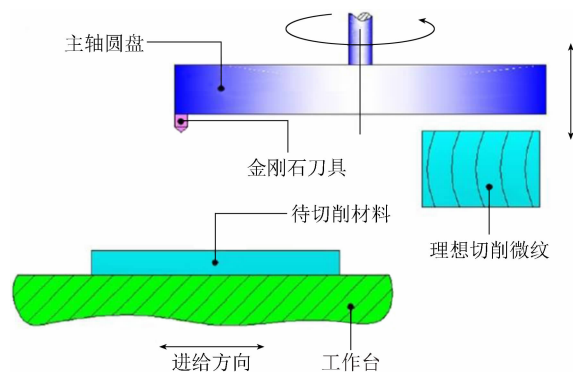


图 1 MMC600 单点金刚石切削机床的工作原理图

本团队对用单点金刚石切削机床精密加工 InSb 单晶和 InSb 红外探测器的研究做了大量工作 (详见参考文献 [5])。由于 GaSb 单晶与 InSb 单晶均属于闪锌矿结构, 两者的材料性质极为相近, 所以本文采用与 InSb 单晶相同的单点金刚石机床精密加工参数。其中, 主轴转速 V 为 1100 rpm; 单次去除量 a_p 从粗加工到精加工分别为 $50\ \mu\text{m}$ 、 $20\ \mu\text{m}$ 、 $20\ \mu\text{m}$ 、 $5\ \mu\text{m}$ 和 $1\ \mu\text{m}$; 进给速度 f 从粗加工到精加工分别为

15 mm/min、12 mm/min、10 mm/min、8 mm/min 和 7 mm/min；单次去除量 a_p 须与进给速度 f 搭配工作。

任取同批次的 2 片用液封直拉法 (Liquid-Encapsulated Czochralski, LEC) 生长的 $\langle 100 \rangle$ GaSb 晶片, 其编号分别为 20-1 和 20-2, 晶片厚度均为 800 μm 左右。用白蜡将 GaSb 晶片分别粘接在厚度均匀性较好的玻璃板上。通过真空吸附控制将粘有 GaSb 晶片的玻璃板吸附在工作台上, 然后对其进行单点金刚石机床精密加工。GaSb 晶片的切削工作参数如表 1 所示。在精密加工完成后, 用去离子水枪对表面进行清洁, 然后用氮气吹干。采用检测显微镜和白光干涉仪对表面情况进行观察和测量。

1.2 关于 GaSb 单晶的机械化学抛光

机械化学抛光技术是一种将抛光液、抛光垫与待抛光材料之间的化学作用和机械作用相结合的技术, 其原理示意图如图 2 所示。所用的抛光液一般由氧化剂、络合剂和小粒径磨料等组成^[6]。

抛光过程中, 抛光液中的氧化剂与材料发生氧化反应, 在表面上生成一层疏松多孔的物质; 然后抛光液中的磨料和抛光垫通过机械作用共同将这一层氧化物去除, 使待抛光材料的表面再次裸露出来。当化学腐蚀作用和机械磨削作用达到动态平衡时, 即在腐蚀液的作用下降低了材料表面的物理损伤, 同时又通过磨料的磨削作用获得了较高的平整度。因此, 此时可获得较好的粗糙度和平整度^[6]。

取经过 1.1 节实验的 GaSb 晶片, 采用以粒径为 0.05 μm 的 SiO_2 为磨料的常用基础机械化学抛光液以及常见的无机试剂, 配制质量分

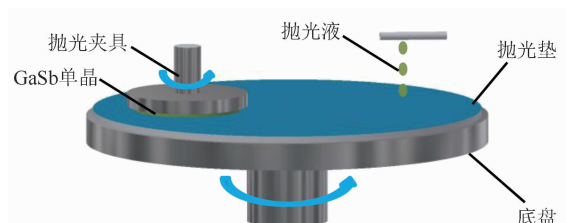


图 2 机械化学抛光的工作原理示意图

数为 12% 的 SiO_2 磨料、体积分数为 7% 的双氧水和 0.7% 冰醋酸的混合抛光液 (其他成分为基础机械化学抛光液的试剂成分和去离子水)。采用该混合抛光液进行机械化学抛光^[7]。室温时, 在通用的防腐抛光机 (12 寸底盘) 上, 搭配合适的抛光垫进行抛光。底盘转速为 40 r/min, 抛光压力为 100 g/cm^2 , 抛光料的滴速为 12~15 drops/10s (约 12 mL/min)。抛光 7 min 后停止, 用去离子水枪对表面进行清洁, 然后用氮气吹干。记录抛光去除厚度, 并用检测显微镜和白光干涉仪对表面情况进行观察和测量。

1.3 关于 GaSb 单晶的化学抛光

根据文献调研, 用磷酸体系腐蚀液对 1.2 节实验后的 GaSb 单晶进行化学抛光^[8]。用磷酸、柠檬酸和过氧化氢等化学试剂配制抛光液。在通用的防腐抛光机 (12 寸底盘) 上, 搭配合适的抛光垫进行抛光。底盘转速为 12 r/min, 抛光压力为 30 g/cm^2 , 抛光料的滴速约为 8~10 drops/10s。抛光 3 min 后停止, 用去离子水枪对表面进行清洁, 然后用氮气吹干。记录抛光去除厚度, 并用检测显微镜和白光干涉仪对表面情况进行观察和测量。

用光刻胶对化学抛光后的 GaSb 单晶进行保护。待光刻胶风干后, 在加热台上取下 GaSb 单晶, 用异丙醇将白蜡浸泡、清洗、去

表 1 用单点金刚石机床精密加工 GaSb 晶片的背面减薄工艺流程

主轴转速 V	步骤	单次去除量 a_p	进给速度 f	运行次数 T	预计去除量
1100 r/min	1	50 μm	15 mm/min	1	50 μm
	2	20 μm	12 mm/min	5	100 μm
	3	10 μm	10 mm/min	5	50 μm
	4	5 μm	8 mm/min	10	50 μm
	5	1 μm	7 mm/min	15	15 μm

除,再用丙酮和无水乙醇试剂将光刻胶浸泡、去除。利用 X 射线双晶衍射仪对 GaSb 单晶表面进行测试,并记录 FWHM 数值。重复进行化学抛光及上述步骤,直至 FWHM 数值不再明显下降为止。此时,机械加工损伤已去除,总去除厚度即为损伤层的厚度。

2 结果与讨论

2.1 表面形貌和加工损伤分析

传统磨料抛光的工作依据为材料脆性,即依靠磨料与待减薄材料的碰撞摩擦作用去除厚度。抛光后的晶片表面不可避免地存在大颗粒嵌入、较深的机械划痕和较深的表面损伤。经 MMC600 单点金刚石机床精密加工后的 GaSb 单晶表面如图 3 所示。可以看出, GaSb 晶片表面有均匀的加工微纹,没有嵌入颗粒,也没有严重破损。

单点金刚石机床精密加工的工作依据为材料延性,而且金刚石刀具硬度高、耐磨损,因此从根本上解决了材料表面的杂质嵌入问题。由于机床的步进精度高,材料表面更光洁一致、更平整,这有助于后续的机械化学抛光和

化学抛光^[5]。

经过机械化学抛光后的 GaSb 单晶表面如图 4 所示。可以看出, GaSb 表面比较光洁一致,白光干涉仪图像中材料起伏很小,说明表面粗糙度较小,机械作用和化学作用配合得很好,实现了动态平衡。经测试,机械化学抛光的去除厚度为 20~21 μm ,即 GaSb 单晶的机械化学抛光速度约为 3 $\mu\text{m}/\text{min}$ 。本团队针对 GaSb 单晶的机械化学抛光工作进行了大量的实验研究,并获得了较好的实验结果。实验证明,由质量分数为 10%~15%的 SiO_2 磨料、体积分数为 5%~10%的双氧水以及体积分数为 0.5%~1.5%的冰醋酸构成的机械抛光液(其中 SiO_2 磨料的粒径为 0.04~0.1 μm)对 GaSb 晶体均获得了较好的抛光效果^[7]。

单点金刚石机床精密加工时仅会造成一层很薄的亚表面材料形变,切削损伤很小。经定量测试, InSb 单晶的加工损伤低于 3 μm 。根据材料加工原理和 InSb 单晶技术经验,可认为经过 7 min 的机械化学抛光且去除厚度为 20~21 μm 时,已将单点金刚石机床精密加工的损伤完全去除。

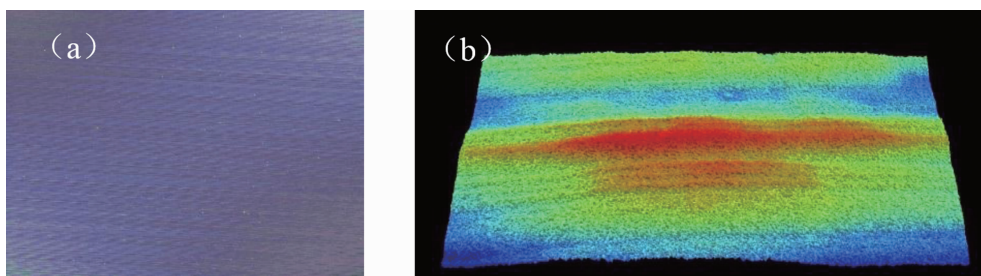


图 3 通过单点金刚石机床精密加工获得的 GaSb 晶片表面:(a)用检测显微镜(100 倍放大)获得的图片;(b)用白光干涉仪(50 倍放大)获得的图片

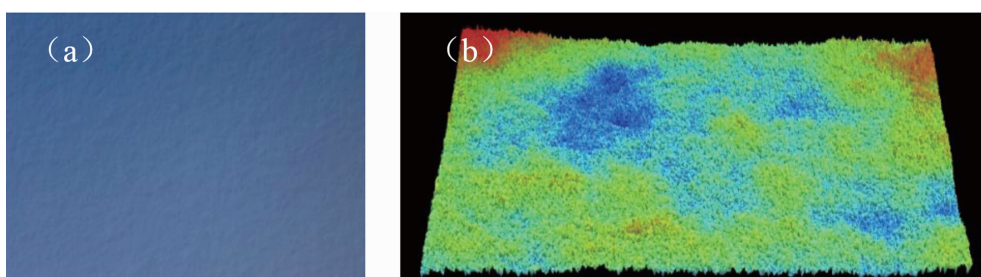


图 4 通过机械化学抛光获得的 GaSb 晶片表面:(a)用检测显微镜(100 倍放大)获得的图片;(b)用白光干涉仪(50 倍放大)获得的图片

本文采用的化学抛光方法不含有磨料, 抛光时 GaSb 晶片与抛光垫之间布满了纯化学试剂。它直接与 GaSb 晶片表面发生氧化反应, 生成易去除的氧化层。该氧化层因抛光垫的机械作用被去除。经磷酸等化学抛光 3 min 后的 GaSb 单晶表面如图 5 所示。可以发现, 经过化学抛光的 GaSb 表面有轻微橘皮, 比机械化学抛光后的表面略差。磷酸等化学抛光是一种类以腐蚀的抛光方法。化学抛光之前, GaSb 晶片表面或者亚表面如果存在由机械作用造成的划痕, 哪怕是细小划痕, 化学试剂在该处的腐蚀速度也会比别处略快, 由此造成化学抛光后表面状态不均匀。

经测试, 化学抛光的去除厚度约为 $1.5\ \mu\text{m}$, 即 GaSb 单晶的化学抛光速度约为 $0.5\ \mu\text{m}/\text{min}$ 。采用 X 射线双晶衍射配合进行化学抛光的数据结果如表 2 所示。可以看出, 经过第一次化学抛光, FWHM 值已经很低, 接近于仪器测试极限; 后续两次化学抛光后, FWHM 值与第一次也极为接近, 说明第一次化学抛光的 $1.5\ \mu\text{m}$ 去除厚度已去除了机械化学抛光的加工损伤层。在实际工作中, 化学抛光进行 5~6 min, 以确保将加工损伤全部

去除。

2.2 InAs/GaSb II 类超晶格长波红外探测器的衬底减薄

对于 InAs/GaSb II 类超晶格长波红外探测器来说, 为了透过更多的红外辐射, 要求 GaSb 衬底尽量薄些(一般厚度小于 $25\ \mu\text{m}$)^[9-10]。此外, 由于 MBE 工艺中不设有隔离层(如 $\text{InAs}_{1-x}\text{Sb}_x$), 而化学抛光中的腐蚀剂又不具有选择性, 一般将衬底厚度预留 5~ $25\ \mu\text{m}$ 。

对于 InAs/GaSb II 类超晶格长波红外探测器的背面减薄要求, 一般需要去除厚度约为 $500\sim 600\ \mu\text{m}$ 的 $\langle 100 \rangle$ GaSb 单晶。为了去除加工损伤且便于工艺控制, 衬底厚度约预留 $15\ \mu\text{m}$ 。再预留 $25\ \mu\text{m}$ 进行机械化学抛光和化学抛光工艺, 其余厚度则由 MMC600 单点金刚石机床进行精密加工。适当增大表 1 中步骤 1~3 的运行次数 T , 并优先增加靠前步骤的运行次数。经过单点金刚石机床精密加工、机械化学抛光和化学抛光后, 对 InAs/GaSb II 类超晶格长波红外探测器芯片进行了常规的流片和检测步骤, 并获得了图 6 所示的采集图像。可以看出, 图像层次较分明, 轮廓较清晰, 说明 InAs/GaSb II 类超晶格长波红外探测器的制备

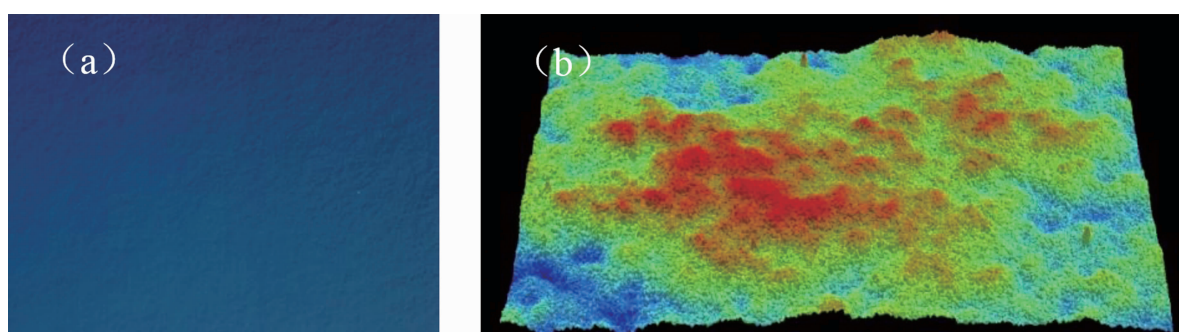


图 5 通过化学抛光获得的 GaSb 晶片表面: (a)用检测显微镜(100 倍放大)获得的图片; (b)用白光干涉仪(50 倍放大)获得的图片

表 2 损伤检测过程数据

实验片编号	第一次化学抛光		第二次化学抛光		第三次化学抛光	
	去除厚度 $1/\mu\text{m}$	FWHM1 /arcsec	去除厚度 2 / μm	FWHM2 /arcsec	去除厚度 3 / μm	FWHM3 /arcsec
20-1	1.6	6.18, 6.46	1.3	6.22, 6.32	1.5	7.32, 6.22
20-2	1.4	7.14, 6.65	1.8	6.30, 7.33	1.6	6.52, 6.73

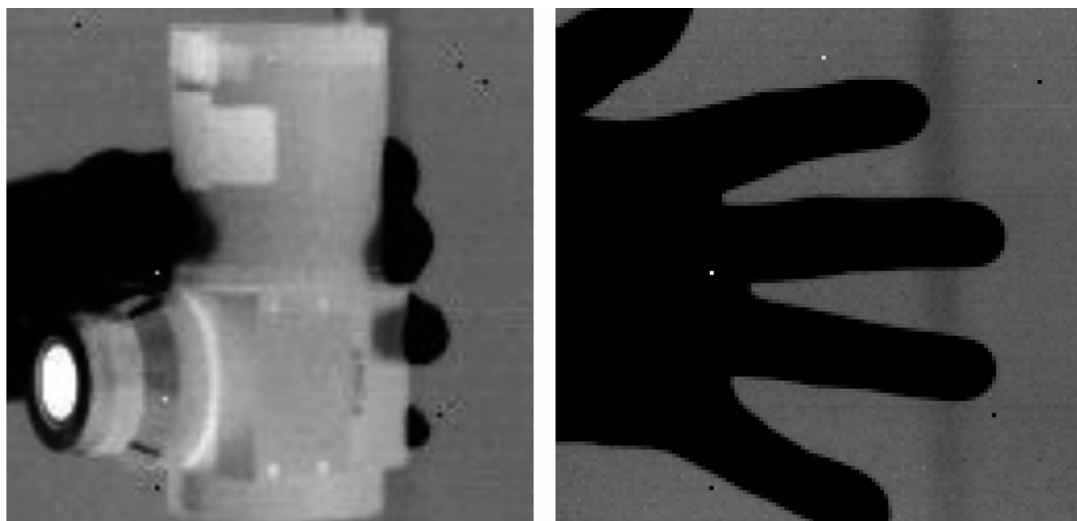


图 6 经减薄工艺后的 InAs/GaSb II 类超晶格长波红外探测器的采集图像

技术较好。

3 结束语

基于 $\langle 100 \rangle$ GaSb 晶片减薄工艺研究, 用检测显微镜和白光干涉仪对加工后的 GaSb 单晶表面进行了表征, 并阐述了通过单点金刚石机床精密加工、机械化学抛光和化学抛光实现 GaSb 晶片无损加工的过程。流片验证结果表明, 本研究可使 InAs/GaSb II 类超晶格长波红外探测器实现较好的性能。本文所研究的内容为甚长波及双色 InAs/GaSb II 类超晶格红外探测器芯片制备技术奠定了重要基础。

参考文献

- [1] Lei W, Gu R J, Antoszewski J, et al. MBE Growth of Mid-wave Infrared HgCdTe Layers on GaSb Alternative Substrates [J]. *Journal of Electronic Materials*, 2015, **44**(9): 3180–3187.
- [2] Lei W, Gu R J, Antoszewski J, et al. GaSb: A New Alternative Substrate for Epitaxial Growth of HgCdTe [J]. *Journal of Electronic Materials*, 2014, **43**(8): 2788–2794.
- [3] Cervera C, Ribet-Mohamed I, Taalat R, et al. Dark Current and Noise Measurements of an InAs/GaSb Superlattice Photodiode Operating in the Midwave Infrared Domain [J]. *Journal of Electronic Materials*, 2012, **41**(10): 2714–2718.
- [4] Chen M J, Li M Q, Cheng J, et al. Study on Characteristic Parameters Influencing Laser-induced Damage Threshold of KH_2PO_4 Crystal Surface Machined by Single Pointdiamond Turning [J]. *Journal of Applied Physics*, 2011, **110**: 113103.
- [5] 程雨, 曹凌霄, 肖钰. 单点金刚石切削 InSb 单晶的研究[J]. *红外*, 2019, **40**(2): 7–13.
- [6] 程雨, 李春领, 肖钰. 碲锌镉晶体表面磨抛方法研究[J]. *红外*, 2018, **39**(11): 11–16.
- [7] 程雨, 肖钰, 李春领. 一种抛光液及应用该抛光液对铋化镓晶片进行抛光的方法: 201611114093.6 [P]. 2017–04–26.
- [8] 亢喆, 温涛, 郭喜. InAs/GaSb 二类超晶格材料湿法腐蚀工艺研究 [J]. *红外*, 2018, **48**(7): 867–871.
- [9] Antoni Rogaiski 著. 周海宪, 程云芳译. *红外探测器(原书第二版)* [M]. 北京: 机械工业出版社, 2014.
- [10] Grzesik M, Vangala S R, Goodhue W D, et al. Indirect Wafer Bonding and Epitaxial Transfer of GaSb-based Materials [J]. *Journal of Electronic Materials*, 2013, **42**(4): 679683.