

文章编号: 1672-8785(2025)01-0028-07

## 基于高低温循环退火方法的硅基 碲镉汞位错抑制研究

姜梦佳 折伟林 王 丹 李 震 周 睿  
管崇尚 邢伟荣 牛佳佳

(中国电子科技集团公司第十一研究所, 北京 100015)

**摘 要:** 高低温循环退火是降低碲镉汞(HgCdTe)材料位错密度的有效策略之一, 被广泛用于提升 HgCdTe 质量。使用离位的高低温循环退火工艺对硅基 HgCdTe 材料进行热处理, 并通过设计正交试验研究退火条件对 HgCdTe 材料的影响。在温度区间 250~450 °C、升温时间 5 min、循环 12 次的条件下获得最佳退火效果。采用统计位错密度的方法对比退火前后 HgCdTe 材料的位错变化。与未退火的 HgCdTe 相比, 退火后的 HgCdTe 位错密度降低了 80% 左右, 为  $1 \times 10^6 \sim 2 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 。X 射线摇摆曲线测试结果表明, 退火后硅基 HgCdTe 的半峰宽可降至 75~80 arcsec。本研究综合提升了硅基 HgCdTe 的质量, 为焦平面器件的研发提供了高质量的材料基础。

**关键词:** 硅基碲镉汞; 高低温循环退火; 位错密度; 半峰宽

**中图分类号:** TN213; TN215; TN304 **文献标志码:** A

**DOI:** 11.3969/j.issn.1672-8785.2025.01.004

## Study on Dislocation Suppression of Silicon-Based HgCdTe Based on High- and Low-Temperature Cyclic Annealing Method

JIANG Meng-jia, SHE Wei-lin, WANG Dan, LI Zhen, ZHOU Rui,

GUAN Chong-shang, XING Wei-rong, NIU Jia-jia

(The 11th Research Institute of China Electronics Technology Group Corporation, Beijing 100015, China)

**Abstract:** High- and low-temperature cyclic annealing is one of the effective strategies to reduce the dislocation density of mercury cadmium telluride (HgCdTe) materials and is widely used to improve the quality of HgCdTe. The silicon-based HgCdTe material is heat treated using an off-site high- and low-temperature cyclic annealing process, and the effect of annealing conditions on the HgCdTe material is studied by designing an orthogonal experiment. The best annealing effect is obtained under the conditions of a temperature range of 250 °C to 450 °C, a heating time of 5 min, and 12 cycles. The statistical dislocation density method is used to compare the dislocation changes of HgCdTe materials before and after annealing. Compared with the unan-

**收稿日期:** 2024-05-28

**作者简介:** 姜梦佳(1998-), 女, 硕士, 主要从事分子束外延生长碲镉汞的相关研发工作。

E-mail: 13920585519@139.com

nealed HgCdTe, the dislocation density of the annealed HgCdTe is reduced by about 80% to  $1 \times 10^6 - 2 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ . The X-ray rocking curve test results show that the half-peak width of the silicon-based HgCdTe can be reduced to 75–80 arcsec after annealing. This study comprehensively improves the quality of silicon-based HgCdTe and provides a high-quality material foundation for the research and development of focal plane devices.

**Key words:** silicon-based HgCdTe; high- and low-temperature cyclic annealing; dislocation density; half-peak width

## 0 引言

HgCdTe 是一种具有闪锌矿结构的三元化合物半导体。通过调节其带隙可实现对整个红外波段的光响应。凭着高量子效率、低暗电流的优势, HgCdTe 红外焦平面器件被广泛应用于红外光电探测系统<sup>[1-2]</sup>。第三代红外探测器的发展对硅基 HgCdTe 薄膜提出了更高的要求。这就需要通过提升材料质量来适应具有更高性能的红外焦平面器件<sup>[3]</sup>。由于硅衬底与 HgCdTe 之间存在 19.3% 的晶格失配, 经外延得到的 HgCdTe 薄膜表现出高位错密度。作为陷阱中心和复合中心, 位错会影响载流子(少子)寿命和迁移率, 使器件零偏结阻抗减小且暗电流增大<sup>[4-5]</sup>。

为提升晶体质量并减少位错对器件性能的影响, 可采用退火工艺对 HgCdTe 进行热处理<sup>[6]</sup>。相较于传统的单周期、长时间退火, 高低温循环退火方法使用多周期、短时间的多次退火对硅基 HgCdTe 材料进行热处理, 通过引入热适配应变驱动位错迁移, 促使位错发生湮灭或闭合, 从而达到降低位错密度的效果<sup>[7]</sup>。这种循环退火方式可减少长时间高温造成的材料变形, 避免本征汞空位浓度失控。近年来, 各大研究机构利用原位或离位的循环退火方法处理 HgCdTe 材料, 均达到了良好的降位错密度效果<sup>[8-11]</sup>。本文基于高低温循环退火炉, 通过设计正交试验探究退火峰值温度、循环次数、升温时长对硅基 HgCdTe 退火降位错效果的影响, 获得了该退火方法下的优选条件, 综合提高了硅基 HgCdTe 的质量。

## 1 实验

### 1.1 材料制备及测试

采用分子束外延系统生长了硅基复合衬底, 并在该衬底表面上外延得到 HgCdTe 材料。生长过程详见以前本组人员发表的文章<sup>[12]</sup>。

将硅基 HgCdTe 划成 9 个 20 mm × 15 mm 大小的方片, 并将其放在石英管内(管内装有足够的汞)。使用干泵对石英管进行抽真空处理, 完成封管。利用自研的高低温循环退火炉对装有 HgCdTe 样品的密闭石英管进行退火处理。

采用高分辨率 X 射线衍射仪(X-Ray Diffractometer, XRD)表征硅基 HgCdTe 的双晶衍射半峰宽。使用 Chen 腐蚀剂腐蚀硅基 HgCdTe, 并采用电子扫描显微镜(Scanning Electron Microscope, SEM)观察并统计腐蚀后产生的位错。每个样品共检测 9 个点。对检测点的位错数量进行统计并取平均数, 然后将单位面积内的平均位错数作为 HgCdTe 材料的位错密度。采用傅里叶变换红外光谱仪(Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR)表征退火前后硅基 HgCdTe 的组分、波长及厚度<sup>[13]</sup>。

### 1.2 正交试验方案设计

退火效果受众多因素的影响。通过设计正交试验方案, 选取具有代表性的少次试验, 可快速确定不同的退火因素对硅基 HgCdTe 质量的影响, 从而找到优选退火条件<sup>[14]</sup>。如表 1 所示, 本方案设定三因子为峰值温度(因素 A)、循环次数(因素 B)、升温时长(因素 C), 并选取三水平进行高低温循环退火。需说明的是, 当温度达到 370 °C 时, 退火后硅基 HgCdTe 的位错密度开始呈现出明显的下降趋势。因此, 退火峰值温度设定起始于 370 °C,

表 1 三因子三水平参数表

因子	A: 峰值温度/°C	B: 循环次数/次	C: 升温时长/min
水平 1	370	4	5
水平 2	400	8	10
水平 3	450	12	15

表 2  $L_9(3^3)$  正交表

试验编号	峰值温度/°C	循环次数/次	升温时长/min
1	A <sub>1</sub>	B <sub>1</sub>	C <sub>1</sub>
2	A <sub>1</sub>	B <sub>2</sub>	C <sub>2</sub>
3	A <sub>1</sub>	B <sub>3</sub>	C <sub>3</sub>
4	A <sub>2</sub>	B <sub>1</sub>	C <sub>2</sub>
5	A <sub>2</sub>	B <sub>2</sub>	C <sub>3</sub>
6	A <sub>2</sub>	B <sub>3</sub>	C <sub>1</sub>
7	A <sub>3</sub>	B <sub>1</sub>	C <sub>3</sub>
8	A <sub>3</sub>	B <sub>2</sub>	C <sub>1</sub>
9	A <sub>3</sub>	B <sub>3</sub>	C <sub>2</sub>

表 3 样品位错密度正交试验结果分析表

试验编号	因子			位错密度/cm <sup>-2</sup>
	峰值温度/°C	循环次数/次	升温时长/min	
1	370	4	5	$3.2 \times 10^6$
2	370	8	10	$4.8 \times 10^6$
3	370	12	15	$3.9 \times 10^6$
4	400	4	10	$4.5 \times 10^6$
5	400	8	15	$9.1 \times 10^5$
6	400	12	5	$1.6 \times 10^6$
7	450	4	15	$2.3 \times 10^6$
8	450	8	5	$1.1 \times 10^6$
9	450	12	10	$1.3 \times 10^6$
$K_1$	4.0	3.3	2.0	—
$K_2$	5.1	5.0	3.5	—
$K_3$	1.6	2.3	5.1	—
极差值 R	3.5	2.7	3.1	—
因素主次	A>C>B			—
优选组合	A3B3C1			—

且所有退火试验的低温温度一律设定为 250 °C。通过设置 9 组试验，制定  $L_9(3^3)$  正交试验表，研究退火峰值温度、循环次数、升温时长与位错密度、半峰宽之间的关系(见表 2)。

## 2 结果分析

本方案采用极差法对试验结果进行分析，通过比较退火峰值温度、循环次数、升温时长

等 3 个因素所对应的极值大小，判断得出影响退火效果的主次因素。为排除不同材料片之间厚度、组分对试验的影响，所有退火材料均划自同一片硅基 HgCdTe，原始材料的位错密度约为  $8.8 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ ，半峰宽约为 99.3 arcsec。

表 3 列出了样品位错密度正交试验结果分析数据。其中， $K_1$ 、 $K_2$ 、 $K_3$  代表与因子水平

相关的试验结果加和的平均数,  $R$  代表  $K_1$ 、 $K_2$ 、 $K_3$  中最大值与最小值的差。可以看出, 峰值温度对应的极差值  $R$  最大, 表明峰值温度对退火效果的贡献最大, 直接影响退火后硅基 HgCdTe 位错密度的大小。升温时长对退火效果的贡献次之, 循环次数的变化对硅基 HgCdTe 位错密度虽有影响, 但弱于峰值温度及升温时长的影响。综合评判三因素对退火后硅基 HgCdTe 位错密度的影响, 得到主次排序: 峰值温度 > 升温时长 > 循环次数。通过选取三因素对应的  $K_1$ 、 $K_2$ 、 $K_3$  中的最小值, 确定优选组合为 A3B3C1, 即退火峰值温度为 450 °C, 升温时长为 5 min, 循环次数为 12 次。

表 4 列出了样品半峰宽正交试验结果分析数据。其中,  $F_1$ 、 $F_2$ 、 $F_3$  代表与因子水平相关的试验结果加和的平均数,  $R$  代表  $F_1$ 、 $F_2$ 、 $F_3$  中最大值与最小值的差。可明显看到, 退火峰值温度对退火效果的贡献最大, 直接影响退火后硅基 HgCdTe 半峰宽的大小。综合评判三因素对退火后硅基 HgCdTe 半峰宽的影响, 得到主次排序: 峰值温度 > 循环次数 > 升温时长。通过选取三因素对应的  $F_1$ 、 $F_2$ 、 $F_3$  中的

最小值, 确定优选组合为 A3B3C3, 即退火峰值温度为 450 °C, 升温时长为 15 min, 循环次数为 12 次。

对于升温时长(因素 C), 半峰宽最小值在 15 min 时取得, 位错密度最小值在 5 min 时取得。本方案以位错密度为优先考量因素, 以半峰宽变化为参考。因此, 以位错密度降至最小值时所对应的升温时长为准(即 5 min)。

对于峰值温度(因素 A), 根据表 3 和表 4 的数据分析结果可知, 其在高低温循环退火过程中起主导作用, 半峰宽及位错密度的最小值均在 450 °C 下取得, 此时经退火后得到的硅基 HgCdTe 晶体质量最高。由于 450 °C 为正交实验中所取峰值温度的最大值, 提高峰值温度能否进一步改善晶体质量有待探究。

为确定峰值温度的最佳值, 在保持升温时长 5 min、循环次数 12 次的条件下, 选取峰值温度分别为 370 °C、400 °C、450 °C、470 °C、500 °C, 继续进行退火试验。如图 1 所示, 当退火峰值温度在 450 °C 以下时, 退火后硅基 HgCdTe 的位错密度和半峰宽随峰值温度的升高而减小, 并逐渐达到饱和极限; 此后, 提高温度对降低位错密度的效果没有明显增强, 半

表 4 样品半峰宽正交试验结果分析表

试验编号	因子			半峰宽/arcsec
	峰值温度/°C	循环次数/次	升温时长/min	
1	370	4	5	88.6
2	370	8	10	91.1
3	370	12	15	85.8
4	400	4	10	92.6
5	400	8	15	85.5
6	400	12	5	85.4
7	450	4	15	82.5
8	450	8	5	84.2
9	450	12	10	79.2
$F_1$	88.5	87.9	86.1	—
$F_2$	87.8	86.9	87.6	—
$F_3$	82.0	83.5	84.6	—
极差值 $R$	6.5	4.4	3.0	—
因素主次	A>B>C			
优选组合	A3B3C3			

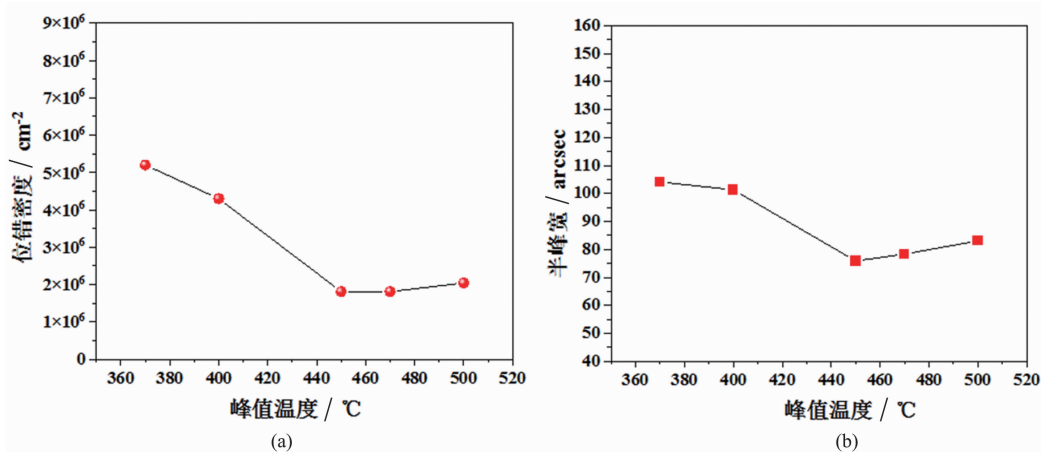


图1 硅基 HgCdTe: (a)退火峰值温度与位错密度的关系; (b)退火峰值温度与半峰宽的关系

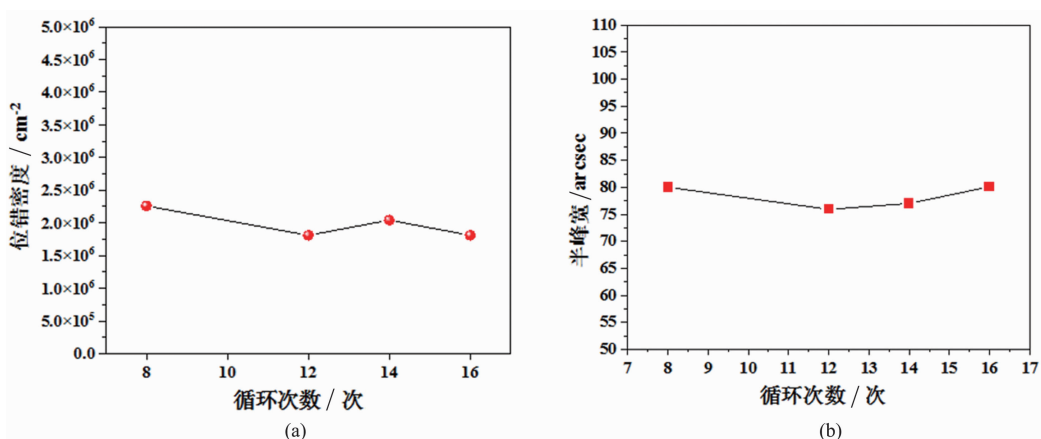


图2 硅基 HgCdTe: (a)退火循环次数与位错密度的关系; (b)退火循环次数与半峰宽的关系

峰宽稍有增大。

以上测试结果表明,退火过程中温度的升高为材料的应变提供了热应力,在高温下材料内部的位错发生迁移,不同位错间进行相互作用,从而发生湮灭或闭合。然而,当温度达到450 °C时,其位错数量趋于饱和。此时HgCdTe的位错密度达到最小值。由此确定450 °C为该退火方法中峰值温度的最佳值。需要注意的是,当温度高于450 °C时,样品表面会出现Hg腐蚀问题,升高温度所导致的半峰宽增大可能与其相关。

对于循环次数(因素B),在正交实验中,半峰宽及位错密度的最小值在12次时取得。类似地,由于12次是正交实验中的循环次数最大值,为确定提高循环次数能否进一步改善晶体质量,保持峰值温度为450 °C、升温时长为5 min,设定循环次数分别为8次、12次、

14次、16次,继续进行退火试验。如图2所示,循环次数由8次提升至12次时,位错密度及半峰宽明显减小;当循环次数由12次提升至16次时,位错密度无明显差异,半峰宽略微增大。由此确定12次为退火循环次数的最佳值。最终综合确定通过高低温循环退火提高硅基HgCdTe质量的优选条件为温度250 °C~450 °C、循环12次、升温5 min。

在最佳退火条件下,对其他批次的HgCdTe进行高低温循环退火,以验证退火效果。图3所示为退火温度曲线。在12次高低温循环退火过程中,升降的温度及时间几乎保持一致,表明所使用的退火炉及工艺稳定。在最佳退火条件下,硅基HgCdTe的位错密度由 $8 \times 10^6 \sim 9 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 降低至 $1 \times 10^6 \sim 2 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ ,最小值为 $1.8 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 。图4为退火前后硅基HgCdTe的腐蚀位错SEM图像。从

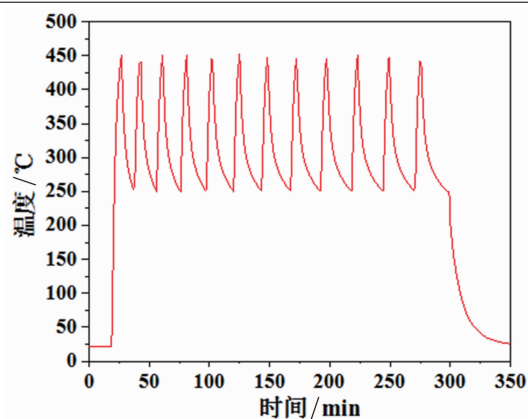


图 3 温度曲线

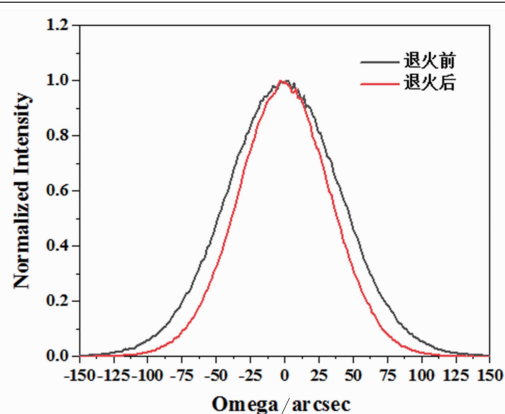


图 5 退火前后硅基 HgCdTe 的 XRD 衍射图像

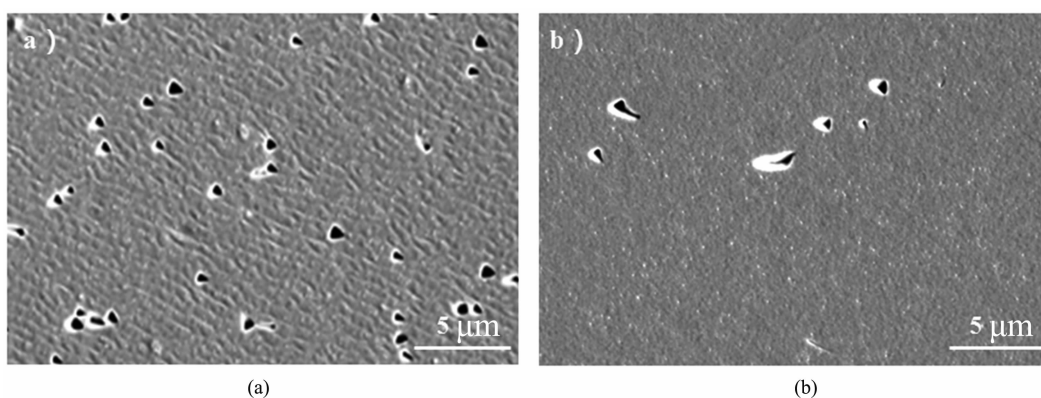


图 4 硅基 HgCdTe 的腐蚀位错 SEM 图像: (a)退火前; (b)退火后

中可直观地观察到位错密度减小, 即退火为硅基 HgCdTe 提供的迁移能促进了位错的湮灭及闭合。退火前后样品片的 XRD 衍射图像如图 5 所示。可以看出, 半峰宽由  $95 \sim 105$  arcsec 变窄为  $75 \sim 80$  arcsec, 最小值为  $77.4$  arcsec, 进一步证实该循环退火条件有利于晶体质量的提高。

### 3 结束语

采用离位的高低温循环退火工艺对硅基 HgCdTe 进行热处理, 并通过设计正交试验探究了退火条件对硅基 HgCdTe 质量的影响。结果表明, 峰值温度对降低位错密度起主导作用, 循环次数及升温时长同时影响降位错的效果。进一步的验证试验表明, 在升温时长为  $5$  min 的情况下, 当退火峰值温度为  $450$  °C、循环次数为  $12$  次时, 硅基 HgCdTe 的位错密度达到饱和, 无限提高峰值温度及循环次数并不能持续增强降位错效果。在最佳退火条件下

(峰值温度为  $450$  °C、升温时长为  $5$  min、循环次数为  $12$  次), 硅基 HgCdTe 的位错密度可降低至  $1.8 \times 10^6$   $\text{cm}^{-2}$ , 半峰宽可降低至  $77.4$  arcsec, 晶体质量得到明显改善。未来可就循环退火对不同种类位错的抑制效果及作用机理开展进一步研究。

### 参考文献

- [1] 褚君浩. 窄禁带半导体物理学 [M]. 北京: 科学出版社, 2005.
- [2] 杨建荣. 碲镉汞材料物理与技术 [M]. 北京: 国防工业出版社, 2012.
- [3] 丁瑞军, 杨建荣, 何力, 等. 碲镉汞红外焦平面器件技术发展 [J]. 红外与激光工程, 2020, 49 (1): 01030101-01030106.
- [4] 苏君红. 红外材料与探测技术 [M]. 杭州: 浙江科学技术出版社, 2015.
- [5] Astles M G, Shaw N, Blackmore G, et al. Improved Control of Composition and Electrical Prop-

- erties of Liquid Phase Epitaxial (CdHg)Te Layers [J]. *Journal of Crystal Growth*, 1992, **117**(1-4): 213-217.
- [6] 邢晓帅, 折伟林, 杨海燕, 等. 退火工艺对 HgCdTe 材料位错密度及电学性能影响的研究 [J]. *激光与红外*, 2023, **53**(4): 566-569.
- [7] Carmody M, Lee D, Zandian M, et al. Threading and Misfit-dislocation Motion in Molecular-beam Epitaxy [J]. *Journal of Electronic Materials*, 2003, **32**(7): 710-716.
- [8] Brill G, Farrell S, Chen Y P, et al. Dislocation Reduction of HgCdTe/Si Through Ex Situ Annealing [J]. *Journal of Electronic Materials*, 2010, **39**(7): 967-973.
- [9] Benson J D, Arrell S, Brill G, et al. Dislocation Analysis in (112)B HgCdTe/CdTe/Si [J]. *Journal of Electronic Materials*, 2011, **40**(8): 1847-1853.
- [10] Farrell S, Rao M V, Brill G, et al. Effect of Cycle Annealing Parameters on Dislocation Density Reduction for HgCdTe on Si [J]. *Journal of Electronic Materials*, 2011, **40**(8): 1727-1732.
- [11] Simingalam S, Brill G, Wijewarnawuriya P, et al. Low Temperature, Rapid Thermal Cycle Annealing of HgCdTe Grown on CdTe/Si [J]. *Journal of Electronic Materials*, 2015, **44**(5): 1321-1326.
- [12] 高达, 李震, 王丛, 等. 基于分子束外延的硅基 HgCdTe 材料工艺研究 [J]. *红外*, 2021, **42**(3): 6-10.
- [13] 折伟林, 田璐, 晋舜国, 等.  $\text{Hg}_{1-x}\text{Cd}_x\text{Te}/\text{CdTe}/\text{Si}$  薄膜厚度测试方法的研究 [J]. *激光与红外*, 2012, **42**(12): 1351-1354.
- [14] 葛玉斌, 高达, 王经纬, 等. 基于正交试验方法的 Si 基 HgCdTe 工艺优化 [J]. *激光与红外*, 2019, **49**(2): 209-212.