

文章编号: 1672-8785(2022)12-0020-06

铟化铟抛光片表面粗糙度优化研究

孔忠弟 赵 超 董 涛

(中国电子科技集团公司第十一研究所, 北京 100015)

摘 要: 铟化铟是中波红外探测应用较广的材料。抛光片的表面粗糙度是影响器件性能的关键指标。研究了铟化铟化学机械抛光(Chemical Mechanical Polishing, CMP)液的 pH 值、氧化剂比例以及抛光液流速对铟化铟抛光片表面粗糙度的影响, 并结合原子力显微镜(Atomic Force Microscope, AFM)和表面轮廓仪测试对抛光片的表面粗糙度进行了表征和优化。结果表明, 当 pH 值为 8、氧化剂比例为 0.75%、抛光液流速为 200 L/min 时, InSb 晶片的表面粗糙度为 1.05 nm (AFM), 同时晶片的抛光宏观质量较好。

关键词: 铟化铟; 表面粗糙度; pH 值; 氧化剂比例; 抛光液流速; 抛光宏观质量

中图分类号: TN213 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3969/j.issn.1672-8785.2022.12.004

Study on Surface Roughness Optimization of InSb Polishing Wafer

KONG Zhong-di, ZHAO Chao, DONG Tao

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

Abstract: Indium antimonide (InSb) is a widely used material in mid-wave infrared detection. The surface roughness of polishing wafer is the key index that affects the performance of devices. The influence of pH value of InSb chemical mechanical polishing solution, the proportion of oxidant and the flow rate of the polishing solution on the surface roughness of InSb polishing wafer were studied. The surface roughness of the polishing wafer was characterized and optimized by atomic force microscope (AFM) and the surface profilometer. The results show that the surface roughness of InSb wafer is 1.05 nm (AFM) when the pH is 8, the proportion of oxidant is 0.75%, and the flow rate of polishing solution is 200 L/min. At the same time, the polishing macro quality of the wafer is better.

Key words: indium antimonide; surface roughness; pH value; proportion of oxidant; flow rate of the polishing solution; polishing macro quality

0 引言

铟化铟(InSb)是一种具有闪锌矿结构的Ⅲ-V族半导体材料, 其禁带宽度窄, 在 77 K 时

仅为 0.232 eV。而且因为它还拥有极高的电子迁移率, 所以目前是制造中波红外探测器的最佳材料之一。抛光片表面的划伤、粗糙度以及

收稿日期: 2022-09-13

作者简介: 孔忠弟(1978-), 男, 江苏泰州人, 本科, 主要从事 InSb 晶片加工研究。

E-mail: kongyong_1000@163.com

平整度在很大程度上会影响 InSb 器件的性能^[1]。一般来说, 评价 InSb 晶片表面质量的指标有抛光宏观质量、表面粗糙度、表面氧化层和表面损伤层等。其中, 表面粗糙度的增加会使器件噪声增大。表面粗糙度过大会造成表面悬挂键密度大, 使表面吸附力增强, 更容易吸附金属离子, 造成电特性下降、漏电流增大, 从而影响器件性能^[1-2]。与硅等其他半导体材料相比, InSb 的硬度更低(铈化钢的硬度为 223 knoop, 硅的硬度为 1150 knoop)^[3], 且化学活性强, 与抛光液中的化学成分反应较为强烈。所以抛光后的表面质量难以控制, 尤其是在既要保证表面抛光宏观质量(如划痕、亮点、橘皮等缺陷极少), 还要保证表面粗糙度较优的前提下, 愈加难以控制。

InSb 晶片抛光通常采用 CMP 工艺。CMP 是通过机械作用与化学作用交替进行来去除表面损伤, 最终平坦化表面的过程。一般来说, CMP 抛光工艺分为粗抛和精抛两步进行。粗抛工序的主要作用是去除上一道工序带来的损伤, 精抛工序着重优化调整抛光片的表面质量。精抛工艺是 InSb 晶片加工的最后一道工序, 是最终影响抛光片粗糙度的最重要的工艺。其中, 精抛液成分、抛光压力、抛光盘转速和抛光液流速等都是影响精抛质量的关键因素。

例如, 赵超等通过优化大尺寸 InSb 晶片抛光工艺的抛光液温度、抛光液流量和抛光盘的转速参数, 将表面粗糙度(白光干涉法)提高到了小于等于 1 nm 的水平^[4]。李德香等通过研究双氧水添加前后的抛光工艺, 将 InSb 表面粗糙度优化至 0.606 nm(白光干涉法)^[1]。康海燕等通过研究抛光液中的 pH 值来优化 InSb 晶片的表面粗糙度。虽然表面粗糙度 DK (AFM) 优化至 0.77 nm, 但是表面抛光宏观质量较差^[5]。刘承霖等研究了抛光压力、pH 值、氧化剂含量, 并通过用有机碱替代抛光液中的无机碱, 同时添加螯合剂和活性剂, 将 InSb

晶片的表面粗糙度优化至 0.9 nm (AFM)^[6-7]。张伟等通过研究抛光液的磨料质量和氧化剂含量对 InSb 的 CMP 效果的影响规律, 获得了 0.8 nm 的表面粗糙度 (AFM)^[8]。

以上研究在单独提高 InSb 晶片的表面粗糙度方面取得了一定的进展, 但是在提高表面粗糙度质量的同时保证抛光宏观质量的研究进展较少。所以本文通过调整 CMP 精抛液中的 pH 值、氧化剂比例以及抛光液流速, 在保证 InSb 晶片抛光宏观质量的同时优化了 InSb 抛光片的表面粗糙度 (AFM)。

1 实验

1.1 实验原理

目前常用的 InSb 晶片精抛工艺采用的是单面 CMP 抛光工艺, 使用的是以硅溶胶为基底的抛光液, 添加了一定的无机酸、氧化剂、表面活性剂等物质^[8]。抛光时, 晶片粘贴在陶瓷盘上, 然后粘有晶片的陶瓷盘在一定压力下与抛光垫接触, 陶瓷盘和抛光盘以一定的转速旋转。抛光液中的氧化剂在晶片表面形成一层氧化物, 接着与抛光液中的酸或碱继续反应, 生成可溶性的盐。然后通过 SiO₂ 胶粒的吸附作用与抛光垫间的机械摩擦作用及时去除这些生成物^[9], 紧接着被流动的抛光液带走, 重新暴露出新鲜的晶片表面, 随后再与抛光液反应, 周而复始, 逐步去除晶片的表面损伤, 同时平坦化表面, 直到 InSb 晶片表面类似镜面一样光洁, 抛光剂停止作用为止。

1.2 实验参数

实验晶片为 2 in <111> 晶向的 InSb 粗抛片, 抛光设备为单面型抛光机。精抛液的基底液为 0.05 μm 硅溶胶抛光液, 抛光液的温度为 22±1℃, 抛光盘的转速为 40 rpm, 抛光压力为 40 kg。

为了在提高表面粗糙度的同时还保证晶片表面的抛光宏观质量, 抛光液中的氧化剂、酸或碱的比例不能过高。所以设计表 1 进行不同氧化剂比例以及 pH 值的抛光实验。

表 1 氧化剂比例及 pH 值参数表

参数	数值		
氧化剂比例	0.5%	0.75%	1%
pH	5.5、6.5、7.5、8.0、8.5、9.0、9.5		

表 2 抛光液流速参数表

参数	数值				
氧化剂比例以及 pH 值	选定的较优值				
抛光液流量(L/min)	100	150	200	250	300

挑选氧化剂比例及 pH 值实验较好的参数进行不同抛光液流速实验,作进一步优化。具体实验参数如表 2 所示。

1.3 表面测试

使用 Nikon 测量显微镜对晶片表面抛光宏观质量进行检测。测量显微镜使用暗场模式,放大倍数为 100 倍。分别使用白光干涉仪和 AFM 对 InSb 晶片表面粗糙度进行检测。光学轮廓仪的测试波长为 623.8 nm,测试范围为 $167\ \mu\text{m} \times 167\ \mu\text{m}$ 。AFM 的纵向噪音水平小于 30 pm(RMS 值),测试范围为 $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ 。测量点的位置如图 1 所示。两者均取 R_a 值作为表面粗糙度的测试值。

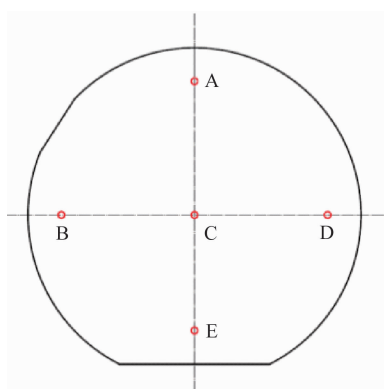


图 1 晶片检测点位置示意图

2 结果与讨论

2.1 优化前 InSb 晶片表面粗糙度分析

使用白光干涉仪以及 AFM 对 InSb 抛光片进行表面粗糙度检测(结果见图 2 和图 3)。白光干涉仪测得 R_a 为 0.475 nm,它表征的是晶片表面更宏观的起伏状态。从测试结果中可以看到,晶片表面较为光滑,但存在一定的坑点。这说明精抛基本去除了因物理作用较强的

粗抛工艺导致的沟壑表面。AFM 表征的是晶片表面原子级的起伏状态。从测试结果中可以看到,晶片表面存在很多亮的高点,正是这些高点使测得的晶片表面粗糙度高(R_a 超过 5 nm)。这可能是由于抛光过程中化学作用过强造成的。从这个结果中还可以看出,因为 InSb 晶片的表面特性以及白光干涉仪、AFM 测量表面粗糙度的原理不同,所以这两种测试得到的 InSb 晶片表面粗糙度值的差异较大。一般来说,AFM 测得的数值更大一些。

2.2 氧化剂比例和 pH 值实验结果及分析

精抛液中不同氧化剂比例以及不同 pH 值条件下抛光出的实验晶片的表面粗糙度曲线如图 4 所示。可以看到,随着氧化剂比例由 1% 降至 0.75%,抛光片的表面粗糙度得到了较大程度的改善。这说明随着氧化剂比例的降低,精抛过程中的化学作用降低,与现有的物理作用更加匹配。当氧化剂比例为 1% 时,可以明显看到,随着 pH 值更趋于酸性或碱性,抛光片的表面粗糙度下降。这也说明氧化剂比例较高,使晶片表面生成的氧化物没有足够的酸或者碱来反应去除。当氧化剂比例为 0.5% 时,抛光片的表面粗糙度比 0.75% 时略高,且抛光后表面呈轻微的沟壑状,如图 5 所示。这说明当氧化剂比例较低时,精抛过程中化学作用弱于物理作用,抛光片的表面损伤未能有效去除,形成沟壑状表面。

InSb 精抛的反应过程如下: InSb 晶片经过粗抛光以后,表面存在较深的损伤层;这些损伤层的化学活性高,极易与精抛液中的氧化剂反应,形成不稳定的 In_2O_3 、 Sb_2O_3 和

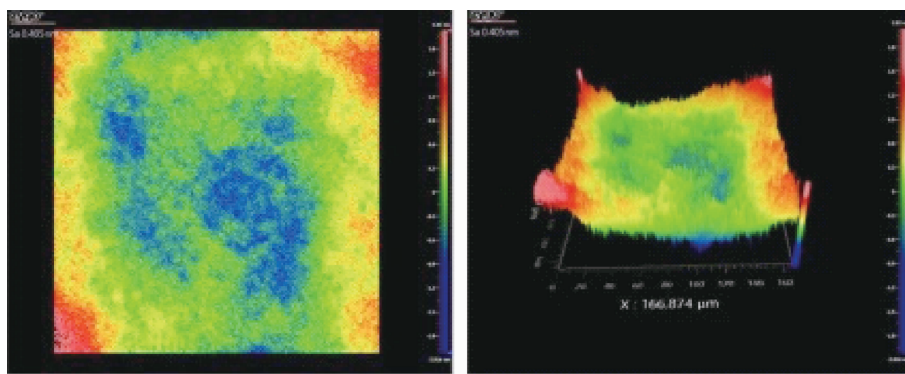


图 2 精抛后晶片的表面粗糙度(白光干涉仪)

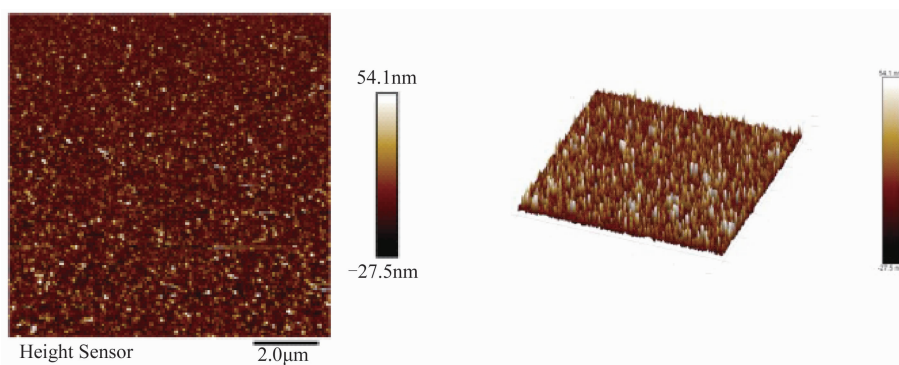


图 3 精抛后晶片的表面粗糙度(AFM)

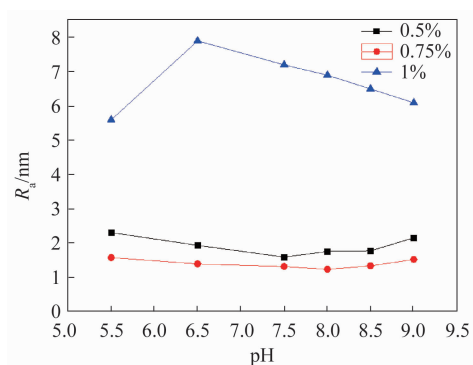


图 4 氧化剂比例、pH 值与表面粗糙度的关系

Sb_2O_3 ；它们会继续与氧原子反应生成 Sb_2O_5 ，新生成的 Sb_2O_5 则会与 In_2O_3 相互作用，生成 InSbO_4 ^[2]；然后这些氧化物又与抛光液中的 H^+ 或者 OH^- 离子反应，形成可溶性且较软的铜盐、铋盐以及铟铋盐。

以上结果说明，在进行 InSb 晶片精抛光时，如果抛光盘转速、抛光垫、抛光压力等参数一定，那么抛光液中的氧化剂比例与 pH 值之间需要达到一个平衡值才能确保晶片的表面粗糙度。一般来说，InSb 与 HF、HCl 等氧化

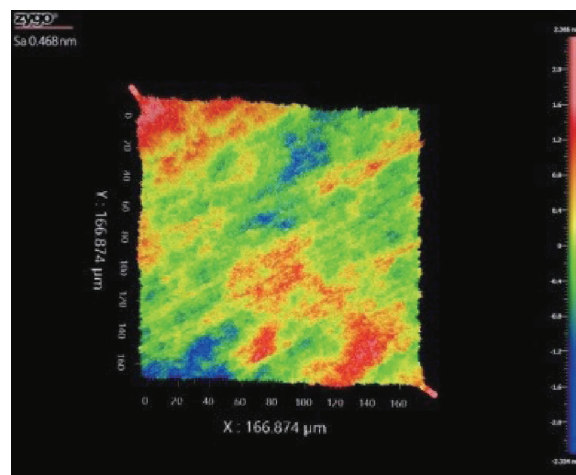


图 5 沟壑状表面

性较弱的无机酸以及 NaOH、KOH 等无机碱反应较弱，必须加入氧化剂才能使 InSb 晶片表面快速反应。精抛液中的氧化剂比例较低时，会形成氧化剂推动的反应速率机制；随着氧化剂比例提高，化学反应增强。但是当氧化剂比例略高时，酸或碱的含量低，又会导致晶片生成“梅花桩”状表面，如图 3 所示。如果氧化剂比例继续升高，则会导致晶片表面形成

“亮点”、“橘皮”等抛光宏观表面缺陷,如图6所示。如果氧化剂比例略低,则会造成化学反应减弱,与机械作用无法达到平衡状态,导致由抛光垫摩擦带来的损伤无法及时去除,形成图5所示的“沟壑”状表面。氧化剂比例过低,还会直接导致晶片表面形成“划痕”、“裂纹”等抛光宏观表面缺陷。以上两种情况均会劣化 InSb 抛光片的表面粗糙度,所以氧化剂比例与 pH 值必须匹配,且在一定的值之下,才能在保证晶片抛光宏观质量的同时降低表面粗糙度。

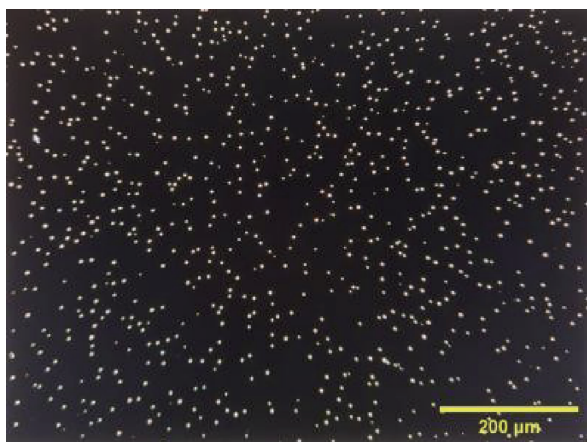


图6 暗场显微镜检测图

2.3 抛光液流速实验结果及分析

根据前面所述,抛光液的流速会影响抛光晶片表面生成物的去除效率,同时也会影响抛光晶片表面的反应速度,所以在优选的氧化剂比例及 pH 参数下进行了不同抛光液流速的实验(结果见图7)。从图7中可以看出,抛光液流速过低或者过高都会使抛光晶片表面粗糙度劣化。当抛光液流速过低时,抛光液无法将抛光晶片表面反应生成物及时带走,阻止了下一步的反应,使得机械作用强于化学作用,从而抛光晶片表面呈现沟壑状粗糙。当抛光液流速过高时,抛光液与抛光晶片表面间的化学反应过快,使得化学作用强于机械作用,导致抛光晶片表面高点多,粗糙度变大。所以当抛光液流速在合适的范围内时,精抛的机械作用和化

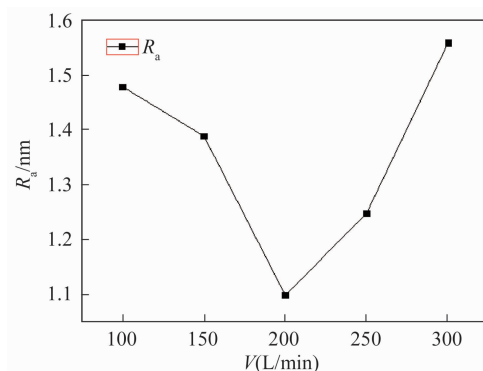


图7 抛光液流速与表面粗糙度的关系

学作用达到平衡,抛光晶片的表面粗糙度最优。

2.4 优化后的抛光参数

经过以上实验,合适的 InSb 精抛工序参数如表3所示。使用该参数抛光完成的 $2\text{ in } \langle 111 \rangle$ 晶向 InSb 晶片的表面粗糙度达到 1.05 nm,表面平滑,如图8和图9所示。同时暗场显微镜测量的抛光表面宏观质量如图10所示。可以看到,晶片表面无划痕、橘皮等表面缺陷,仅有极少的亮点缺陷。

3 结束语

本文通过对 InSb 精抛工序中的氧化剂比例、pH 值以及抛光液流速进行研究,在保证晶片抛光宏观质量的同时将晶片表面粗糙度由优化前不小于 5 nm 降低至 1.05 nm。精抛液中氧化剂比例与 pH 值之间需要达到一个平衡值,才能确保晶片的表面粗糙度。随着氧化剂比例的变化,呈现划痕、沟壑、“梅花桩”等不同的晶片表面状态。此外,一定的抛光液流速也是保证物理化学作用平衡,进一步降低表面粗糙度的重要因素。该研究为后续提升晶片质量,进而提升 InSb 红外探测器的质量奠定了基础。由于影响晶片表面粗糙度的各因素之间的关系较为复杂,下一步将继续研究抛光液性质、抛光液流速以及抛光液粒径等几个参数之间的不同配方对 InSb 晶片表面粗糙度的影响。

表 3 较优的 InSb 精抛工序参数表

参数	氧化剂比例	pH 值	抛光液流速	抛光液的温度	抛光盘转速	抛光压力
数值	0.75%	8.0	200 L/min	22±1℃	40 rpm	40 kg

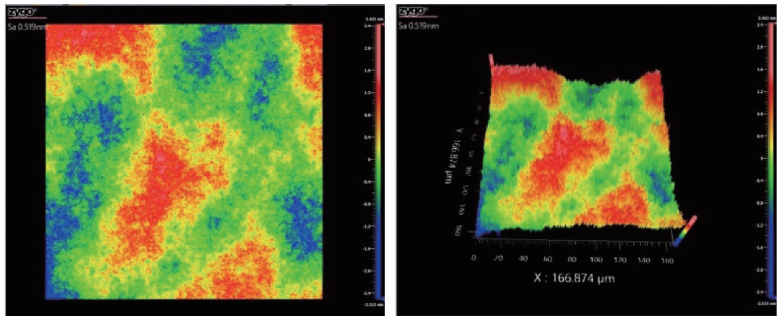


图 8 优化后晶片的表面粗糙度图(表面轮廓仪)

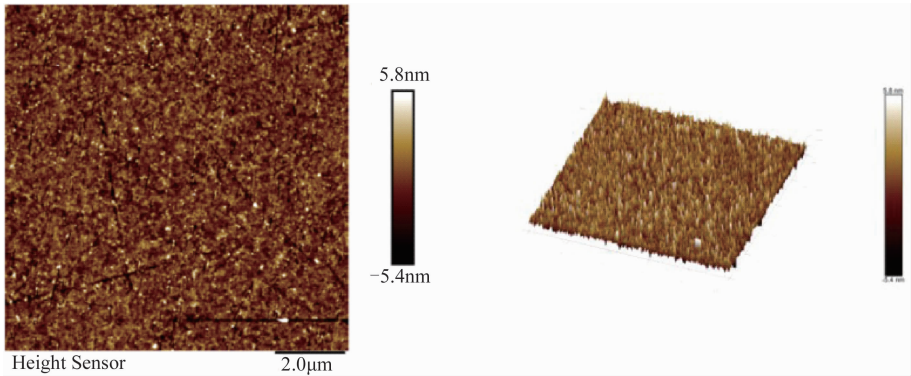


图 9 优化后晶片的表面粗糙度图(AFM)

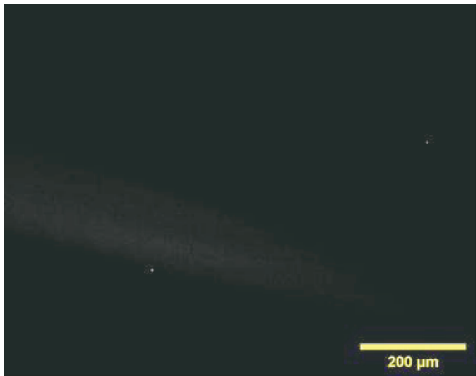


图 10 优化后的晶片抛光宏观质量(暗场显微镜)

参考文献

[1] 李德香, 龚晓霞, 张丽霞, 等. 不同抛光方式下 InSb 晶片表面质量的对比研究 [J]. 红外技术, 2022, 44(1): 85.

[2] 郭胜, 信思树, 龚晓霞, 等. InSb 芯片表面抛光及腐蚀研究 [J]. 红外技术, 2018, 40(2): 6.

[3] 肖钰, 李家发, 王淑艳, 等. 铋化钢焦平面器件

背面减薄后的表面处理方法研究 [J]. 红外, 2020, 41(6): 5.

[4] 赵超, 徐鹏艳, 孔忠弟, 等. 4 in InSb 晶片加工技术研究 [J]. 红外, 2019, 40(4): 7.

[5] 康海燕, 刘玉岭, 武彩霞, 等. CMP 中酸碱度对 InSb 晶片粗糙度的影响 [J]. 半导体技术, 2009, 34(8): 3.

[6] 刘承霖, 刘玉岭, 张伟, 等. InSb 半导体材料的抛光液研究 [J]. 半导体技术, 2006, 31(12): 3.

[7] 刘承霖, 刘玉岭, 贾英茜, 等. InSb 抛光片表面粗糙度分析 [J]. 微纳电子技术, 2006, 42(12): 592-594.

[8] 张伟, 刘玉岭, 孙薇, 等. 磨料和 H₂O₂ 对 InSb CMP 效果影响的研究 [J]. 半导体技术, 2008, 33(11): 4.

[9] 常庆麒, 刘子阳, 衣忠波. 抛光参数对超薄晶圆表面抛光效果影响的研究 [J]. 电子工业专用设备, 2020, 49(1): 5.