

文章编号: 1672-8785(2023)01-0011-06

InSb 晶片的显微拉曼研究

柏 伟 金 研 李 乾 董 涛 折伟林

(华北光电技术研究所, 北京 100015)

摘 要: 对热处理前后的 InSb 晶片进行了显微拉曼面扫描测试, 开发了一种新的 InSb 晶片应力面分布表征方式。热处理前后 InSb 晶片的横向光学(Transverse Optical, TO)声子散射峰分别位于 179.3 cm^{-1} 和 178.5 cm^{-1} ; 纵向光学(Longitudinal Optical, LO)声子散射峰分别位于 188.8 cm^{-1} 和 188.7 cm^{-1} ; 特征峰的半峰宽分别为 5.8 cm^{-1} 和 5.0 cm^{-1} 。X 射线双晶衍射曲线半峰宽值分别为 $12.10\sim 20.04\text{ arcsec}$ 和 $7.61\sim 7.74\text{ arcsec}$ 。用经热处理后的晶片制得的器件在 80°C 烘烤 20 天后, 盲元增加量较小, 整体数量较少。这表明热处理释放了晶片的残余应力, 对后期抑制器件新增盲元存在有利影响, 为新一代超高性能、超大面阵红外探测器的制备奠定了材料基础。

关键词: 锑化铟; 显微拉曼; 热处理; 应力; 晶体质量

中图分类号: TN213 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3969/j.issn.1672-8785.2023.01.002

Micro-Raman Study of InSb Wafers

BAI Wei, JIN Yan, LI Qian, DONG Tao, SHE Wei-lin

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

Abstract: The micro Raman scanning test was carried out on InSb wafer before and after heat treatment. A new characterization method of stress surface distribution of InSb wafer was developed. The transverse optical (TO) phonon scattering peaks of InSb before and after heat treatment are 179.3 cm^{-1} and 178.5 cm^{-1} , respectively. The longitudinal optical (LO) phonon scattering peaks of are 188.8 cm^{-1} and 188.7 cm^{-1} , respectively. The half-peak widths of characteristic peaks are 5.8 cm^{-1} and 5.0 cm^{-1} , respectively. The half-peak widths of X-ray dual-crystal diffraction curves are $12.10\sim 20.04\text{ arcsec}$ and $7.61\sim 7.74\text{ arcsec}$, respectively. For devices made of heat-treated InSb wafers, the increment of blind element is less after baking at 80°C for 20 days, and the overall quantity is small. This indicates that the heat treatment releases the residual stress of the wafer, which has a favorable effect on the new blind pixel in the late suppression device, and lays a material foundation for the preparation of a new generation of infrared detector with ultra-high performance and ultra-large size.

Key words: InSb; micro-Raman; heat treatment; stress; crystal quality

收稿日期: 2022-09-19

作者简介: 柏伟(1990-), 男, 山东济南人, 硕士, 主要研究方向为红外晶体材料与器件制备。

E-mail: nwpubaiwei@163.com

0 引言

碲化铟(InSb)晶体是一种物理化学性质稳定的 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],所以被广泛应用于霍尔器件、磁阻元件和红外探测等领域^[2]。特别值得关注的是,InSb 在 3~5 μm 中波红外波段为本征吸收,基于 InSb 的红外探测器拥有极高的量子效率和响应率^[3],因此 InSb 晶体成为了制备中波红外探测器的首选材料^[4]。InSb 红外探测器历经多年发展,技术迭代升级,阵列规模不断变大,像素尺寸不断减小,目前更是向集成化、智能化方向发展^[5-6],有力促进了红外探测技术在辅助驾驶、消防安全、跟踪搜索、监视侦察、光电对抗和天文观测等领域的应用^[7-10]。随着未来新一代超大规格、超高性能红外探测器的应用发展,人们对高质量 InSb 晶片的需求愈发迫切^[11]。

InSb 晶片的制备包括多晶区熔提纯、晶体生长、晶体切割、晶片研磨、晶片抛光和清洗等。由于处在高温生长环境中,生长态晶体内部会不可避免地产生热应力^[12],晶片的加工也会引入机械加工应力。因此,本文开展 InSb 晶片热处理及显微拉曼研究,用以表征应力分布,指导晶片质量提升,为新一代超高性能超大面阵红外探测器的制备奠定材料基础。

1 实验和测试

1.1 InSb 晶体生长

高纯原材料通过区域熔炼提纯制备出 InSb 多晶。检测合格的 InSb 多晶经表面处理后进行 InSb 晶体生长。InSb 晶体生长采用直拉法。

1.2 InSb 晶片加工

InSb 晶体生长完成后进行定向切割、晶片割圆倒角、晶片双面研磨、抛光及清洗等,制得待热处理的 InSb 晶片。

1.3 InSb 晶片热处理

首先对待热处理的 InSb 晶片进行元素含量测试。依据测试结果、热处理石英管体积以及待补偿元素饱和蒸汽压等,对其进行相应温度下的元素补偿,最后按照热处理温度曲线进行 InSb 晶片高温热处理。

2 结果与讨论

对热处理前后的 InSb 晶片分别进行显微拉曼和高分辨 X 射线衍射无损测试。对热处理后的晶片最终进行了器件制备,用以验证高温热处理效果。

2.1 显微拉曼光谱测试

利用英国雷尼绍公司生产的 inVia 显微拉曼光谱仪对 InSb 晶片进行显微拉曼光谱测试(激发波长为 532 nm)。高温热处理前后 InSb 晶片的显微拉曼光谱图如图 1 所示。

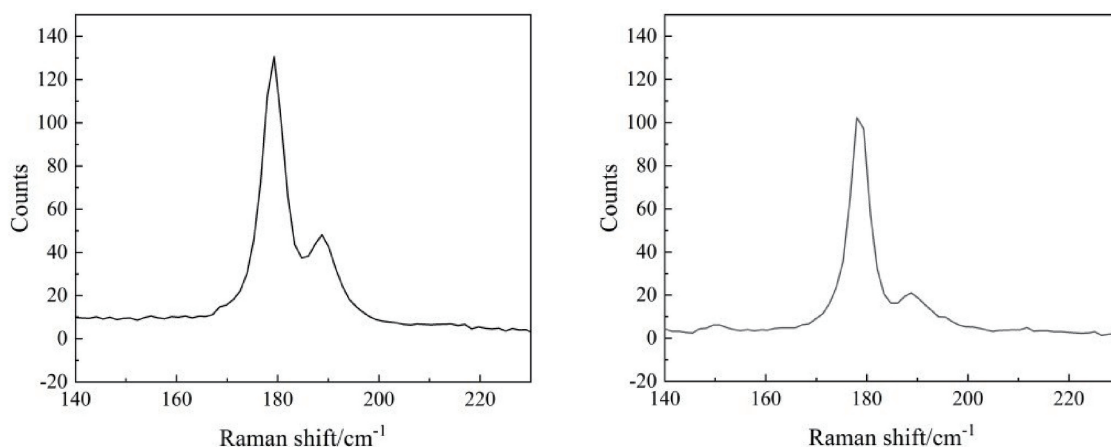


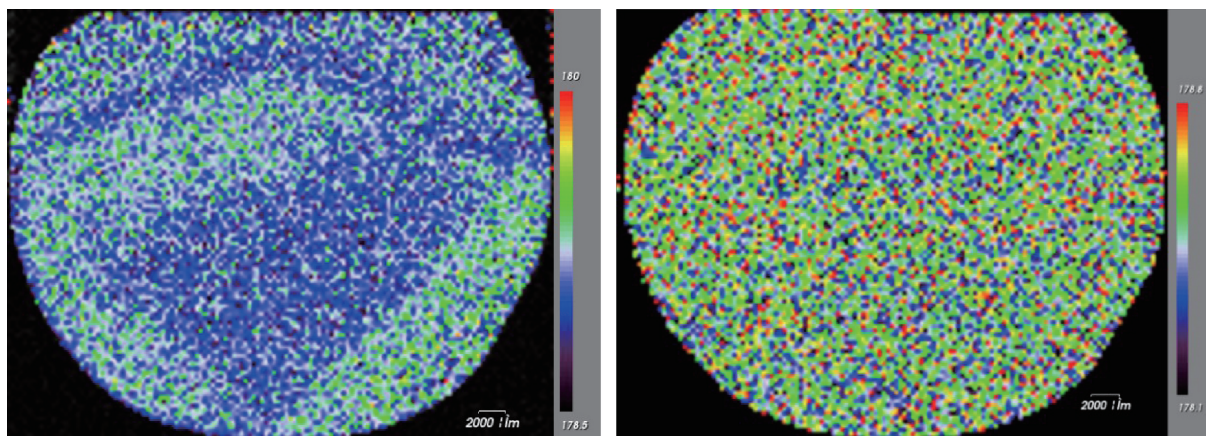
图 1 高温热处理前后 InSb 晶片的拉曼光谱图

InSb 属于极化晶体, 其闪锌矿型晶体结构无反演对称性, 形成了图 1 所示的双简并横向光学声子 TO 模和纵向光学声子 LO 模的显微拉曼光谱图^[13-14]。TO 声子散射峰作为特征峰, 其强度远强于 LO 声子散射峰。InSb 晶片高温热处理前, 横向光学 TO 声子散射峰和纵向光学 LO 声子散射峰分别位于 179.3 cm^{-1} 和 188.8 cm^{-1} ; 高温热处理后, 横向光学 TO 声子散射峰和纵向光学 LO 声子散射峰分别位于 178.5 cm^{-1} 和 188.7 cm^{-1} 。可以看出, 相较于高温热处理前, 高温热处理后 InSb 晶片的 TO 声子散射峰和 LO 声子散射峰均发生了“红移”, 且 TO 声子散射峰作为特征峰, “红移”更加明显。究其原因, 可能是晶格变化导致对

应峰的化学键发生变化。TO 声子散射峰作为特征峰, 其半峰宽的大小可用来表征 InSb 材料的晶体质量。高温热处理前后 InSb 晶片的特征散射峰的半峰宽分别为 5.8 cm^{-1} 和 5.0 cm^{-1} 。可以看出, 高温热处理后其半峰宽降低, 表明晶片的晶格质量较佳。

2.2 显微拉曼面扫描测试

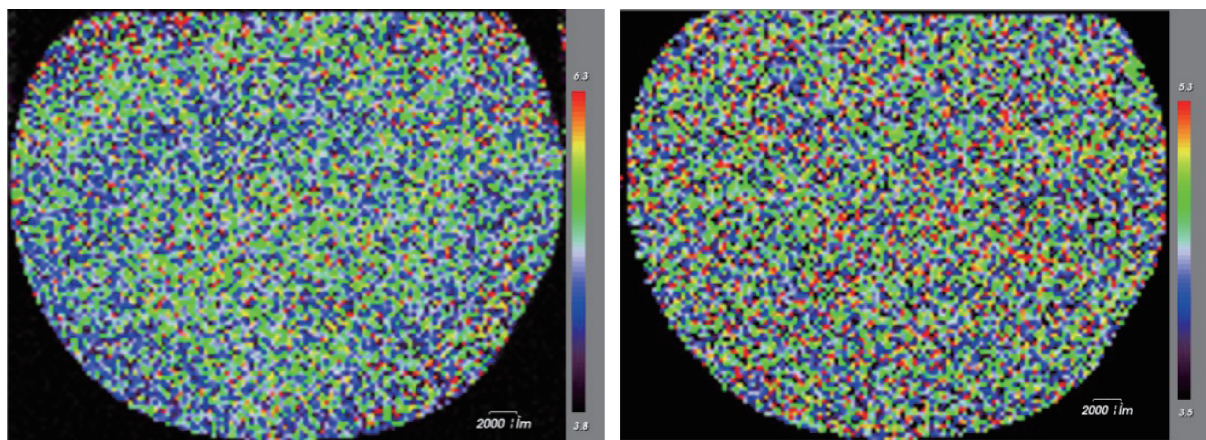
利用 inVia 显微拉曼光谱仪对 InSb 晶片进行显微拉曼面扫描测试。激发波长为 532 nm , 微区尺寸为 $200\text{ }\mu\text{m}\times 200\text{ }\mu\text{m}$, 微区曝光时间为 0.3 s 。高温热处理前后 InSb 晶片的显微拉曼面扫描 TO 声子散射峰峰位及半峰宽面分布如图 2 和图 3 所示。



(a)高温热处理前

(b)高温热处理后

图 2 高温热处理前后 InSb 晶片的显微拉曼面扫描 TO 声子散射峰峰位面分布图



(a)高温热处理前

(b)高温热处理后

图 3 高温热处理前后 InSb 晶片的显微拉曼面扫描 TO 声子散射峰半峰宽面分布图

由图 2 可以看出, 热处理前 InSb 晶片的显微拉曼面扫描 TO 声子散射峰峰位面分布存在明显不均匀区, 散射峰峰位分布在 $178.9 \sim 179.5 \text{ cm}^{-1}$ 范围内; 热处理后 InSb 晶片的显微拉曼面扫描 TO 声子散射峰峰位面分布整体均匀而无明显差异, 散射峰峰位分布在 $178.2 \sim 178.8 \text{ cm}^{-1}$ 范围内。热处理前 InSb 晶片的显微拉曼面扫描 TO 声子散射峰半峰宽面分布也存在明显不均匀区, 半峰宽分布在 $3.8 \sim 6.3 \text{ cm}^{-1}$ 范围内; 热处理后 InSb 晶片的显微拉曼面扫描 TO 声子散射峰半峰宽面分布整体均匀而无明显差异, 半峰宽分布在 $3.5 \sim 5.3 \text{ cm}^{-1}$ 范围内。相较于热处理前, 热处理后 InSb 晶片的显微拉曼面扫描 TO 声子散射峰峰位及半峰宽面分布整体均匀, 半峰宽减小, 表明晶片的晶格质量较佳, 均一性更好。

2.3 晶格质量测试

利用荷兰 PANalytical X 射线衍射仪对 InSb 晶片进行高分辨 X 射线双晶衍射测试。测试区域为晶片中心一点和边缘四点, 每片晶片共测试 5 个点。高温热处理前后 InSb 晶片的高分辨 X 射线衍射曲线如图 4 所示, 半峰宽值统计结果如表 1 所示。可以看出, 热处理前后 InSb 晶片的高分辨 X 射线双晶衍射曲线的半峰宽值分别约为 $12.10 \sim 20.04 \text{ arcsec}$ 和

$7.61 \sim 7.74 \text{ arcsec}$, 经热处理后 InSb 晶片的高分辨 X 射线双晶衍射曲线半峰宽明显减小。X 射线双晶衍射作为研究晶体结构的重要方法, 因对晶格损伤和晶格畸变等有很高的响应度和灵敏度, 其半峰宽成为评价晶体质量的有效手段和重要参数。相较于热处理前, 热处理后 InSb 晶片的高分辨 X 射线双晶衍射曲线峰型尖锐、半峰宽减小, 表明热处理优化了生长态晶体的热应力和晶片机械加工应力, 释放了残余应力, 提升了晶格质量。

2.4 器件盲元测试

选用同一根晶体, 同时对相邻处未经热处理的晶片和经热处理后的晶片进行器件制备, 然后开展 80°C 下 20 天低温烘烤实验, 以验证器件的稳定性能。低温烘烤前后器件的盲元分布测试图如图 5 所示, 盲元数量及变化统计结果如表 2 所示。

可以看出, 用未经热处理的 InSb 晶片和经热处理后的 InSb 晶片制备的器件在低温烘烤前的原始状态下, 盲元数量相当; 在 80°C 下 20 天低温烘烤后出现明显差异, 用经热处理后的 InSb 晶片制得器件的盲元增加量较小, 整体数量较少, 说明热处理释放了晶片内部残余应力, 对后期抑制器件新增盲元存在有利影响。

表 1 高温热处理前后 InSb 晶片的晶格质量测试

	热处理前			热处理后		
	1 #	2 #	3 #	1 #	2 #	3 #
点 1/arcsec	13.06	20.73	26.44	7.84	7.96	7.52
点 2/arcsec	11.85	18.16	22.88	7.69	7.65	7.27
点 3/arcsec	12.33	17.64	20.16	7.69	7.62	7.24
点 4/arcsec	13.14	12.54	15.67	7.65	7.20	8.70
点 5/arcsec	10.13	14.91	15.07	7.64	7.62	7.97
平均/arcsec	12.10	16.79	20.04	7.70	7.61	7.74

表 2 80°C 低温烘烤 20 天前后器件的盲元数量变化对比

	烘烤前			烘烤后		
	1 #	2 #	3 #	1 #	2 #	3 #
热处理后的晶片	7	21	16	12	33	29
未经热处理的晶片	5	10	19	177	472	260

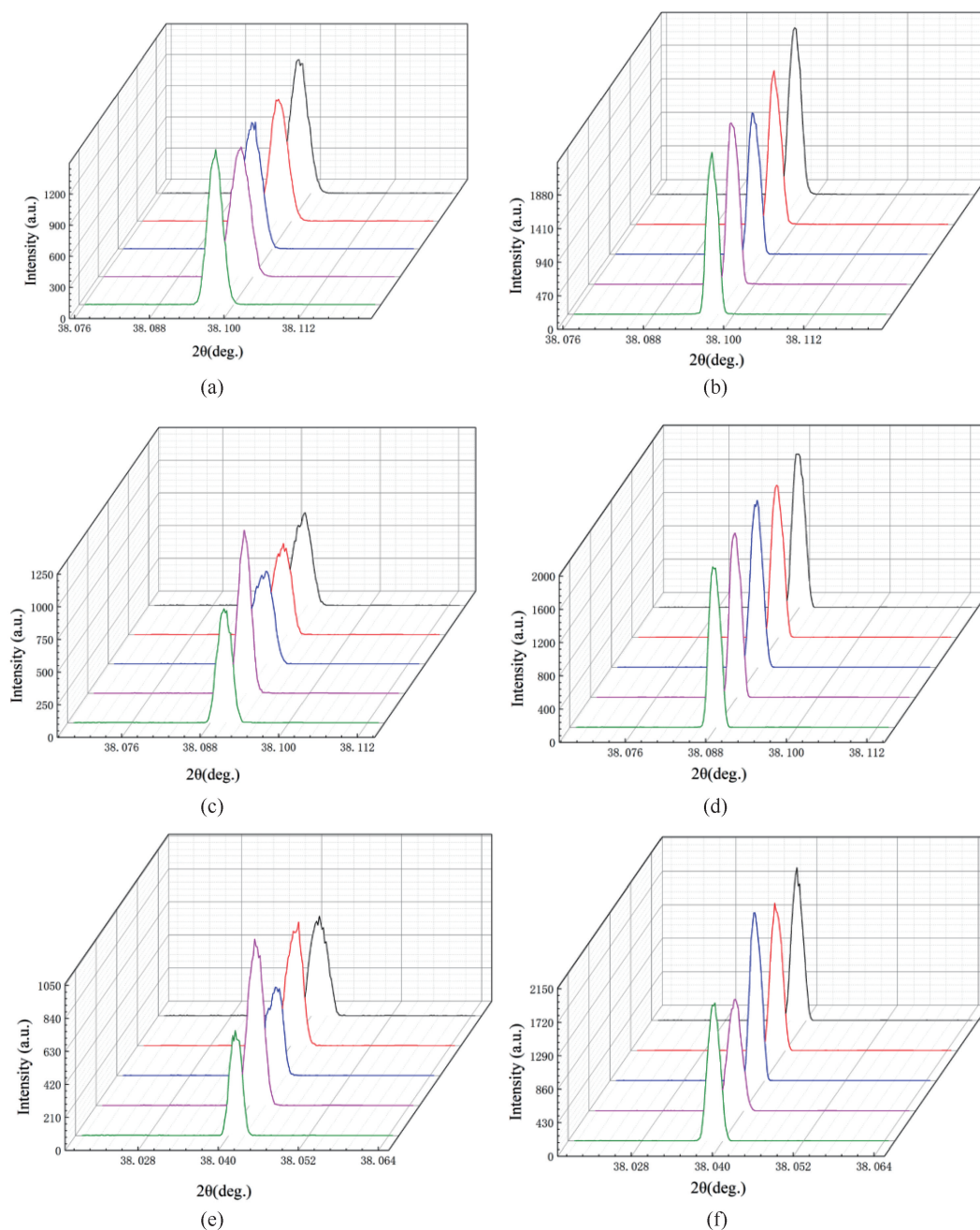


图 4 高温热处理前后 InSb 晶片的高分辨 X 射线双晶衍射曲线图

3 结束语

通过对热处理前后的 InSb 晶片进行拉曼光谱面扫描测试, 开发了一种新的 InSb 晶片应力面分布表征方式。热处理前后 InSb 晶片的横向光学 TO 声子散射峰分别位于 179.3 cm^{-1} 和 178.5 cm^{-1} ; LO 声子散射峰分别位于 188.8 cm^{-1} 和 188.7 cm^{-1} ; 特征峰的半峰宽分别是 5.8 cm^{-1} 和 5.0 cm^{-1} 。热处理后 InSb 晶片的显微拉曼面扫描 TO 声子散射峰峰位及半峰宽面

分布整体均匀, 半峰宽降低, 晶片的晶格质量较佳, 均一性更好。热处理后 InSb 晶片的高分辨 X 射线双晶衍射曲线半峰宽明显减小。用经热处理后的 InSb 晶片制得的器件在低温烘烤后盲元增加量较小, 整体数量较少。热处理优化了生长态晶体的热应力和晶片机械加工应力, 提升了晶格质量。后续我们将从多维度持续优化晶片质量, 为新一代超高性能、超大面阵红外探测器的制备奠定更好的材料基础。

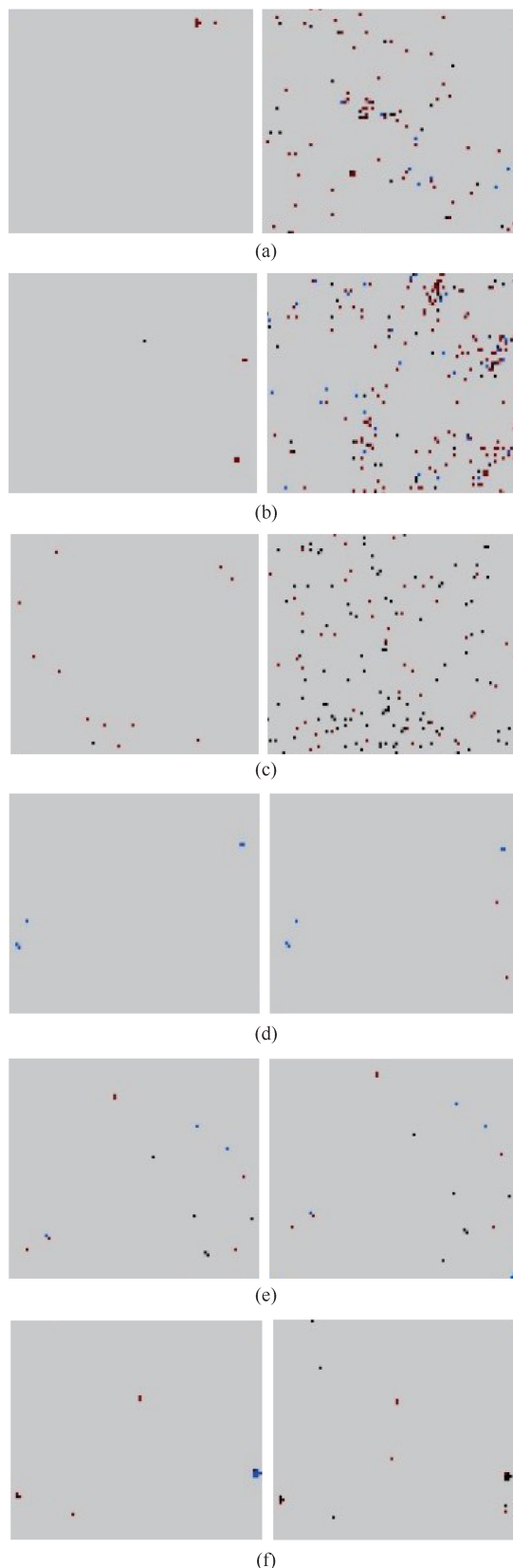


图 5 低温烘烤 20 天前后器件的盲元分布图。
(a)~(c): 未经热处理的晶片; (d)~(f): 热处理后的晶片

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. 高灵敏度室温碲化铋红外探测器研制 [J]. *现代电子技术*, 2007, **30**(2): 182-183.
- [5] 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.
- [6] 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.
- [7] 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.
- [8] Lucy Z, Meimei T, Leslie A. Developing High-performance III-V Superlattice IRFPAs for Defense-Challenges and Solutions [C]. *SPIE*, 2010, **7660**: 76601E.
- [9] 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.
- [10] 何力. *先进焦平面技术导论* [M]. 北京: 国防工业出版社, 2011.
- [11] 柏伟, 张立超. 基于高温热处理的 InSb 晶片性能研究 [J]. *红外*, 2021, **42**(4): 9-14.
- [12] 柏伟. 碲化铋红外焦平面探测器发展现状 [J]. *红外*, 2019, **40**(8): 1-14.
- [13] 马林, 杨瑞霞. 不同 Te 掺杂量对 InSb 晶体性能的影响 [J]. *电子元件与材料*, 2021, **40**(6): 547-552.
- [14] 何焰蓝, 孙全. InSb 纳米颗粒膜的拉曼光谱研究 [J]. *激光与红外*, 2005, **35**(9): 668-669.