

文章编号: 1672-8785(2023)10-0010-05

高质量 5 in InSb 单晶生长

董 涛 赵 超 彭志强 折伟林 贺利军 李振兴

(华北光电技术研究所, 北京 100015)

摘 要: 碲化铟(InSb)焦平面探测器是中波红外探测领域应用广泛的一种探测器。作为制备探测器的基础, InSb 晶体材料的质量和性能显得尤为重要。近年来 InSb 晶体材料在向高质量大尺寸方向发展。通过多举措坩埚设计和温场条件设计, 采用直拉法生长了直径大于 135 mm 的 InSb 单晶。测试结果表明, 5 in 晶片的位错腐蚀坑密度小于 50 cm^{-2} , 双晶衍射峰的半峰宽为 8.32 arcsec, 晶体具有相当好的完整性。通过优化生长工艺参数, 晶体生长过程中具有较为平坦的固液界面, 表现出良好的径向电学均匀性。这为制备低成本和超大规模 InSb 红外探测器阵列奠定了基础。

关键词: 碲化铟; 单晶; 位错密度; 电学均匀性

中图分类号: TN304.2 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3969/j.issn.1672-8785.2023.10.002

Growth of High-Quality 5-inch InSb Single Crystal

DONG Tao, ZHAO Chao, PENG Zhi-qiang, SHE Wei-lin, HE Li-jun, LI Zhen-xing

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

Abstract: The Indium antimonide (InSb) focal plane detector is a kind of detector widely used in the field of medium-wave infrared detection. As the basis for preparing detectors, the quality and performance of InSb crystal materials are particularly important. In recent years, InSb crystal materials have been also developing towards high quality and large size. Through crucible design and temperature field design, InSb single crystals with a diameter greater than 135 mm were grown by the Czochralski method. The test results show that the dislocation density of the 5-inch wafer is less than 50 cm^{-2} , and the full width at half maxima of the double-crystal diffraction peak is 8.32 arcsec, indicating that the crystal has good integrity. By optimizing the process parameters, the crystal has a relatively flat solid-liquid interface during the growth process, showing good radial electrical uniformity. This lays a foundation for the preparation of InSb infrared detectors with low-cost and ultra-large scale arrays.

Key words: InSb; single crystal; dislocation density; electrical uniformity

收稿日期: 2023-03-16

作者简介: 董涛(1992-), 男, 河北唐山人, 工程师, 硕士, 主要从事红外材料研究。

E-mail: t_dong92@139.com

0 引言

作为一种Ⅲ-Ⅳ族化合物半导体材料, InSb 具有电子迁移率高、禁带宽度小、有效电子质量极小等优异特点, 拥有极高的量子效率, 并且物理化学性质较为稳定, 工艺兼容性优良, 因而被广泛应用于红外探测器和霍尔器件等领域^[1-2]。随着 InSb 焦平面阵列器件的规格向大规模方向发展, 像元数逐渐增多, 对大尺寸高质量材料的需求也不断增加。而采用大尺寸 InSb 晶片材料也能够极大地提高芯片制备效率, 降低红外探测器的生产成本。探测器的响应率、噪声、响应时间等重要品质因子与材料的载流子浓度、迁移率和位错密度等半导体参数有重要关系^[3-4]。

本文主要介绍了采用切克劳斯基 (Czochralski, CZ) 法生长 5 in InSb 单晶的最新研究成果, 重点分析了晶体直径控制、晶格质量、电学均匀性以及位错密度等晶体质量表征参数, 并阐述了相关影响因素及优化过程。

1 实验

采用高纯度铟、锑合成锑化铟, 经区熔精炼后制成高纯单晶生长原料。基于 CZ 法, 按照特定晶向进行晶体生长, 并通过掺碲将其控制为 N 型单晶材料。晶体生长过程中, 晶体旋转速率范围为 8~20 rpm, 晶体拉速范围为 6~15 mm/h; 设定好坩埚位置和安装保温罩, 通入氢气和氮气的混合流动气体(流量范围为 1~3 L/min), 最终获得大尺寸 InSb 单晶。晶体经过定向切割、倒角、研磨、抛光后, 被加工成厚度为 700~1000 μm 的 InSb 晶片。分别利用 X 射线衍射仪、霍尔测试仪和光学显微镜对晶体质量参数进行表征。

X 射线双晶衍射曲线的半峰宽(Full Width at Half Maximum, FWHM)是评价晶体质量的重要参数。X 射线照在遭到破坏的原子扰乱而产生衍射时, 在布拉格衍射角位置上会引起 X 射线衍射曲线的 FWHM 值变宽。采用 ATX-E 型 X 射线衍射仪对晶片表面进行测试, 记录

FWHM 值。

将晶片划切为尺寸为 1.2 mm $\times$ 1.2 mm 的小样品, 并沿直径方向均匀取样, 如图 1 所示。在 77 K 温度条件下, 采用范德堡法在霍尔测试仪上对晶片径向载流子浓度、载流子迁移率进行分析。

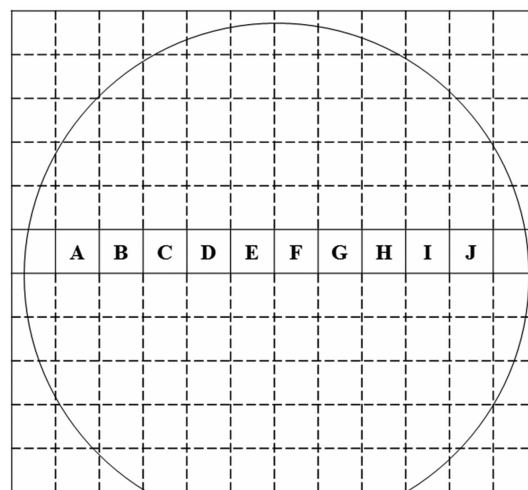


图 1 晶片电学均匀性测试取样示意图

采用腐蚀液(硝酸和氢氟酸 1:1)将晶片腐蚀 3~5 s。用去离子水清洗和氮气吹干后, 利用自动对焦扫描光学显微镜检测晶片, 并采用视场拼接的方式观测 5 in 晶片的位错分布和计算位错腐蚀坑密度。

2 结果与讨论

2.1 晶体生长控制及晶格质量

图 2 给出了采用 CZ 法生长的直径为 5 in 的 InSb 单晶。生长晶体重量为 18 kg, 晶体直径大于 125 mm 的晶体长度超过 50 mm。与小尺寸晶体生长不同的是, 随着晶体尺寸的增大, 装料量增加, 整个热场的热滞性大大增加, 直接影响到晶体的形状以及直径控制。本文通过热场设计, 合理控制轴向和径向温度梯度; 通过增加流动气体流量, 带走晶体表面的热量; 适当增大晶体的轴向温度梯度, 从而增加热传导, 带走固液界面的结晶潜热。优化外围保温材料, 增加坩埚保温罩, 以减弱加热器对晶体的热辐射, 同时减弱固液界面的热辐射, 避免固液界面处因温度起伏过大而诱发孪

晶或多晶；设计坩埚尺寸、坩埚位置等，降低熔体的径向温度梯度，抑制边缘过快生长。在生长控制过程中，控制引晶直径及缩颈长度，抑制缺陷的产生；严格以 $8^{\circ} \sim 15^{\circ}$ 角度进行放肩，保持稳定的降温速度，避免温度过大起伏造成的界面形状波动及热应力。在这样的设计和生长条件下，获得了高结晶质量且最大直径为 5 in 的 InSb 单晶。图 3 给出了 InSb 单晶抛光片的 X 射线双晶衍射曲线，其衍射半峰宽为 8.32 arcsec，表明晶体晶格的完整性非常好。



图 2 5 in InSb 单晶晶锭

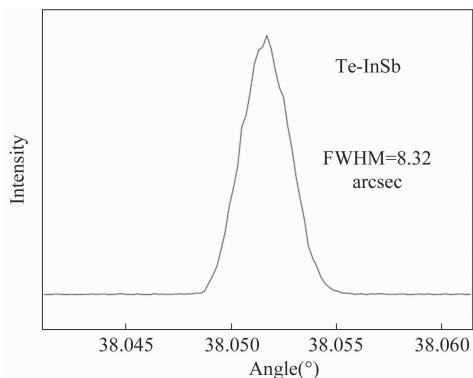


图 3 InSb 晶片的 X 射线双晶衍射曲线

2.3 晶体径向电学均匀性

根据“小平面效应”可知，沿 $\langle 111 \rangle$ 晶向生长的晶体，由于各项异性掺杂偏析会产生不均匀电学特性变化。当掺杂杂质的偏析系数在晶体的固液界面处发生变化时，生长晶体的整体电学特性分布不均匀。此情况在焦平面器件常用掺碲的 InSb 晶体中也尤其普遍。用这种晶圆片制造的 InSb 焦平面器件具有成品率低、器件性能差的特点^[7]。而在研究中发现，

固液界面形状与晶体电学性能和均匀性密切相关，控制平坦的固液界面有利于获得径向均匀性良好的固液界面^[8]。图 4 给出了实际生长中固液界面的控制结果。图 4(a)所示为明显凸界面生长，图 4(b)所示为较平坦的界面生长。

通过最小化熔体中的温度梯度来实现平界面生长，而熔体中的温度梯度决定了晶体的生长速率。热流平衡方程为^[8]

$$K_s \left(\frac{dt}{dx} \right)_s - K_l \left(\frac{dt}{dx} \right)_l = \frac{LV}{A} \quad (1)$$

式中， K_s 为固体的热导率； K_l 为液体的热导率； dt/dx 为温度梯度； V 为生长速度； L 为熔合潜热； A 为界面表面积。

当生长速度 V 最大时，熔体中的温度梯度 $(dt/dx)_l$ 最小，所以通过尽可能大的提拉速度实现平界面生长。但是过大的拉速会导致较大的生长界面应力，产生位错等晶体缺陷。因此必须以其他影响固液界面形状或温度梯度的方式同时控制，如坩埚尺寸设计、坩埚旋转设计、气体流量设计和晶体生长角度设计等。

晶片上不同位置的载流子浓度与界面形状有相关性。5 in InSb 晶片的霍尔效应测量结果（见图 4）表明，载流子浓度曲线和载流子迁移率曲线均显示出较为平坦界面，直径分布上的边缘和中心部分差别不大。因而本研究通过优化控制 InSb 晶体生长界面的参数，可以生长出径向具有高度均匀电学特性的大直径晶体。

2.4 位错密度

位错是晶体结构中不连续、产生应变场和悬挂键的点，会严重破坏位错附近区域的电荷传输，同时会降低探测器 PN 结中的迁移率和少子寿命，导致在位错区域产生更高的电阻、较差的信噪比及相应均匀性。对于 FPA 成像器件，可能表现为出现死像元或暗像元。因此，在大片材料中减少位错是非常必要的^[5-6]。InSb 位错一方面来源于籽晶遗传位错，另一方面来源于热梯度和生长界面的杂质。InSb 相对较差的热导率会导致晶体外部比内部冷却快得多，从而产生热应力。在大尺寸晶体

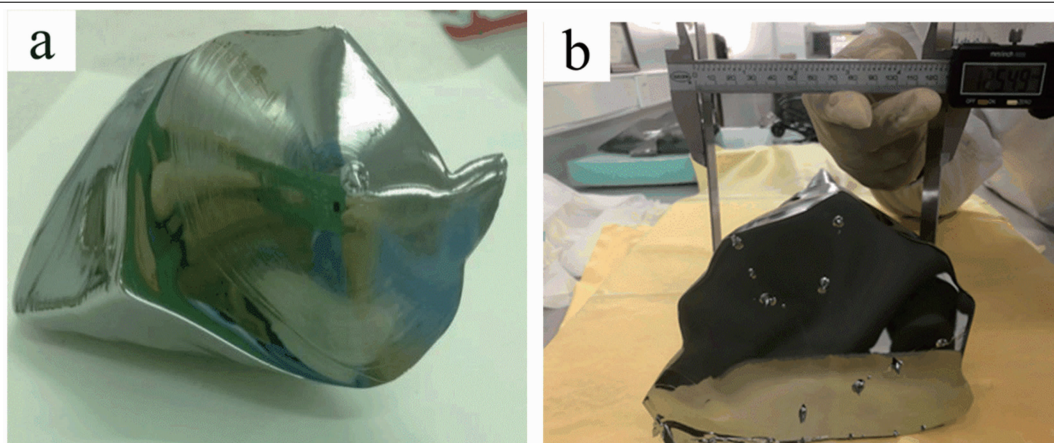


图 4 晶体提起后的固液界面形状: (a)优化前为凸界面生长; (b)优化后为平坦界面生长

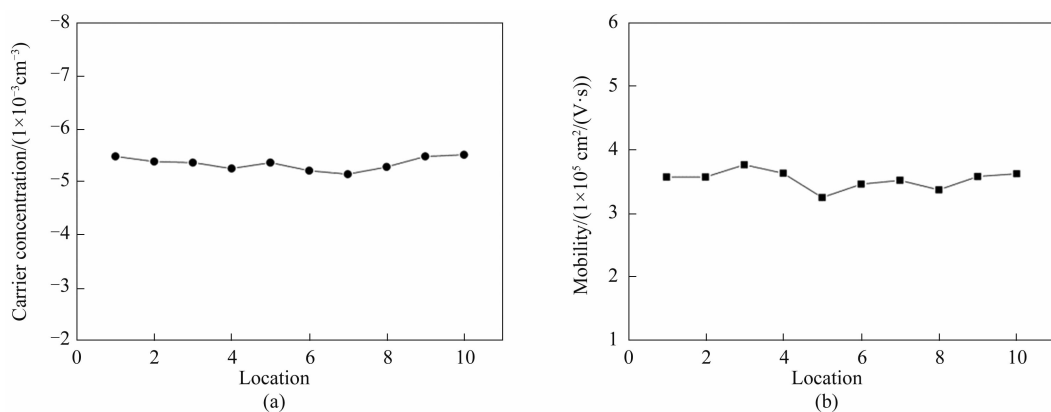


图 5 InSb 晶片的径向电学参数分布: (a)载流子浓度; (b)迁移率

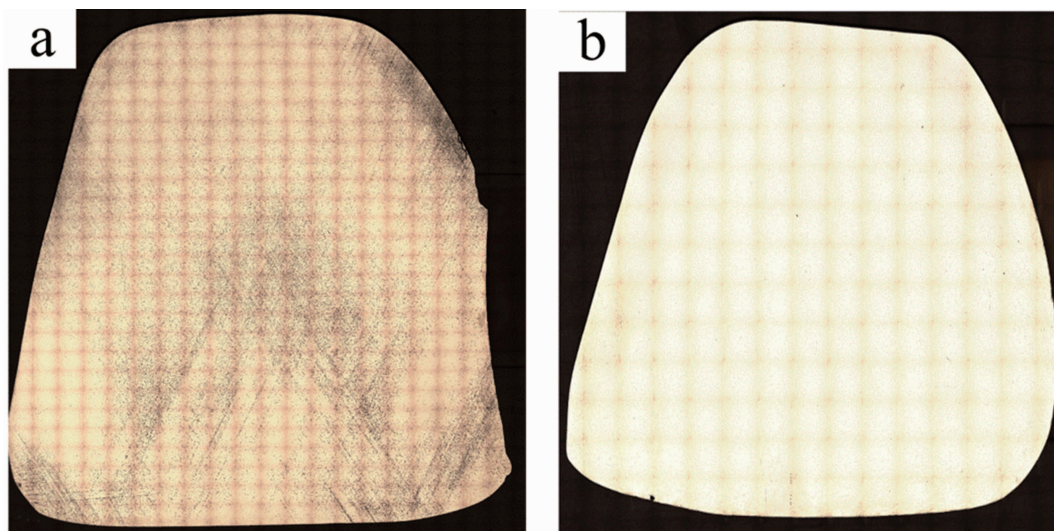


图 6 InSb 晶片位错腐蚀坑拼接照片: (a)优化前大于 1000 cm^{-2} ; (b)优化后小于 50 cm^{-2}

的生长中, 该现象更易出现。当热应力超过 InSb 的临界剪切应力时, 位错就会形成, 并同样沿晶体进行传播。如图 6(a)所示, 生长晶体经历了过度的热应力, 导致沿晶体滑移面成核

产生大量位错。针对位错来源, 本研究多次优选晶锭无位错部分制备籽晶, 降低位错遗传效应; 优化熔晶引晶工艺, 控制引晶尺寸, 减少初期位错的生成; 同时动态控制关键生长参数

(如转速和拉速), 消除滑移和孪晶的出现。通过以上措施, 将 5 in InSb 晶片的位错密度优化至 50 cm^{-2} 以下。

3 结束语

通过改进 InSb 晶体生长的温场和生长工艺, 进一步优化了直径控制、位错密度控制和电学参数均匀性控制, 生长出了低位错密度、高电学均匀性的 5 in InSb 单晶, 推动了国内 InSb 晶体向更大尺寸发展, 为低成本制造更大面阵、更高分辨率和更高成品率的红外焦平面器件奠定了良好的基础。但是在晶体尺寸和工程化制备方面与国外厂商仍存在差距, 需在晶体生长的一致性控制和批量制备能力方面做出努力。

参考文献

- [1] 赵超, 赵秀峰, 柏伟. InSb 衬底表面的氧化层研究 [J]. 红外, 2017, **38**(1): 12–17.
- [2] 柏伟, 赵超, 龚志红. InSb 晶片的机械加工损伤层研究 [J]. 红外, 2017, **38**(1): 6–11.
- [3] 陆春明, 李喆深, 董国盛, 等. 化学腐蚀和疏处理对 InSb(111) 表面的影响 [J]. 物理学报, 1992, **41**(4): 675–681.
- [4] Simchi H, Bahreani S, Saani M H. Cleaning InSb Wafers for Manufacturing InSb Detectors [J]. *The European Physical Journal Applied Physics*, 2006, **33**: 1–4.
- [5] Burton J A, Prim R C, Slichter W P. The Distribution of Solute in Crystals Grown from the Melt. Part I. Theoretical [J]. *Journal of Chemical Physics*, 1953, **21**(11): 1987–1991.
- [6] Levan P D, Sood A K, Wijewarnasuriya P, et al. Interface and Facet Control During Czochralski Growth of (111) InSb Crystals for Cost Reduction and Yield Improvement of IR Focal Plane Array Substrates [C]. *SPIE*, 2014, **9220**: 922003.
- [7] Wu X L, Zhang K F, Huang Y M, et al. Recombination Lifetime Characterization and Mapping of p-i-n In P/ $\text{In}_{0.53}\text{Ga}_{0.47}\text{As}$ /InP Mesa Structure Using the Microwave Photoconductivity Decay (μ -PCD) Technique [C]. *SPIE*, 2008, **6221**: 66211C.
- [8] Martinez B, Flint J P, Dallas G, et al. Standardizing Large Format 5" GaSb and InSb Substrate Production [C]. *SPIE*, 2017, **10177**: 101772L.