

文章编号: 1672-8785(2017)01-0006-06

InSb 晶片的机械加工损伤层研究

柏 伟¹ 赵 超¹ 龚志红²

(1. 华北光电技术研究所, 北京 100015;

2. 空军驻华北地区军事代表室, 北京 100086)

摘 要: 结合 X 射线衍射技术以及逐层化学腐蚀剥离损伤层的方法, 定量分析了 InSb 晶体由于切割、研磨、抛光等工艺所引入的损伤层的深度, 并探讨了损伤层结构及引入因素。研究表明, 切割加工是引入 InSb 晶片表面损伤层的主要工序, 其表面损伤层的深度达到 16 μm 左右; 双面研磨的 InSb 晶片表面的损伤层深度约为 12 μm ; 经机械化学抛光加工后的 InSb 晶片表面的损伤层深度明显减小, 约为 2 μm 。

关键词: InSb; 切割; 研磨; 抛光; 损伤层

中图分类号: TN213 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3969/j.issn.1672-8785.2017.01.002

Study of Mechanical Damage Layers of InSb Wafers

BAI Wei¹, ZHAO Chao¹, GONG Zhi-hong²

(1. North China Research Institute of Electro-optics, Beijing 100015, China;

2. Air Force Military Representative Office in Huabei Area, Beijing 100086, China)

Abstract: Combining with the X-ray diffraction technique and the layer-by-layer chemical etch method for peeling damage layers, the depth of the damage layer in InSb crystal introduced by cutting, lapping and polishing was analyzed quantitatively. The structures and causes of damage layers were discussed. The research result showed that cutting was the major process for introducing damage layer on the surface of InSb wafers. The depth of the damage layer introduced by cutting was up to 16 microns. The depth of the damage layer introduced by double-face lapping was about 12 microns. The depth of the damage layer introduced by mechanical-chemical polishing obviously decreased. It was about 2 microns.

Key words: InSb; cutting; lapping; polishing; damage layer

0 引言

作为一种 III-V 族化合物半导体材料, InSb 具有电子迁移率极高、禁带宽度窄、电子有效质量小等独特的半导体性质^[1], 因此在制造霍尔器件、磁阻元件和滤光片等方面有着广泛应用^[2]。特别值得关注的是, 在 3 ~ 5 μm 中波红外波段, 用 InSb 制备的红外器件由于是本征吸收,

拥有极高的量子效率和响应率^[3], 所以被广泛应用于红外探测器领域。迄今为止, 基于 InSb 材料的红外探测器已由单元和多元发展至一维线列和二维面阵焦平面阵列。随着探测器像元数的不断增加, 探测器的响应率、噪声、响应时间等重要品质因子不仅取决于材料的载流子浓度、迁移率和寿命等半导体参数, 而且还与晶片表面状态有着重要关系^[4]。晶片表面的损伤和

收稿日期: 2016-10-16

作者简介: 柏伟(1990-), 男, 山东济南人, 硕士, 主要从事红外材料制备及性能研究。

E-mail: yiyangluoxue@126.com

粗糙度等对器件性能具有很大影响。损伤层的存在不仅会使器件噪声增大, 而且还会使表面悬挂键密度变大, 造成表面吸附力增强。这样就会更容易吸附杂质离子, 导致电性能下降, 使得漏电流增大, 从而影响器件的整体性能。器件的集成度越高, 对晶片表面的要求就越严格。因此, 晶片表面的加工质量会直接影响器件的性能、成品率和寿命^[5]。由于 InSb 的硬度较低, 晶片表面因各种不同的加工工艺而更容易引入机械损伤, 所以为了获得具有高质量表面的晶体以满足科研和生产需求, 研究 InSb 晶片表面因切割、研磨、抛光等加工工艺而引入的损伤层对于判别由各种工艺造成的损伤程度具有实际的指导意义。此外, 通过研究不同加工工艺所引入的损伤层的深度, 可以为确定各个工艺阶段的最优去除量、提高材料利用率和加工效率、增加产量等提供理论依据和科学指导。

经机械加工后, 晶片的表面损伤可能由多层结构组成, 包括碎裂层、嵌镶块层和应力层等^[6]。针对晶片表面损伤层深度的测定方法一般有椭圆偏振仪法^[7]、光背散射法^[5,8]、化学腐蚀速率法^[9-10]、透射电子显微镜法^[11-12]和 X 射线衍射曲线技术^[6,13-16]等。本文则结合 X 射线衍射技术以及逐层化学腐蚀剥离损伤层的方法, 对 InSb 晶体在不同加工工艺过程(切割、研磨、抛光)中所引入的损伤层深度进行定量分析, 并对损伤层结构与引入因素进行探讨, 为优化各种加工工艺奠定理论基础。

1 实验

1.1 实验样品

实验所用的 InSb 晶体材料是通过用切克劳斯基法制备出单晶晶锭并将其经原位退火热处理后加工成的 <111> 取向的晶片。为了避免由不同晶锭引入差异性, 实验用晶片取自于同一根晶锭的相邻晶片。为对比切割、研磨和抛光三种工艺, 我们选用了 3 组晶片, 其中每组 2 个晶片。

晶锭切片是在瑞士梅耶博格公司生产的 TS23 型内圆切片机上进行的。其刀刃的金刚砂粒径 $\leq 40 \mu\text{m}$, 切片厚度约为 $800 \mu\text{m}$ 。切片经去离子水洗净后再经受去油、去污处理。研磨片是

在双面磨片机上对处理好的切片进行研磨而得到的。研磨剂为氧化铝磨砂, 研磨剂的粒径约为 $3 \sim 5 \mu\text{m}$ 。将研磨片每面去除约 $50 \mu\text{m}$, 以保证将由切割加工所引入的损伤层全部磨去。将研磨后的晶片作为抛光基片, 先后采用两种粗细不同的抛光液进行抛光。其中, 一种是 SiO_2 胶体水溶液(粒径为 $0.02 \sim 0.05 \mu\text{m}$)和 H_2O_2 添加剂的粗抛液; 另一种是 IPP 水溶液(过氧化二碳酸二异丙酯, 粒径为 $0.01 \sim 0.02 \mu\text{m}$)和 H_2O_2 添加剂的细抛液。在单面抛光机上先后进行粗、细两步机械化学抛光, 总共去除约 $50 \mu\text{m}$ 厚的表面层, 以保证将由研磨片加工所引入的损伤层全部去除。由于 3 组晶片需在实验过程中参与单面测试, 非测试面则采用光刻胶进行防腐蚀保护。

1.2 腐蚀剥层

为了逐层测量损伤层中薄层的厚度以及 X 射线衍射曲线, 我们采用了腐蚀剥层技术, 其中所用腐蚀液的配比为 $\text{H}_2\text{O}_2 : \text{HF} : \text{H}_2\text{O} = 1 : 1 : 8$ 。将 3 组实验样品放在温度为 25°C 的腐蚀液中进行腐蚀, 每次腐蚀时间为 10 s 。然后用去离子水将其冲洗干净, 接着用无水乙醇进行脱水并吹干, 最后对其进行 X 射线衍射测量。通过重复上述过程, 可以得到衍射曲线随各层损伤层离表面距离的相关变化数据。每次腐蚀前后的样品均用灵敏度为 0.1 mg 的天平进行称重。利用式 (1) 计算每次的剥离厚度:

$$\Delta h = \frac{(W_1 - W_2) \cdot D}{M} \quad (1)$$

式中, M 为未腐蚀晶片的重量; D 为未腐蚀晶片的厚度; W_1 为每次腐蚀前的晶片重量; W_2 为每次腐蚀后的晶片重量。

1.3 X 射线衍射实验

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。作为一种无接触、非破坏性的实验测试手段, 该方法对机械损伤层有很高的灵敏度。表面损伤层的存在会严重破坏晶片表面附近原子的有序排列, 即晶格常数 α_0 会发生很大变化。当 X 射线照在遭到破坏的原子扰乱层上而产生

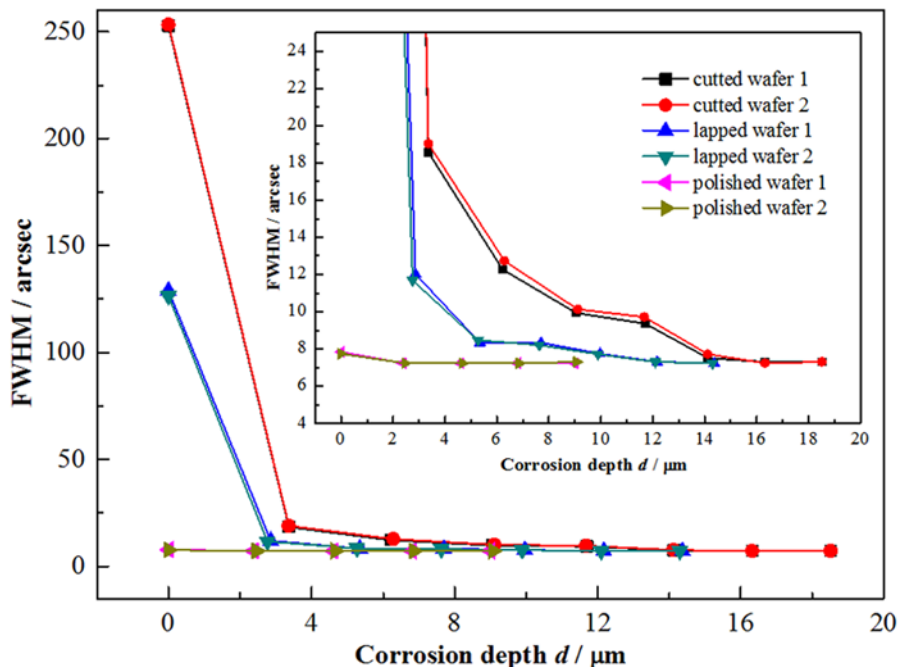


图1 InSb 切割、研磨和抛光晶片的化学腐蚀深度与 X 射线衍射曲线的 FWHM 值之间的关系

衍射时,在布拉格衍射角位置上将会引起 X 射线衍射曲线的 FWHM 值变宽。因此,可以从 FWHM 与损伤层剥离深度之间的关系中定量测定和表征表面损伤层的深度^[7]。采用 ATX-E 型 X 射线衍射仪对 InSb 晶体的各个腐蚀剥离阶段进行 X 射线衍射曲线检测,并观测 X 射线衍射曲线的 FWHM 值。其间逐渐增加腐蚀剥离的次数,并重复前面的测量过程,直到 X 射线衍射曲线的 FWHM 值稳定为止。

2 结果与讨论

2.1 基于 X 射线衍射曲线检测逐层腐蚀剥离的损伤层深度

通过对不同加工工艺条件下经逐层化学腐蚀剥离的 InSb 晶片进行观察,并测试 X 射线衍射曲线的 FWHM 值变化,得出了 FWHM 值与化学腐蚀深度之间的关系曲线(见图1)。其中插图为局部放大图。由图1可知,当切割、研磨和抛光晶片的腐蚀深度分别达到 16 μm 、12 μm 和 2 μm 时,FWHM 值均达到了相对稳定的状态(约为 7 arcsec)。这相当于无应变状态的情况,其所对应的化学腐蚀深度即为晶片的损伤层深度^[17]。可以看出,内圆切片晶体样品的损伤层深度最大

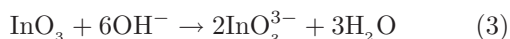
(约为 16 μm),研磨片的损伤层深度为 12 μm 左右,抛光片的损伤层深度为 2 μm 左右。

在图1中,切割、研磨和抛光晶片经过不同深度的化学腐蚀之后,可以发现切片 X 射线衍射曲线的 FWHM 值的变化幅度最大,研磨片次之,而机械化学抛光晶片的 FWHM 值变化很小,这与由加工引入的损伤层深度有关。切片既是晶片加工的起始阶段,又是损伤层引入的主要工序。切割晶片表面时所造成的机械损伤最为严重,其损伤层相对较深,严重破坏了晶片表面附近原子的有序排列。当 X 射线照在遭到破坏的原子扰乱层上而产生衍射时,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。随着化学腐蚀深度的不断增加,损伤层逐渐减小, X 射线衍射曲线的 FWHM 值也越来越窄。当 FWHM 值相对稳定时,即相当于无应变状态。内圆切割刀片的金刚砂刀刃是造成切割表面损伤的主要原因。在晶体切割中,由于必须在切断 InSb 晶体的 In-Sb 键后才能切下晶片,所以要求剪切应力大于 InSb 晶体的临界分解应力。这就使得在切割表面上引入了大量的微裂纹和破裂层,同时还伴随了缺陷的产生。此外,

内圆切割刀片的高速旋转与振动也会加重表面损伤的程度。机械切割加工会在 InSb 晶体的浅表面层中形成两层晶格不完整区域。其中, 外表层是碎裂层, 包括微裂纹、破碎和缺陷; 碎裂层下面则是应力层。

为了减小切割晶片的表面损伤和提高晶体平整度, 晶片必须经过研磨。经研磨后, 晶片的平整度可得到相对提高。与切片变化相比, X 射线衍射曲线的 FWHM 变化幅度要小一些。但是研磨发生在一定粒径的磨砂以及压力的共同作用下, 即依靠磨料和研磨盘在 InSb 晶体表面上的机械磨削作用来实现对材料表面的去除, 因此不可避免地会引起一定的表面损伤。由于 InSb 晶体材料较软, 机械磨削作用会导致晶片表面去除不均匀, 因而存在较大划伤和表面起伏。同时, 由于 InSb 晶体材料较脆, 在基于机械磨削作用的研磨过程中, 晶体主要是通过脆性崩裂的形式被去除的。这就会造成研磨表面存在微裂纹, 导致晶片表面质量不高。由研磨造成的损伤层也可分为由缺陷、裂纹、破碎晶粒构成的严重损伤区和高应力区两部分, 二者之间并无明显的分界线。

经单面机械化学抛光后, 晶片表面的粗糙度大为减小, 表面细腻, 光洁度好, 即获得了拥有“镜面”表面的 InSb 晶片。在机械化学抛光过程中, 抛光液里的氧化剂与材料表面之间的氧化反应弱化了后者的键能^[18]。同时, 抛光液中的磨料与晶片表面上那些键能遭到弱化的分子/原子相互作用, 实现了晶片表面的分子级加工去除。此外, 化学抛光液与晶片表面之间发生的化学反应分解了晶片的表面物质, 从而形成了络合物。其反应式如下所示:



此后, 在抛光液研磨料、抛光头和抛光盘的机械作用下^[19], 经过化学反应的络合物被去除, 晶片由缺陷、裂纹、破碎晶粒所构成的严

重损伤层得以消除。此时, 晶片表面的损伤层在很大程度上属于应力区和弹性畸变, 而且其畸变量往往只有微米级或者更小。经少许时间的逐层化学腐蚀后, 表面损伤即可消除。这时, X 射线衍射曲线的 FWHM 变化相对减小, 并最终趋于稳定状态。

2.2 化学腐蚀时间与化学腐蚀速率的关系

在逐层化学腐蚀剥离实验中, 我们得到了切割、研磨和抛光晶片表面的化学腐蚀时间与化学腐蚀速率的关系 (见图 2)。从中可以看出, 切割、研磨和抛光晶片的初期化学腐蚀速率之间存在明显差异; 随着腐蚀时间的不断增加, 其腐蚀速率趋于一致。InSb 晶片的表面结构、状态和机械加工损伤是影响其化学腐蚀速率的主要因素, 而晶片的腐蚀速率又受扩散机制和化学反应速率机制的影响和制约, 亦或是两种机制的结合所致。

与抛光晶片相比, 切割晶片的损伤层最为严重, 即存在大量的微裂纹和表面起伏。研磨晶片的损伤层次之, 其表面相对粗糙、凹凸不平, 这都增大了晶片与腐蚀剂接触的有效面积。腐蚀速率对表面状态是敏感的, 因而此时化学反应速度较快, 材料的腐蚀速率较大, 同时腐蚀剂的扩散机制影响相对较小。随着腐蚀的持续进行, 晶片表面的损伤层逐步去除, 表面完整性和平整度不断提高, 腐蚀速度逐渐下降。

机械化学抛光晶片的损伤层较小, 其中的缺陷、裂纹、破碎晶粒等严重损伤层得以消除。此时, 晶片的表面损伤主要是应力区和弹性畸变, 其表面光洁度、平整度、晶格完整性等都比较良好。在逐层化学腐蚀剥离时, 相应的与腐蚀剂接触的晶体表面积较小, 表面性质相对其他性质而言影响较弱, 化学腐蚀速率也相对较慢。随着化学腐蚀时间的增加, 晶片表面的结构趋于一致。在进入晶格完整部位时, 化学腐蚀速率与腐蚀剂的扩散速率处于基本一致的状态, 而且化学腐蚀速率不再随腐蚀时间的增加而变化。此结果与 X 射线衍射检测结果一致, 表明切片与研磨片的表面损伤相对严重。

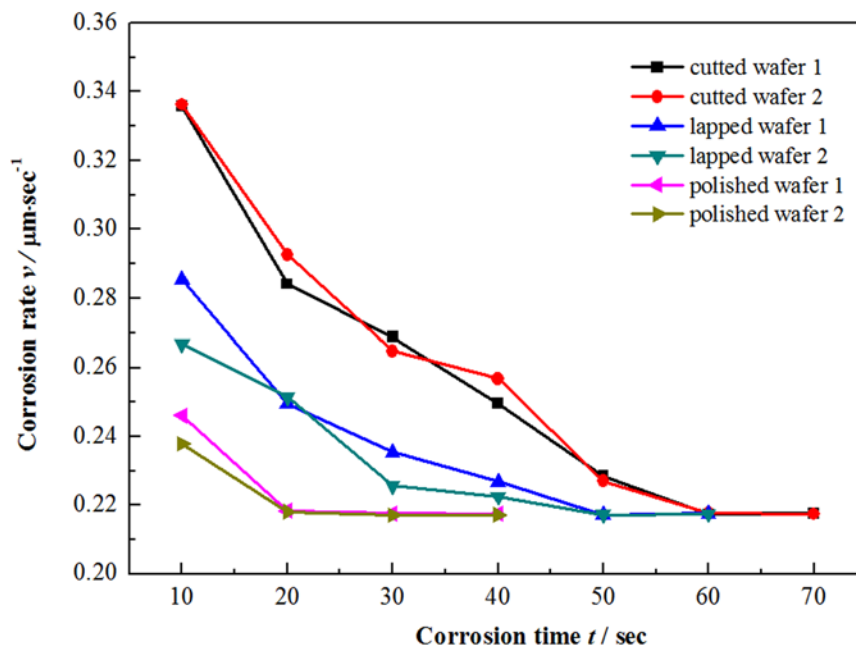


图 2 InSb 切割、研磨和抛光晶片的化学腐蚀时间与化学腐蚀速率的关系

3 结束语

结合 X 射线衍射技术以及化学腐蚀剥离损伤层的方法, 定量分析了 InSb 晶体在不同加工工艺中所引入的表面损伤层的深度。由切割、研磨、机械化学抛光加工过程所引入的晶片损伤层的深度分别约为 $16\ \mu\text{m}$ 、 $12\ \mu\text{m}$ 和 $2\ \mu\text{m}$ 。用内圆切割机切割 InSb 单晶晶片是引入表面损伤层的最主要工序。经机械化学抛光加工的 InSb 晶片的表面损伤层深度明显减小。再经化学腐蚀抛光, 即可得到质量较好的 InSb 抛光晶片。值得注意的是, 基于 X 射线衍射曲线检测的化学剥离损伤层深度实际上是晶片机械损伤层及其形成的应力区的总深度。为了理解真正意义上的机械损伤层深度, 本文还有待利用其他更精确的测试方法来验证分析, 这也是我们下一步需要解决的问题。

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] 付安英, 马睿, 薛三旺. 高灵敏度室温铟化镉红外探测器研制 [J]. *现代电子技术*, 2007, **30**(2): 182–183.
- [4] 陈伯良. 红外焦平面成像器件发展现状 [J]. *红外与激光工程*, 2005, **34**(1): 1–7.
- [5] Shannon L C, Horalm M. Semi-insulating III-V Materials [C]. Toronto: 6th International Conf on Semi-Insulating III-V Materials, 1990.
- [6] 许顺生. 用 X 射线双晶及三晶衍射仪测量晶片的研磨和抛光损伤 [J]. *半导体学报*, 1982, **3**(2): 95–101.
- [7] Hoareau A. Study of the Crystallization of Antimony Thin Films by Transmission Electron Microscopy Observations and Electrical Measurements [J]. *Thin Solid Films*, 1992, **209**(2): 161–164.
- [8] 董国全, 万群, 陈坚邦. GaAs 抛光表面损伤的 RBS 研究 [J]. *稀有金属*, 1998, **22**(4): 317–320.
- [9] Faust J W. Effect of Silica on Transformations of Fibrillar Colloidal Boehmite and Gamma Alumina [J]. *Journal of Electrochemical Society*, 1964, **47**(7): 339–341.
- [10] Magee T J. Growth of (100) CdTe Films of High Structural Perfection on (100) GaAs Substrates by Molecular Beam Epitaxy [J]. *Applied Physics Letters*, 1984, **44**(3): 313–315.
- [11] Mcguigan S. Growth and Properties of Large-diameter Indium Lattice-hardened GaAs Crystals [J]. *Journal of Crystal Growth*, 1986, **76**(2): 217–232.
- [12] 陈坚邦, 钱嘉裕, 杨钧. TEM 观察砷化镓晶片损伤层 [J]. *稀有金属*, 1998, **22**(5): 392–395.
- [13] Knudsen J F. Comparison of X-ray Photoelectron Spectroscopic and Ion Microprobe Mass Analyses [J]. *X-ray Analytical*, 1964, **7**: 159–162.

- [14] 曹福年, 卜俊鹏, 吴让元. X 射线回摆曲线定量检测 Si-GaAs 抛光晶片的亚表面损伤层厚度 [J]. **半导体学报**, 1998, **19**(8): 635–638.
- [15] 郑红军, 曹福年, 卜俊鹏. 砷化镓晶片表面损伤层分析 [J]. **稀有金属**, 1999, **23**(4): 241–244.
- [16] 黎建明, 屠海令, 郑安生. 不同加工工艺的砷化镓晶片损伤研究 [J]. **稀有金属**, 2003, **27**(2): 299–302.
- [17] 许顺生, 冯端. **X 射线衍衬貌相学** [M]. 北京: 科学出版社, 1987.
- [18] 张伟, 刘玉岭, 孙薇. 磨料和 H_2O_2 对 InSb CMP 效果影响的研究 [J]. **半导体技术**, 2008, **33**(11): 1016–1019.
- [19] 周国安, 柳滨, 王学军. CMP 加工过程去除率的影响因素研究 [J]. **电子工业专用设备**, 2008, **37**(1): 34–37.
- (上接第 5 页)
- [20] Singer P F. Analysis of the Cascade of Track-before-detect and Track-after-detect Tracking Algorithms [C]. *SPIE*, 1998, **3373**: 156–165.
- [21] Liang S, Bai B D, Li Y. An Approach to Infrared Dim Target Detection and Tracking [C]. *SPIE*, 2012, **7202**: 258–264.
- [22] 杨擎宇, 汪增福. 复杂背景下运动点目标的检测和跟踪 [J]. **模式识别与人工智能**, 2004, **17**(3): 342–346.
- [23] 李正周, 董能力, 金钢. 序列图像运动点目标快速检测与跟踪方法 [J]. **红外与激光工程**, 2002, **31**(6): 473–477.
- [24] Otsu N. A Threshold Selection Method from Gray-level Histogram [J]. *IEEE Transactions on Systems, Man and Cybernetics*, 1979, **9**(1): 62–66.
- [25] 华漫. 基于自适应阈值设置的运动点目标检测算法 [J]. **计算机工程**, 2010, **36**(21): 195–196.
- [26] 刘辉, 赵文杰, 周健. 一种自适应图像分割算法 [J]. **四川兵工学报**, 2009, **30**(12): 31–34.
- [27] Zhang F, Li C F, Shi L. Detecting and Tracking Dim Moving Point Target in IR Image Sequence [J]. *Infrared Physics and Technology*, 2005, **46**(4): 323–328.
- [28] He L S, Xie L J, Xie T, et al. An Effective TBD Algorithm for the Detection of Infrared Dim-small Moving Target in the Sky Scene [C]. Shanghai: Second International Conference on Multimedia and Signal Processing, 2012.
- [29] Zhang H Y, Gao Y, Li T. The Detection of Multiple Dim Small Targets Based on Iterative Density Clustering and SURF Descriptor [C]. Miami: 16th International Conference on Web Information Systems Engineering, 2015.
- [30] Ye Y Z, Cai Y Z. A Spatially Adaptive Denoising with Activity Level Estimation Based Method for Infrared Small Target Detection [C]. Shenyang: 11th World Congress on Intelligent Control and Automation, 2014.
- [31] Pan H B, Song G H, Xie L, et al. Detection Method for Small and Dim Targets from a Time Series of Images Observed by a Space-based Optical Detection System [J]. *Optical Review*, 2014, **21**(3): 292–297.
- [32] Wang J P, Sun H Y, Han Y. A Method of Small Target Detection Based on Energy Accumulation and Morphology in Infrared Image Sequences [C]. Changchun: International Conference on Computer, Mechatronics, Control and Electronic Engineering, 2010.
- [33] Wu B, Ji H B. A Novel Algorithm for Point-target Detection Based on Third-order Cumulant in Infrared Image [C]. Beijing: 8th International Conference on Signal Processing, 2006.
- [34] Zuo Z G, Zhao Y J. A Novel Algorithm for Detecting Dim Point Target in Infrared Images Based on MRF [C]. Singapore: IEEE Symposium on Computational Intelligence for Multimedia, Signal and Vision Processing, 2013.
- [35] Zhang Y, Wang M, Niu S Q. A Novel Small Dim Infrared Target Detecting Method Based on Grayscale Merging and Connected Components Analysis [C]. Innsbruck: International Conference on Modelling, Identification and Control, 2012.
- [36] Hamdulla A, Xiang G Y, Turson D. A Particle Filter and Fuzzy Clustering Based Algorithm for Tracking Dim Moving Multiple Point Targets in IR Image Sequences [C]. Los Angeles: World Congress on Computer Science and Information Engineering, 2009.