

文章编号: 1672-8785(2018)10-0012-04

低缺陷 Si 基碲镉汞分子束外延工艺研究

高 达 王经纬 王 丛 吴亮亮 刘 铭

(华北光电技术研究所, 北京 100015)

摘 要: 随着焦平面探测器向超大面阵、小像元方向发展, 对盲元率尤其连续盲元、均匀性等要求越来越高。材料表面缺陷已经成为抑制 Si 基碲镉汞分子束外延(Molecular Beam Epitaxial, MBE)技术在更广范围内应用的一个重要因素。通过解决 MBE 系统束流稳定性、束流测量的精确性和生长温度控制的稳定性共 3 个 MBE 生长碲镉汞材料精确控制的关键问题, 以及通过正交试验优化生长参数, 将 Si 基碲镉汞材料缺陷密度控制在 500 cm^{-2} 以内, 最优值达到 57.83 cm^{-2} 。

关键词: Si 基碲镉汞; 分子束外延; 表面缺陷

中图分类号: TN219 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3969/j.issn.1672-8785.2018.10.002

Study of Low-defect Si-based HgCdTe Molecular Beam Epitaxy Process

GAO Da, WANG Jing-wei, WANG Cong, WU Liang-liang, LIU Ming

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

Abstract: With the development of HgCdTe infrared focal plane arrays toward super-large sizes and small pixels, the requirements of blind pixel rate, especially continuous blind pixel and uniformity, are increasing. The surface defect has become an important factor to inhibit the application of Si-based HgCdTe molecular beam epitaxy (MBE). By solving three key problems of MBE-grown HgCdTe, namely, beam stability, beam measurement accuracy and growth temperature control stability, and by optimizing the growth parameters through orthogonal experiments, the defect density of Si-based HgCdTe materials is controlled within 500 cm^{-2} and the optimal value is 57.83 cm^{-2} .

Key words: Si-based HgCdTe; MBE; surface defect

0 引言

Si 基碲镉汞材料因更大的可用面积、更低的材料成本、较高的机械强度和平整度、更高的热导率、与 Si 读出电路的热应力自动匹配等优点, 近些年受到国内外的广泛关注和研

究^[1]。碲镉汞表面缺陷会直接影响碲镉汞器件的均匀性和盲元率等性能指标。表面缺陷是与衬底缺陷及碲镉汞外延工艺相关的材料缺陷。分子束外延获得的碲镉汞材料的表面缺陷大多数具有尺寸较小、缺陷种类较多、密度较

收稿日期: 2018-09-12

作者简介: 高达(1988-), 男, 河北黄骅人, 工程师, 主要研究方向为红外焦平面材料的制备与表征。

E-mail: 330589421@qq.com

高等特点^[2]。表面缺陷对焦平面器件最直接的影响是导致盲元增加。随着焦平面器件光敏元尺寸的减小, 由单个表面缺陷直接导致盲元的概率将增大, 跨光敏元的缺陷导致相连盲元的概率也将增大。缺陷的抑制是碲镉汞材料制备工艺技术的研究方向之一, 也是碲镉汞材料技术进一步发展的难点之一。

1 Si 基碲镉汞材料的表面缺陷分析

中国科学院上海技术物理研究所将分子束外延生长的碲镉汞缺陷分为 4 类, 分别为 1 类(直径大于 $15\text{ }\mu\text{m}$)、2 类(直径在 $7\sim 15\text{ }\mu\text{m}$ 之间)为缺汞缺陷; 3 类为衬底引入缺陷; 4 类(直径在 $2\sim 3\text{ }\mu\text{m}$ 之间)为富汞缺陷^[3]。缺汞缺陷(1 类缺陷、2 类缺陷)主要由 Hg/Te 比小或者生长温度偏高导致, 其直径大于 $7\text{ }\mu\text{m}$; 分布规律为外延边缘密集, 中心稀疏, 缺陷直径在边缘处较大; 形状特点为呈现一个喇叭口的形状, 如图 1 所示。

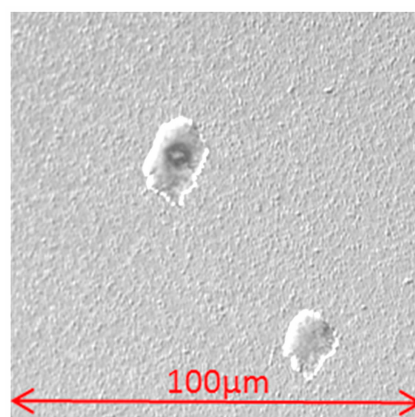
富汞缺陷(4 类缺陷)主要由 Hg/Te 比大或者生长温度偏低导致, 其直径大多在 $2\sim 3\text{ }\mu\text{m}$ 范围内; 均匀分布; 形状普遍较小, 如图 2 所示。

通过统计并分析实验室获得的碲镉汞材料可以发现, 1 类缺陷、2 类缺陷和 4 类缺陷是最常见也是数量最多的缺陷。因此, 为了降低 Si 基碲镉汞材料的表面缺陷密度, 需要从生长温度和 Hg/Te 比出发, 优化 Si 基碲镉汞分子束外延工艺。

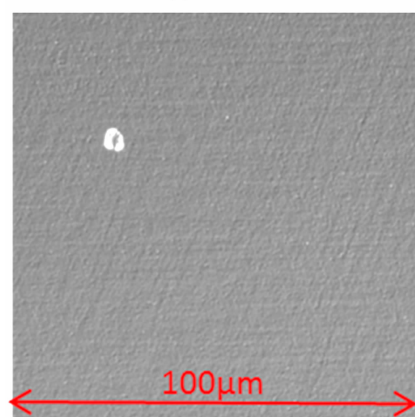
2 实验

实验所用设备为芬兰 DCA P600 分子束外延系统, 系统配有 CdTe 源、 Te 源和阀控 Hg 源, 所用的 CdTe/Si 复合衬底由本实验室生长^[4], 如图 3 所示。

在将 CdTe 复合衬底装入分子束外延系统进行碲镉汞生长前, 先使用 0.5% 的溴甲醇腐蚀 20 s , 然后使用大量甲醇冲洗, 最后使用高纯氮气吹干, 装入设备; 衬底在 Loadlock 中 $180\text{ }^\circ\text{C}$ 时除气 3 h 后即可使用。生长过程中使



(a) 1类缺陷



(b) 2类缺陷

图 1 显微镜照片

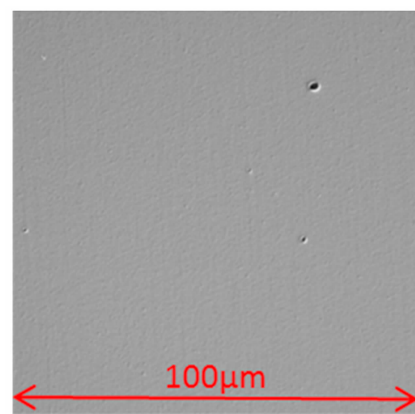


图 2 4 类缺陷的显微镜照片

用反射高能电子衍射 (Reflection High-energy Electron Diffraction, RHEED) 对生长表面进行实时监控, 使用高温计监控样品表面的温度, 通过这两种在线测试方法可以即时调整和优化生长参数。在考虑粘附系数修正的情况下, 依据下式来调整碲镉汞薄膜中 Cd 的组分:

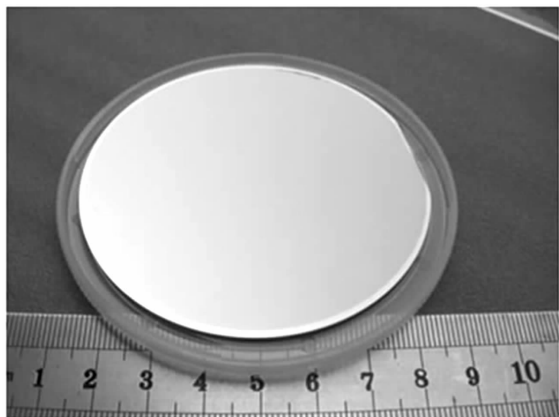


图 3 生长后的 CdTe/Si 复合衬底照片

$$x = \frac{BEP_{CdTe}}{BEP_{Te} + BEP_{CdTe}} \quad (1)$$

使用傅里叶红外透射光谱仪 (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR) 测试材料的组分及厚度; 采用光学显微镜进行缺陷的观察、统计。

3 低表面缺陷密度 Si 基碲镉汞技术方案

3.1 现有工艺问题解决

为了降低 Si 基碲镉汞材料的缺陷密度, 设计低表面缺陷密度 Si 基碲镉汞技术方案, 首先需要解决以下 3 个问题: (1) 束流稳定性; (2) 束流测量的精确性; (3) 生长温度控制的稳定性。

3.1.1 束流稳定性

分子束外延设备中的 Te、CdTe 源在使用过程中, 相同源温度下的源束流会随着时间变化, 并且变化速率会根据使用时间发生变化。这导致生长过程中组分会随着时间发生变化, 从而影响材料的生长质量, 其中以 Te 源尤为严重。为了提高 Te 源的稳定性, 我们优化了束流源的结构和原料的形状, 将 Te 束流变化率从 1%~1.5%/h 提高到 0.25%~0.5%/h, 提高了束流稳定性。

3.1.2 束流测量的精确性

分子束外延系统中束流的测量通常采用束流流量计 (Beam Flux Monitor, BFM) 对束流强度进行测量, BFM 的状态是束流精确测量的

先决条件。每次碲镉汞生长后真空规上会附着残料, 影响测量精度。我们通过改造分子束外延系统的束流流量计, 提高束流测量的精确性。

优化束流稳定性和束流测量精确性后, 对比优化前后两个工艺周期内组分的均匀性, 组分标准偏差从 0.0166 提高至 0.0038, 如图 4 所示。

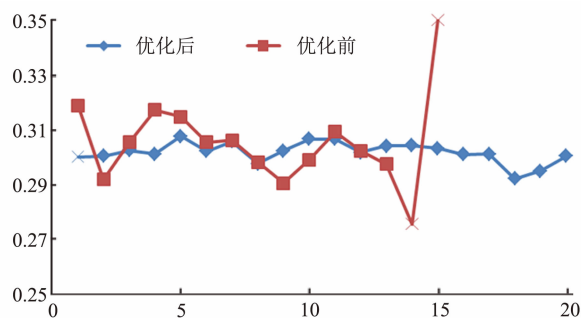


图 4 优化前后两个工艺周期组分均匀性的对比

3.1.3 生长温度控制稳定性

在碲镉汞分子束外延生长过程中, 温度的变化对晶体质量也会产生很大的影响。生长温度过高时, Hg 的粘附系数会变小, 大部分 Hg 原子脱附, 和 Te 原子的结合概率变小, 在结构中会产生多余的 Te 原子, 易形成多晶。生长温度过低时, 表面多余的 Hg 和 Te 原子会形成另一套格子, 形成孪晶结构, 影响器件的性能。因此, 生长温度是影响碲镉汞材料生长的重要参数。Si 基复合衬底与背面的热偶是非接触的, 热偶与衬底背面的距离直接影响着生长温度控制的稳定性。我们通过调整热偶类型和热偶与衬底背面的距离, 保证每次工艺中热偶与衬底背面的距离都在同一水平, 从而达到生长温度控制稳定性的目的。

3.2 生长参数优化

为了研究 Si 基碲镉汞的缺陷密度、缺陷大小与外延温度、 P_{Hg}/P_{Te} 束流比、生长速率之间的关系, 设计了正交试验。对三因子 (外延温度、 P_{Hg}/P_{Te} 束流比、生长速率, 其中 P_{Te} 与生长速率一一对应, P_{Hg}/P_{Te} 束流比可以简化为 P_{Hg}) 设计了三水平的试验 [5]。

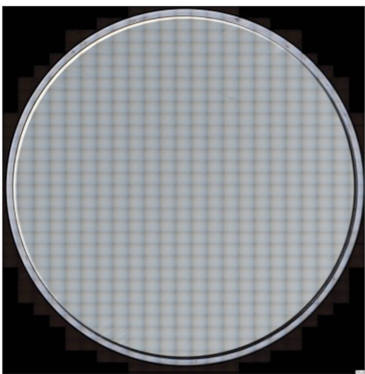
表 1 样品缺陷密度正交试验结果分析表

试验号	外延 温度	Hg 流量 2	生长 速率 3	空白 4	缺陷 密度
	1	2	3	4	
1	1:211	1:59	1:1.5	1:	1418
2	1:211	2:61	2:1.8	2:	1335
3	1:211	3:63	3:2.1	3:	1824
4	2:212	1:59	2:1.8	3:	862
5	2:212	2:61	3:2.1	1:	1023
6	2:212	3:63	1:1.5	2:	695
7	3:213	1:59	3:2.1	2:	2474
8	3:213	2:61	1:1.5	3:	1058
9	3:213	3:63	2:1.8	1:	1645
K1	4577	4754	3171	4086	
K2	2580	3416	3842	4505	
K3	5177	4164	5321	3744	
极差	2597	1438	2150	761	
主次	ACB				
优选	A2B2C1				

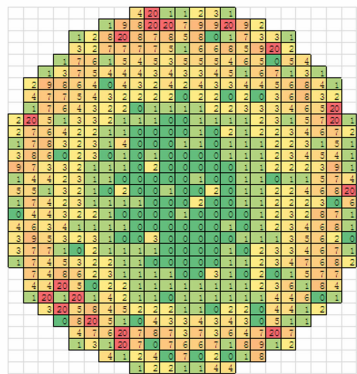
根据表 1 中正交试验结果我们可以得出, 生长温度对应的极差最大, 这说明在 MBE 生长碲镉汞过程中, 生长温度对于试验结果的贡献最大, 其次为生长速率; Hg 流量的极差最小, 因此它对于试验结果的影响最小, 但也大于误差项, 这说明 Hg 流量对于材料缺陷的形成有一定的影响。通过正交试验分析我们发现, 对于 MBE 生长 Si 基中波 HgCdTe 材料, 较好的工艺条件为 A2B2C1, 即生长温度为 212 ℃, Hg 流量为 61 sccm, 生长速率为 1.5 μm/h。按照此试验条件获得的碲镉汞材料的缺陷密度控制在 500 cm⁻² 以内, 最优值达到 57.83 cm⁻², 如图 5 所示。

4 结论

为了获得低缺陷密度 Si 基 HgCdTe 材料工艺, 首先通过优化 MBE 系统, 解决了束流稳定性、束流测量的精确性、生长温度控制稳定性共 3 个影响 MBE 生长 Si 基碲镉汞材料的关键问题。再通过正交试验分析, 优化 MBE 生长 Si 基中波碲镉汞材料工艺参数, 获得了较好的实验结果, 为高性能、大面阵 HgCdTe



(a)



(b)

代码	个数范围	单元格数量
0	0~20	102
1	21~40	144
2	41~60	81
3	60~80	62
4	81~100	57
5	101~120	31
6	121~140	27
7	141~160	39
8	161~180	22
9	181~200	10
20	>200	18
统计单元数		593
平均密度/cm ²		57.83

(c)

图 5 显微镜拼接图片及缺陷统计
探测器的研发奠定了坚实的材料基础。

参考文献

[1] 王经纬, 巩峰, 刘铭, 等. Si 基碲镉汞分子束外延工艺优化研究 [J]. 激光与红外, 2012, 42 (10): 1161-1164.

[2] He L, Wu Y, Chen L, et al. Progress in MBE Growth of HgCdTe @ SITP [C]. SPIE, 2002, 4795: 17-26.

(下转第 48 页)