

〈材料与器件〉

液相外延长波碲镉汞薄膜化学机械抛光工艺研究

王静宇, 宋林伟, 孔金丞, 吴军, 洪雁, 张阳, 李东升

(昆明物理研究所, 云南 昆明 650223)

摘要: 基于碲镉汞液相外延材料表面固有的宏观缺陷, 采用化学机械抛光(CMP)方法对材料表面进行抛光平坦化, 利用光学显微镜、白光干涉仪、激光共聚焦显微镜等分析方法对化学机械抛光前、后的材料表面进行分析表征。研究结果表明, 化学机械抛光工艺能有效去除外延材料表面固有的竖纹、花纹、斜纹等宏观缺陷, 同时可明显改善外延材料表面平整度及粗糙度, 0.5 mm×0.5 mm 范围内薄膜表面平整度值降低到 20 nm 以下, 粗糙度值降低到 4 nm 以下, 提高了碲镉汞外延材料表面质量。化学机械抛光后的长波材料经标准器件工艺制备出的焦平面器件可达到较好长波器件水平。

关键词: 碲镉汞(MCT); 化学机械抛光(CMP); 液相外延; 粗糙度; 平整度

中图分类号: TN215, O484.1 文献标识码: A 文章编号: 1001-8891(2018)10-0925-06

Study of Chemo-mechanical Polishing Process of Long-wave HgCdTe Film Grown by LPE

WANG Jingyu, SONG Linwei, KONG Jincheng, WU Jun, HONG Yan, ZHANG Yang, LI Dongsheng

(Kunming Institute of Physics, Kunming 650223, China)

Abstract: The chemo-mechanical polishing(CMP) process was applied to the surface of long-wave HgCdTe(MCT) material grown by liquid phase epitaxy(LPE). The surface morphology of MCT films was characterized by a microscope, white-light interferometer(WLI), and 3D measuring laser microscope. The results showed that macro-defects in the MCT film surface could be removed by the CMP process. The surface roughness and flatness of MCT film were also reduced to 4 nm and 20 nm, which indicated an improvement in the quality of MCT films. Preliminary device results demonstrated that a fine LW IRFPA can be fabricated with LPE MCT film polished by the CMP process.

Key words: HgCdTe(MCT), chemo-mechanical polishing(CMP), liquid phase epitaxy(LPE), roughness, flatness

0 前言

碲镉汞材料是具有直接带隙的化合物材料, 其禁带宽度可随组分 x 的变化在 0~1.6 eV 范围内连续调节, 可实现对整个红外波段的探测, 是目前红外探测器研制的首选材料, 在精确制导、空间遥感、导弹预警及航天领域等方面有着重要的应用^[1]。

碲镉汞材料的生长方法较多, 其中液相外延法(Liquid Phase Epitaxy, LPE)是目前应用较广的一种生长方法^[2-3]。然而液相外延生长的碲镉汞材料表面存在固有生长缺陷, 如宏观波纹、台阶等。一般认为宏观波纹是由石墨腔体内汞和碲蒸气的泄露, 导致母液

上方的气相出现不均匀, 与温场不均匀性一起在气相和母液中引发不均匀蒸发及对流效应, 进而造成母液温度和成分出现不均匀, 表面各点外延速率出现差异, 引起表面宏观波纹^[4]。液相外延碲镉汞薄膜表面宏观波纹、台阶等固有缺陷的存在严重影响了整个外延薄膜表面的平整度和粗糙度。有研究表明, 碲镉汞材料表面平整度将会影响光学信号在器件上的传输特性, 进而影响器件的响应率和光学串音; 而材料表面粗糙度与器件表面状态有关, 并会影响器件的表面漏电流和光学信号的传输特性^[4]。同时碲镉汞外延材料表面粗糙度、平整度也将影响器件工艺的均匀性及稳定性控制, 如钝化层稳定性、电极孔刻蚀的均匀性

收稿日期: 2018-08-28; 修订日期: 2018-10-10。

作者简介: 王静宇(1973-), 女, 云南昆明人, 硕士, 副高, 主要从事红外材料表面处理技术研究。

通信作者: 孔金丞(1979-), 男, 云南南华人, 博士, 研究员, 主要从事红外材料与器件研究, E-mail: kongjincheng@163.com。

控制等,此外材料平整度直接关系到倒焊互连时芯片与电路的连通率。因而在优化液相外延工艺,改善碲镉汞材料表面平整度及粗糙度的同时,研究碲镉汞外延材料表面后续平坦化工艺对液相外延材料表面质量的改善至关重要。

碲镉汞材料表面平坦化方法主要有单点金刚石车削法、金刚石砂轮研磨法、磨抛法、化学机械抛光等方法^[5-8]。由于碲镉汞材料硬度比较小,平坦化工艺极易对材料造成损伤,这些损伤会直接降低器件性能,同时碲镉汞外延材料厚度通常只有几微米到几十微米,因而对如此薄的外延材料进行平坦化且不带入损伤,这对平坦化工艺提出了很高的要求。Irwan 等^[5]对碲镉汞单晶材料采用单点金刚石车削法进行减薄,减薄后碲镉汞晶体表面粗糙度可达到 7 nm;李春领等^[9-10]对液相外延碲镉汞材料表面平坦化进行了相关研究,采用金刚石研磨砂轮及化学机械抛光工艺对碲镉汞外延材料进行表面磨抛,表面磨抛平坦化提高了材料表面平整度,提高了器件互联成品率,但化学机械抛光工艺难以完全去除金刚石砂轮研磨对碲镉汞外延材料产生的损伤,会影响了材料质量的进一步提高。

相较于其他平坦化方法,CMP(chemo-mechanical polishing)工艺由于全面平坦化的优势,已广泛地应用于很多半导体材料的表面精密加工。而且由于 CMP 采用纳米级磨料,并结合化学腐蚀与机械抛光的特点,可以减小由单纯机械抛光造成表面损伤大及由单纯化学抛光易造成的表面粗糙度大及抛光均匀性差等缺点^[11]。合理选择抛光液、抛光垫及抛光工艺参数可大幅度提高材料表面的平整度及粗糙度,是一种较成熟的全局平坦化技术^[12-13]。L. Yan 等^[7]采用 CMP 法对碲镉汞晶片进行表面处理,磨料采用 80 nm 粒径的 SiO₂,表面 CMP 后可得到镜面一样的晶体表面,粗糙度可达 0.32 nm。但直接将 CMP 的方法用于改善碲镉汞外延薄膜表面质量还未见相关报道。

针对液相外延碲镉汞薄膜表面固有的缺陷问题,本文采用 CMP 法对液相外延碲镉汞薄膜进行表面磨抛平坦化,而后对材料进行表面腐蚀清洗,能有效改善外延薄膜表面平整度及粗糙度,进而提高碲镉汞液相外延材料表面质量,有利于碲镉汞器件制备工艺,并提升红外探测器性能。

1 实验方法

采用液相外延在碲锌镉衬底上生长长波碲镉汞材料,77 K 截止波长 10 μm,材料尺寸为 20 mm×25 mm。磨抛前对碲镉汞外延材料的边缘进行倒角,以

防止边缘碎粒在抛光工艺中损伤表面。CMP 时采用专用夹具固定碲镉汞外延材料,通过控制夹具的重量调节抛光压力。采用的抛光液为 30% 的 SiO₂ 溶胶,粒径 40~70 nm, pH 值 10~11,实验时将 SiO₂ 溶胶与氧化剂按照一定比例混合,并搅拌均匀。CMP 时以一定的速率将抛光液匀速滴在抛光垫上,并同时调整抛光盘转速对碲镉汞外延材料进行抛光。CMP 后对碲镉汞材料进行表面腐蚀清洗,以去除材料表面残留磨料颗粒及金属微粒。实验样品为表面有竖纹、花纹、斜纹的碲镉汞外延薄膜,CMP 时间控制在 30~40 min,材料厚度去除约 2 μm,CMP 前后对材料表面进行表征分析。

采用光学显微镜(Olympus MX61, Japan)对碲镉汞外延材料表面形貌进行观察分析,最高放大倍数为 1000 倍;采用激光共聚焦显微镜(Olympus OLS40SU, Japan)对外延材料表面形貌进行采集并整幅拼接成像;采用白光干涉仪(NanoMap Surface Profiler, USA)对碲镉汞外延材料进行表面平整度及粗糙度分析。

2 实验结果及讨论

2.1 表面形貌分析

图 1 为液相外延碲镉汞薄膜 CMP 前后表面形貌全图,采用激光共聚焦显微镜对每个区域进行拍摄,然后自动拼接成整幅形貌图。图 1(a)、(c)、(e)为液相外延原生材料表面形貌全图,宏观上分别表现为竖纹、花纹及斜纹,严重影响了薄膜表面的平整度及粗糙度,进而影响器件工艺的均匀性控制,特别是器件工艺中芯片与读出电路的连通率。图 1(b)、(d)、(f)为 CMP 后薄膜表面形貌,与处理之前相比,薄膜表面的平整度及粗糙度得到了显著改善。

从图 1(a)、(c)、(e)中可以看出 CMP 后薄膜表面存在点状缺陷,这些缺陷与原生材料中的缺陷有对应关系,可能与碲锌镉衬底中沉积相有关,图 1(b)、(d)、(f)中未出现新的缺陷,说明 CMP 过程并没有在薄膜表面引入新的缺陷。CMP 后薄膜表面四周边缘较为粗糙,这是由于 CMP 时磨抛夹具旋转,在离心力的作用下磨料向边缘聚集导致。

如图 2 所示为光学显微镜观察 CMP 前后碲镉汞材料表面局部区域,图 2(a)、(c)、(e)与图 1(a)、(c)、(e)对应,表面分别为竖纹、花纹、斜纹宏观缺陷。从图中可以看出,竖纹、花纹及斜纹等宏观缺陷的存在导致薄膜表面非常粗糙。如图 2(b)、(d)、(f)为 CMP 后的对比图,由图可知 CMP 后材料表面光滑平整,无可见宏观及微观缺陷,明显改善了材料表面

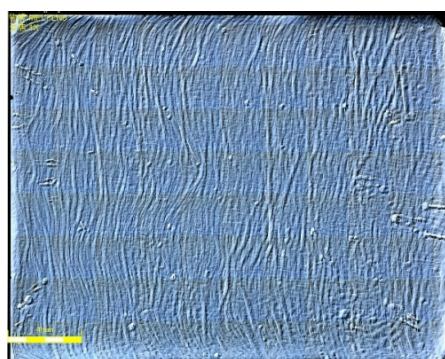
粗糙度。

2.2 表面粗糙度及平整度分析

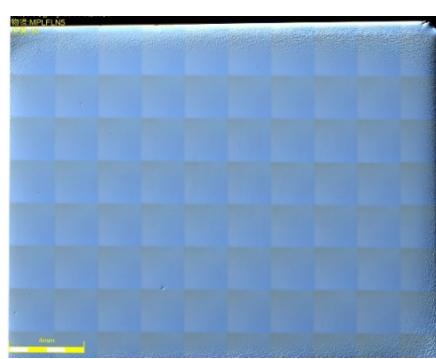
表面平整度、粗糙度是衡量材料表面微区高低起伏的参数, 表面平整度(S_z)定义为: 假设存在两个平行的基准面, 它使得在规定区域内的材料表面均落在基准面之间, 两个基准面之间的最小距离定义为材料表面平整度, 也就是表面起伏的峰谷差。而表面粗糙度(S_q)的定义为: 用规定面积内材料表面与基准面(各表面点到基准面距离的算术平均值为零)之间距离的标准均方差(RMS)来度量, 粗糙度、平整度的测量与测量区域的大小相关。碲镉汞材料表面粗糙度、平整度直接影响器件表面漏电流和光学信号的传输特性。因而碲镉汞外延薄膜表面粗糙度、平整度是

衡量外延材料质量的一个重要参数。实验中材料表面粗糙度、平整度用白光干涉仪测量, 测量面积为 $0.5\text{ mm} \times 0.5\text{ mm}$, 测量精度 1 nm 。

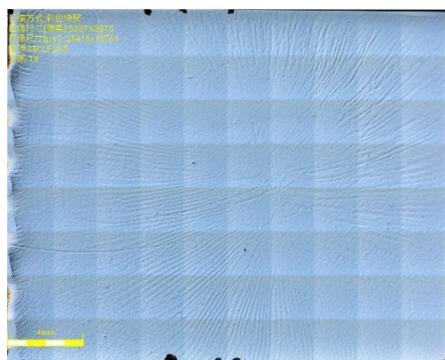
如图3所示为碲镉汞液相外延薄膜CMP前后白光干涉3D对比图, 图3(a)、(c)、(e)为化抛前薄膜表面3D图, CMP前薄膜材料表面分别表现为竖纹、花纹和斜纹, 图3(b)、(d)、(f)为化抛后材料表面3D图。为了准确测量CMP前后碲镉汞薄膜平整度、粗糙度的变化, 采用坐标法准确定位, 确保CMP前后测试的是同一位置, 实验中每一样品测试上、下、左、右、中间5个点, 测试完成后取5个点平均值为样品的平整度(S_z)及粗糙度值(S_q)。



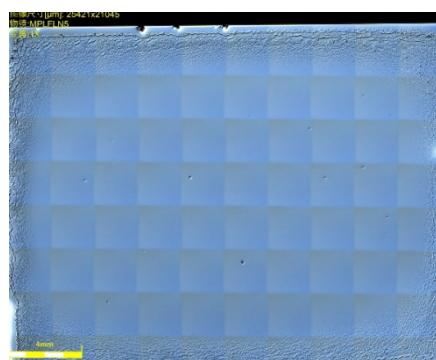
(a) 表面竖纹 (a) Vertical grain



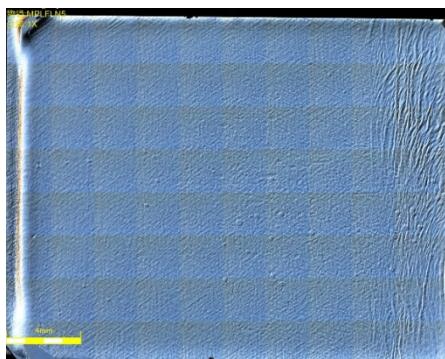
(b) 表面竖纹 CMP 后 (b) Vertical grain(after CMP)



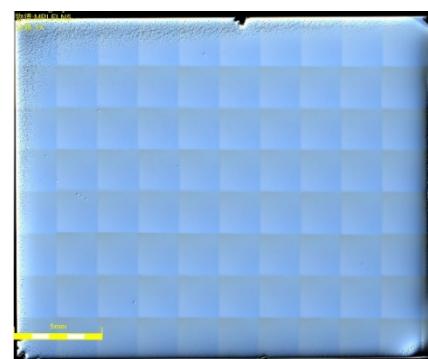
(c) 表面花纹 (c) Pattern



(d) 表面花纹 CMP 后 (d) Pattern (after CMP)



(e) 表面斜纹 (e) Diagonal grain



(f) 表面斜纹 CMP 后 (f) Diagonal grain(after CMP)

图1 液相外延碲镉汞薄膜CMP前后表面形貌对比(a), (c), (e)为CMP前表面形貌, (b), (d), (f)为CMP后表面形貌

Fig.1 Surface morphology of LPE MCT film, image of 3D measuring laser microscope (a), (c), (e) before CMP and (b), (d), (f) after CMP

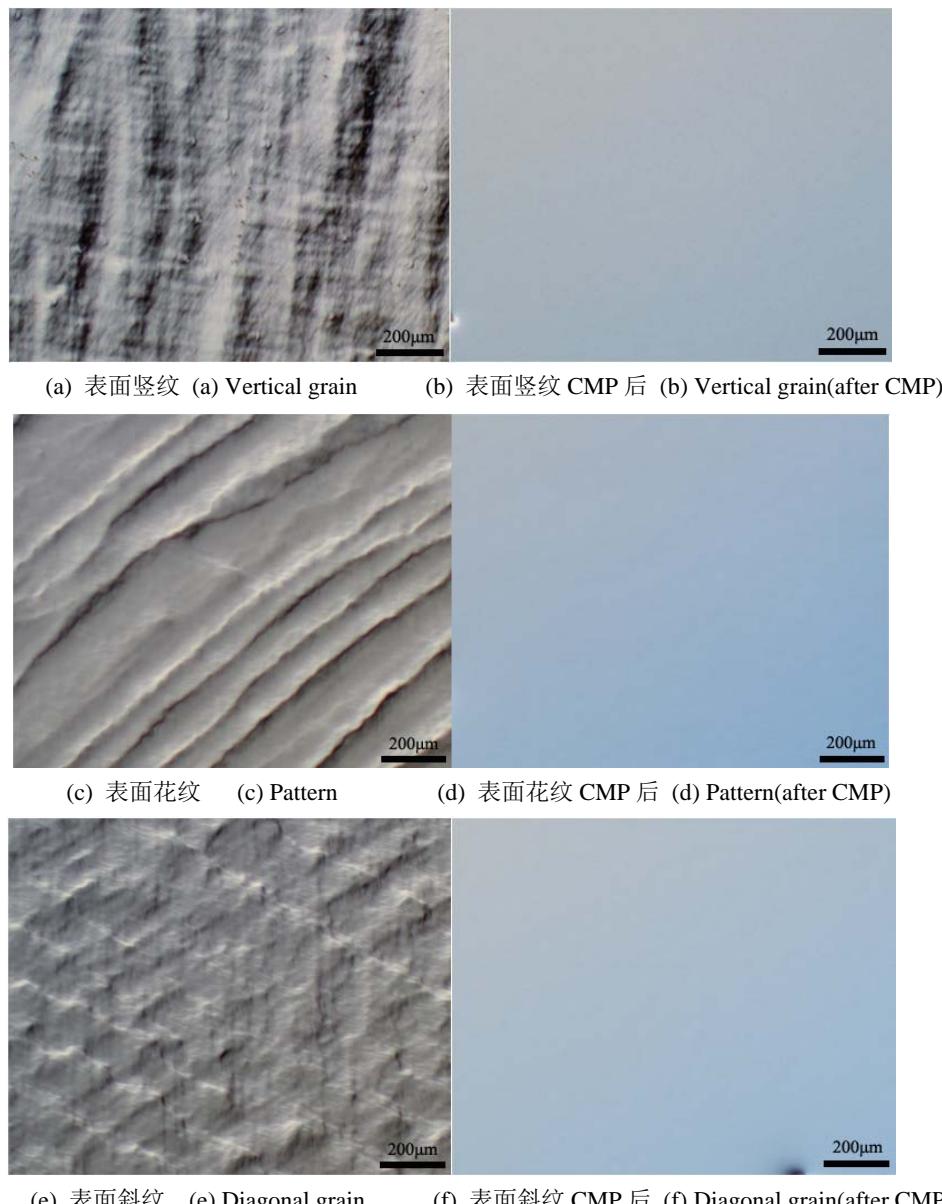


图2 液相外延碲镉汞薄膜 CMP 前后局部光学形貌对比图(a), (c), (e)为 CMP 前表面形貌, (b), (d), (f)为 CMP 后表面形貌

Fig.2 Surface micro-morphology of LPE MCT film, image of microscope(a), (c), (e) before CMP and(b), (d), (f) after CMP

如表1所示为碲镉汞液相外延薄膜CMP前后表面粗糙度、平整度变化对比,由表1可知,3片外延薄膜的表面平整度值由550.123 nm、193.33 nm、267.40 nm分别减小至21.74 nm、18.38 nm、18.85 nm,表面粗糙度值由97.83 nm、35.61 nm、39.72 nm分别减小至3.67

nm、3.28 nm、3.31 nm。CMP工艺去除了薄膜表面的竖纹、花纹、斜纹等宏观及微观缺陷,明显改善了碲镉汞薄膜表面粗糙度及平整度,使外延材料的表面如镜面一样,对改善器件表面漏电流和光学信号的传输特性有着重要作用。

表1 液相外延碲镉汞薄膜化学机械抛光前后表面粗糙度、平整度

Table 1 Surface roughness and flatness results of MCT films as-grown and after CMP

Sample number	before CMP		after CMP	
	Sz/nm	Sq/nm	Sz/nm	Sq/nm
MCT 01#	550.12	97.83	21.74	3.67
MCT 02#	193.22	35.61	18.38	3.28
MCT 03#	267.40	39.72	18.85	3.31

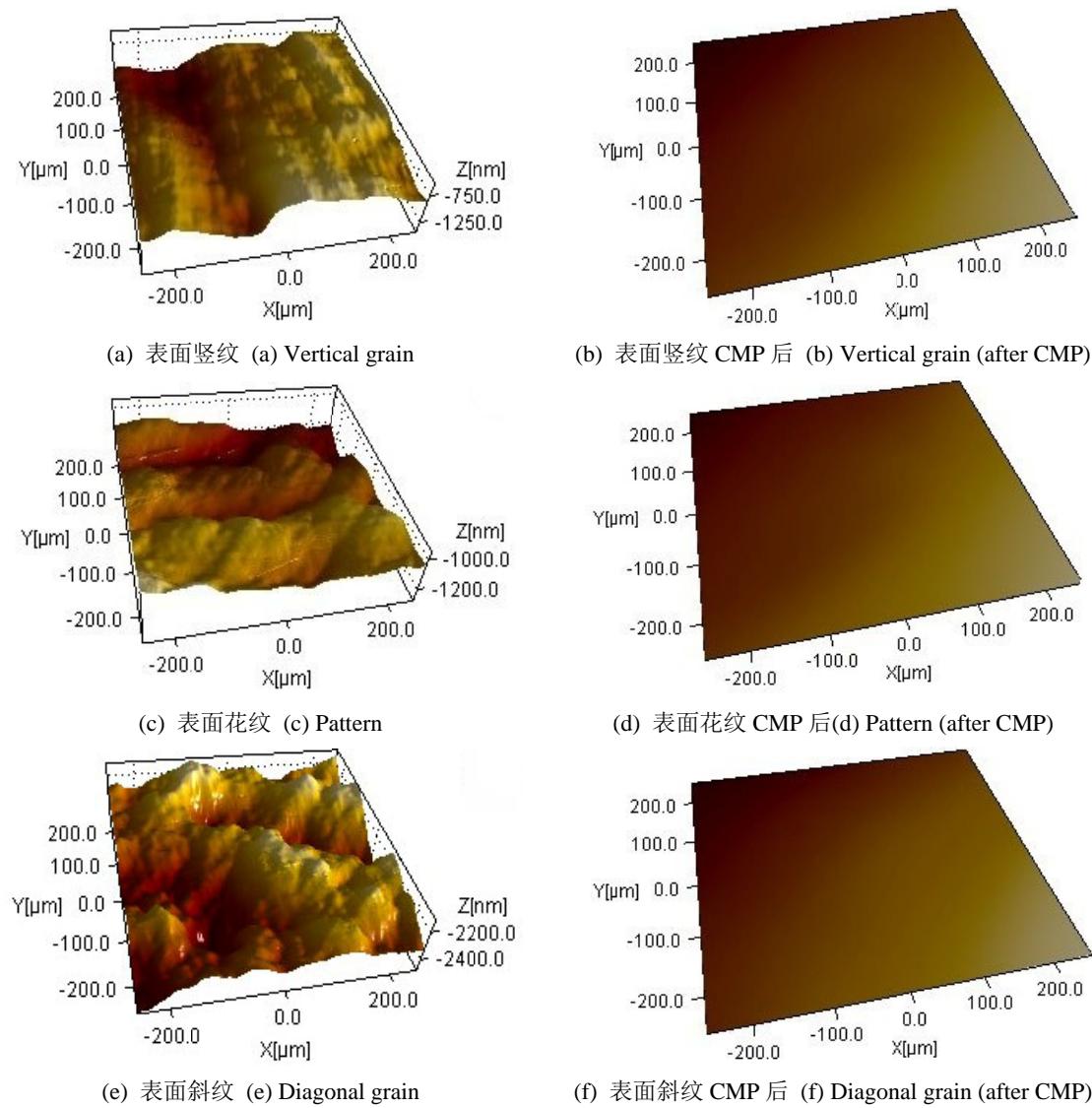


图3 化学机械抛光前后碲镉汞薄膜表面白光干涉3D对比图

Fig.3 Surface of LPE MCT film characterized by WLI, image of WLI (a), (c), (e) before CMP and (b), (d), (f) after CMP

2.3 焦平面器件性能

如图4所示为采用CMP处理的碲镉汞材料制备的长波器件I-V测试结果。可以看出，探测器反向电压到0.4V时，电流也没有明显增大，有较好的pn结性能，说明在CMP过程中，碲镉汞液相外延材料表面的损伤层控制到了可接受的范围。图5所示为CMP后的材料与未CMP材料经碲镉汞长波标准器件工艺后制备的256×256盲元分布图，由图5(b)可知，材料经CMP后器件盲元图中没有扎堆盲元、划痕等缺陷，盲元数为165个，且盲元均匀分布，说明CMP工艺在改善薄膜表面平整度时，未引入其他可能导致器件盲元的缺陷。更重要的是材料经CMP后制备的器件与材料未经CMP制备的器件相比，不仅盲元数明显减少，而且响应率不均匀性由5.5%减小到3.9%，噪声从0.352 mV降低到0.328 mV，器件性能

达到较好长波器件水平。

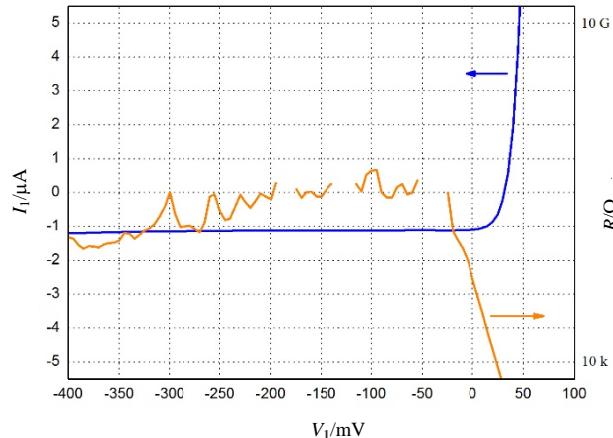
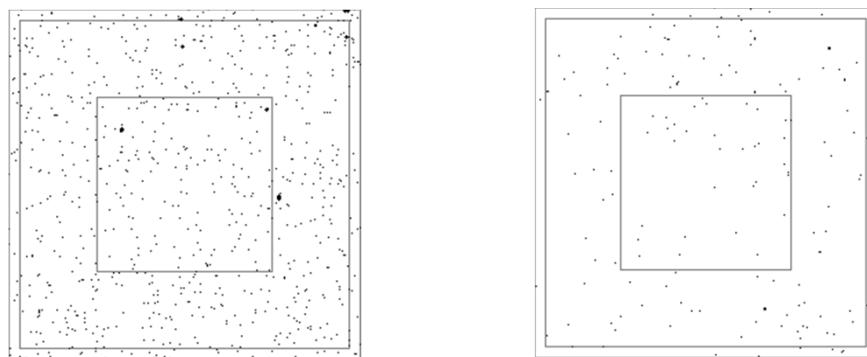


图4 碲镉汞薄膜化学机械抛光后器件I-V曲线

Fig.4 I-V curve of IR device fabricated with LPE MCT film processed by CMP



(a) 未经 CMP (a) Processed without CMP (b) CMP 之后 (b) Processed after CMP

图5 未经 CMP 与经 CMP 后长波器件盲元对比图

Fig.5 Bad pixels pattern of LW IR FPA fabricated with LPE MCT film

3 结语

针对碲镉汞液相外延薄膜表面固有缺陷问题，采用化学机械抛光(CMP)方法对碲镉汞外延薄膜进行表面抛光平坦化，去除材料表面的竖纹、花纹、斜纹等宏观缺陷。0.5 mm×0.5 mm 范围内薄膜表面粗糙度值降低到4 nm 以下，平整度值降低到20 nm 以下，明显改善了外延薄膜的表面平整度及粗糙度，提高了碲镉汞液相外延材料表面质量。采用 CMP 工艺后的材料制备的 256×256 长波红外焦平面器件达到较好水平。值得注意的是尽管 CMP 对材料损伤较小，但表面损伤依然存在，如何降低甚至完全消除材料的磨抛损伤，值得展开进一步研究。

参考文献：

- [1] Lawson W D, Nielson S, Putley E H, et al. Preparation and properties of HgTe and mixed crystals of HgTe-CdTe[J]. *J. Phys. Chem. Solids.*, 1959(9): 325-329.
- [2] 吴军, 毛旭峰, 万志远, 等. 液相外延碲镉汞材料组分均匀性改善[J]. 红外技术, 2014, 36(12): 973-975.
WU Jun, MAO Xufeng, WANG Zhiyuan, et al. Improvement of compositional uniformity of HgCdTe grown by LPE[J]. *Infrared Technology*, 2014, 36(12): 973-975.
- [3] Rubaldo L, Taalat R, Berthoz J, et al. Latest improvements on long wave p on n HgCdTe technology at Sofradir [C]//Proc. of SPIE, 2017, 10177: 101771E.
- [4] 杨建荣. 碲镉汞材料物理与技术[M]. 北京: 国防工业出版社, 2012.
YANG Jianrong. *Physics and Technology of HgCdTe Materials*[M]. Beijing: National Defense Industry Press, 2012.
- [5] Irwan R, HUANG H, ZHENG H Y, et al. Mechanical properties and material removal characteristics of soft-brITTLE HgCdTe single crystals[J]. *Materials Science & Engineering A*, 2013, 559: 480-485.
- [6] ZHANG Z Z, SONG Y X, XU C G, et al. A novel model for undeformed nanometer chips of soft-brITTLE HgCdTe films induced by ultrafine diamond grits[J]. *Scripta Materialia*, 2012, 67: 197-200.
- [7] YAN L, JIE W Q, HANG G, et al. A new high-efficiency and low-damage polishing process of HgCdTe wafer[J]. *Materials and Manufacturing Processes*, 2012, 27: 229-232.
- [8] ZHANG L Y, QIAO H, XU J T, et al. Study of polishing of HgCdTe wafers[C]//Proc. of SPIE, 2011, 8193: 81933T.
- [9] 李春领, 王春红, 秦艳红. 碲镉汞材料双面平坦化工艺研究[J]. 激光与红外, 2017, 47(8): 992-995.
LI Chunling, WANG Chunhong, QIN Yanhong. Study on double surface flattening process of HgCdTe material[J]. *Laser & Infrared*, 2017, 47(8): 992-995.
- [10] 李春领, 何铁生, 候晓敏, 等. 化合物半导体材料碲镉汞表面平坦化方法研究[J]. 激光与红外, 2012, 42(7): 778-780.
LI Chunling, HE Tiesheng, QIN Yanhong, et al. Surface-flattening method research of compound semiconductor HgCdTe material[J]. *Laser & Infrared*, 2012, 42(7): 778-780.
- [11] 兰添翼. 碲镉汞表面处理工艺研究[D]. 上海: 中国科学院上海技术物理研究所, 2015.
LAN Tianyi. Surface Treatment Research on HgCdTe[D]. Shanghai: Shanghai Institute of Technical Physics, 2015.
- [12] 张梅, 黄晖. 碲锌镉晶片的机械化学磨抛分析[J]. 红外技术, 2008, 30(2): 111-113.
ZHANG Mei, HUANG Hui. The analysis of cadmium zinc telluride wafers by mechanical chemical polishing[J]. *Infrared Technology*, 2008, 30(2): 111-113.
- [13] Pelenc D, Merlin J, Etcheberry A, et al. Development of a method for chemical-mechanical preparation of the surface of CdZnTe substrates for HgCdTe-based infrared focal-plane arrays[J]. *Journal of Electronic Materials*, 2014, 43(8): 3004-3011.