

透射式 GaAs 阴极粘结工艺的 X 射线双晶衍射研究

闫金良 向世明

(西安应用光学研究所 西安 710100)

摘要 本文分析了透射式 GaAs 阴极粘结工艺中应力产生的根源和晶体中的应力对 X 射线双晶衍射峰的宽度和强度的影响。用 X 射线双晶衍射仪测量了阴极和玻璃热粘结工艺过程中的阴极材料外延层和衬底的双晶摇摆曲线。结果表明,透射式 GaAs 阴极热压粘结工艺带来明显的附加应力,外延层衍射半峰宽的展宽是由于热膨胀系数的差异导致阴极层非均匀应力引起的。

PACC: 7340L, 7960, 4270C

1 引言

自从 1965 年 Philips 公司的 Van Laar 和 Sheer 发明了负电子亲和势 (NEA) GaAs 新型光电发射材料以来^[1], 由于其在理论模型上的概念新颖及其具有高灵敏度、电子能量分布集中、角分布集中等优点, 引起了许多学者积极研究和开发 NEA GaAs 光电阴极。目前, 透射式 NEA GaAs 阴极组件制作工艺如下: 先用 MOCVD 技术在 GaAs 衬底上外延生长 GaAlAs/GaAs/GaAlAs 结构, 然后在顶层的 GaAlAs (钝化层) 上沉积 $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$ 钝化增透膜, 再将上面的 GaAlAs 和玻璃视窗粘结。分别用选择性腐蚀液去掉 GaAs 衬底和 GaAlAs 层, 得到 GaAs/GaAlAs/ $(\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4)$ /玻璃结构, 即阴极组件。阴极组件经表面清洁、铯氧激活形成负电子亲和势阴极。负电子亲和势光电阴极具有很高的光电灵敏度^[2], 如反射式高达 $3000\mu\text{A}/\text{m}$, 透射式高达 $2000\mu\text{A}/\text{m}$ 。

阴极材料与玻璃的热粘结是对最后阴极灵敏度影响较大的工艺。本文以双晶衍射为实验手段, 围绕应力问题对透射式 GaAs 阴极粘结工艺进行了研究, 并对粘结前后的热应力特性进行了分析。

2 阴极材料与玻璃粘结物理过程的分析

虽然 Corning 7056 玻璃的热膨胀系数 α_g 与 GaAs/GaAlAs 的热膨胀系数 α_c 非常接近,

但非完全相同 在高温 650 左右, Corning 7056 玻璃发生软化, 并在一定的压力下与 GaAs 结合为一体 当玻璃和半导体材料结合为一体后, 无论是升温还是降温, 由于 α_g 和 α_s 不同, 玻璃和半导体之间热胀冷缩的幅度必然存在着差异, 这种差异就是热应力的根源 严格来说, α_g 和 α_s 都是温度的函数, 特别是在粘结的温度变化范围内, α_g 随温度的变化更大 玻璃在软化前, α_g 存在着一个从较低值向较高值转换的过渡区(约几十度的温度范围), 并且玻璃的行为也复杂得难以完全用一定的 α_g 来描述^[3], 半导体材料中应力的性质主要就由这个过渡区决定

另外, 由于玻璃和半导体材料之间存在滞弹性的差别^[4], 如果两者在高温下粘结后降温过快, 两者之间存在很大的瞬态应力 当这种瞬态应力大到超过半导体材料的弹性极限时, 材料中的弹性应变就会转变为不可恢复的塑性形变, 产生位错, 形成应力

3 晶体中的应力对 X 射线双晶衍射峰的宽度和强度的影响

任何实际的晶体材料都不是完美的, 特别是在经过各种加工处理后, 晶体中的原子将偏离理想位置而产生各种各样的应力 晶体中的应力可以分为三类

晶体 X 射线衍射的半峰宽和强度是与晶体中的应力情况密切相关的两个重要参量 对第一类应力或宏观残余应力来说, 由于原子排列的周期性没有受到破坏, 它对衍射的半峰宽和强度基本没有影响, 只是引起衍射峰位移 在第二类应力或微观残余应力的情况下, 由于应力的不均匀性, 不同的应力区的衍射峰位略有不同, 合成叠加的结果是使总的衍射半峰宽展宽; 在原子排列的周期性没有被破坏的情况下, 第二类应力对衍射的积分强度没有影响 第三类应力使得晶体原子排列的周期性遭到破坏, 引起衍射强度的下降

4 实验

利用上海冶金所研制的 X 射线双晶衍射仪测量透射式 GaAs 阴极与玻璃的粘结工艺动力学衍射理论预言^[5], 近完整晶体的双晶衍射摇摆曲线半峰宽一般在 10 左右, 因而具有极好的角分辨率, 特别适合微小应变的研究 实验中使用的阴极材料为 GaAs(保护层)/GaAs(钝化层)/GaAs(阴极层)/GaAs(腐蚀阻挡层)/GaAs(衬底)多层结构 GaAs 保护层很薄, 约 0.3 μm , GaAs 钝化层约 2 μm , GaAs 阴极层约 2 μm , GaAs 腐蚀阻挡层约 1.5 μm . X 射线采用 CuK α 辐射, $\lambda=0.154056\text{nm}$, 光斑大小为 0.2 \times 1mm², 双晶排列采取 (n, -n) 形式 外延材料表面为 (100), 衍射晶面为 GaAs 和 GaAs 的 (400) 面

5 X 射线双晶衍射实验结果和分析

5.1 阴极材料与玻璃粘结前的双晶衍射实验结果和分析

图 1(a) 和 (b) 分别为 GaAs/GaAs 阴极材料外延层和衬底的双晶摇摆曲线 图 1(a) 中的两个峰分别代表 GaAs 和 GaAs 衍射峰(因为 GaAs 的布喇格角小于 GaAs 的布喇格角, 所以左边的峰是 GaAs 的衍射, 右边的峰是 GaAs 的衍射); $\Delta\theta=207.2^\circ$, GaAs 和 GaAs 衍射峰的半峰宽都约为 20 左右 图 1(b) 中的单峰是 GaAs 的衍射峰, 因为衬底很

厚(约 400 μm), 没有 GaAs 的衍射峰

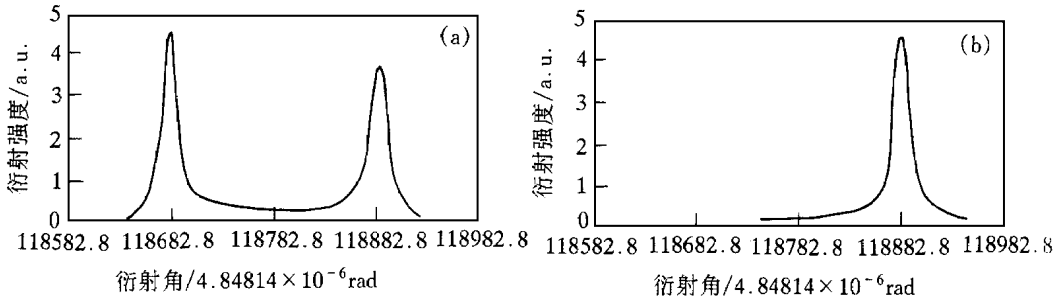


图 1 阴极材料外延层(a)和衬底(b)的双晶摇摆曲线

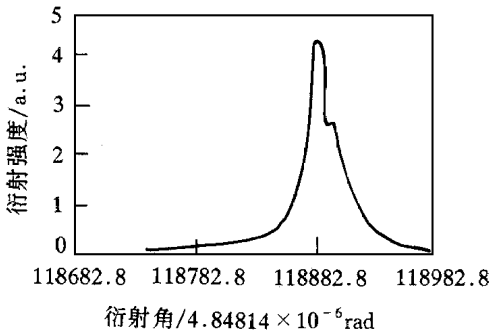


图 2 保护层腐蚀后阴极材料与玻璃粘结前衬底的双晶摇摆曲线

阴极材料在与玻璃粘结前要将 GaAs 保护层腐蚀掉, 在 GaAs 钝化层上沉积 $\text{SiO}_2/\text{SiN}_4$ 钝化增透膜, 这不可避免地要腐蚀衬底表面 图 2 是 GaAs 保护层腐蚀后阴极材料与玻璃粘结前衬底的双晶摇摆曲线 同腐蚀前相比, 衬底的衍射主峰旁出现了一个小峰, 衍射半峰宽稍有加宽, 表明腐蚀工艺对双晶摇摆曲线影响较小

5.2 阴极材料与玻璃粘结后衬底面的双晶衍射实验结果和分析

图 3 (a)和 (b)是阴极材料与玻璃粘结后衬底面抛光前后的双晶摇摆曲线 从图中可以看出, 同阴极材料与玻璃粘结前相比, 衬底的衍射半峰宽展宽, 机械抛光后双晶摇摆曲线的伴峰消失但衍射本底增强, 表明抛光对衬底表面造成了损伤

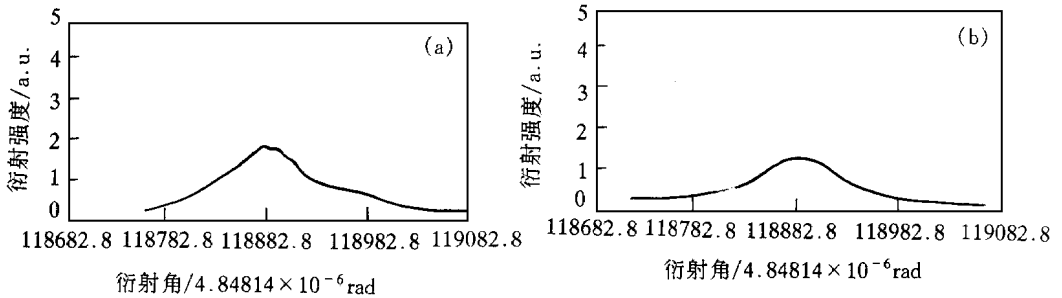


图 3 阴极材料与玻璃粘结后衬底抛光前(a)后(b)的双晶摇摆曲线

为了研究退火工艺对组件的影响, 分别测量了组件退火前后阴极材料未抛光的衬底面的双晶摇摆曲线, 如图 4 所示 再一次看到, 由于表面的粗糙性的影响, 衍射的峰形很不规整, 并且峰形几乎没有重复性 但从衍射的强度和宽度来看, 退火对衬底几乎没有影响

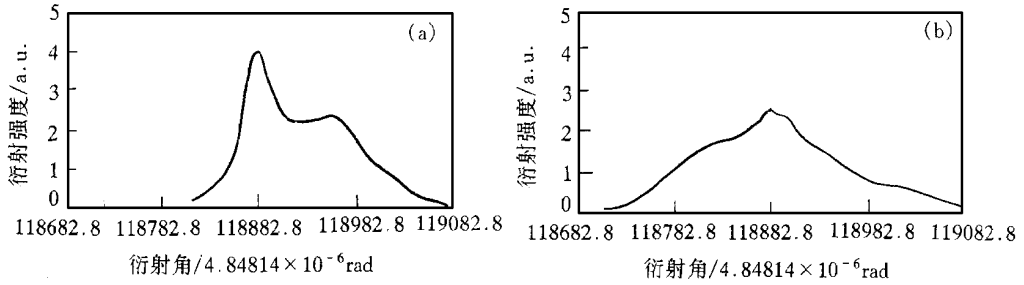


图 4 组件退火前(a)后(b)的双晶摇摆曲线

5.3 阴极材料与玻璃粘结后外延层的双晶衍射实验结果和分析

图 5 是将衬底 GaAs 和 GaAlAs 阻挡层腐蚀去掉后测得的外延层的双晶摇摆曲线, 其衍射的强度和宽度与腐蚀掉的衬底的衍射强度和宽度相当, 与未粘结的材料相比, 衍射的积分强度略低, 但衍射的半峰宽大大展宽(在 100 左右). 由前面分析可知, 腐蚀工艺对双晶摇摆曲线影响较小. SiO_2/Si_3N_4 钝化增透膜能阻止玻璃中的有害元素进入 GaAlAs 层, 并且确保 GaAlAs 层在与玻璃热粘结时不分解. 7056 玻璃是非晶态(近程有序, 远程无序), 其双晶衍射(漫散射衍射)摇摆曲线在 $\theta = 11.5$ 附近峰呈现出非常宽幅的晕(图 6), 在 $\theta = 17$ 时, 曲线呈直线; 而 GaAs 和 GaAlAs 双晶衍射摇摆曲线峰在 $\theta = 33$ 附近. 玻璃的非晶态性增强衍射本底, 但对外延层的双晶摇摆曲线的半峰宽影响很小. 玻璃和半导体材料在高温下粘结为一体后, 随着温度降低, 由于膨胀系数的差异, 玻璃和半导体之间冷缩幅度存在差异, 从而引起了阴极层应力的不均匀. 由此可见, 外延层衍射半峰宽的展宽是由于热膨胀系数的差异导致阴极层非均匀应力引起的. 虽然没有对组件退火后外延层进行双晶测试, 但可以预见退火对结果不会有明显的影响. 退火可以消除温度不均匀引起的应力, 但对热膨胀系数差异导致的非均匀应力无能为力.

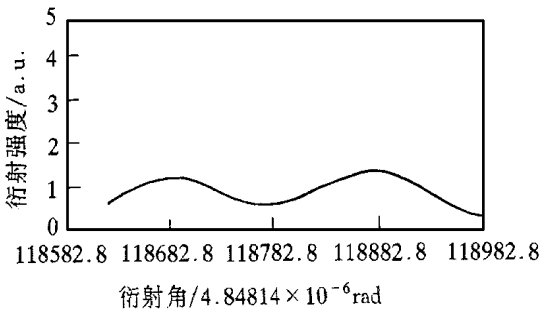


图 5 衬底腐蚀后在玻璃上的外延层的双晶摇摆曲线

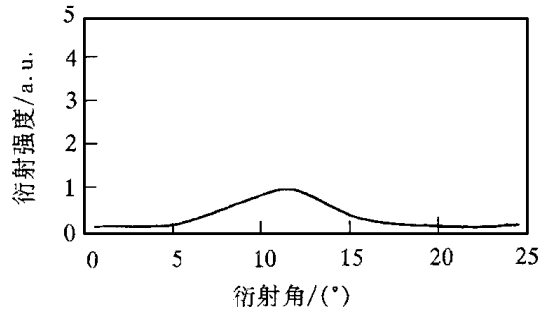


图 6 7056 玻璃的双晶摇摆曲线

6 结论

从以上的实验结果和分析, 得到如下的结论. 在透射式 GaAs 阴极热粘结工艺中, 外延层双晶衍射半峰宽的展宽是由于 7056 玻璃和 GaAs/GaAlAs 的热膨胀系数的差异导致的.

非均匀应力引起的双晶衍射的摇摆曲线从衍射的半峰宽和强度两个方面十分灵敏地反映了热粘结工艺对外延层质量的影响,在阴极的制作工艺中是一种重要的检测手段。双晶衍射得到的结果只能是定性的,较窄的衍射半峰宽和较高的衍射强度对应较好的晶体质量以及较大的电子扩散长度 L 。衍射半峰宽和强度与 L 的定量关系,有待进一步的研究。

参 考 文 献

- [1] J. J. Scheer and J. Van Laar, *Solid State Commun.*, 1965, **3**(1): 189~ 193.
- [2] 刘元震, 王仲春, 董亚强, 电子发射与光电阴极, 北京: 北京理工大学出版社, 1995: 308~ 309.
- [3] S. A. Botnev, *Sov. J. Commun. Technol. Electron.*, 1988, **33**(5): 101~ 107.
- [4] 游恩溥, 玻璃的物理性质, 北京: 轻工业出版社, 1985: 146~ 147.
- [5] J. R. Patel, *Acta Met.*, 1962, **10**(4): 759~ 76.

Studies of Glass-Bonded GaAs Transmission Photocathode by Double Crystal X-Ray Diffraction

Yan Jinliang, Xiang Shiming

(Xi'an Institute of Applied Optics, Xi'an 710100)

Received 20 June 1997, revised manuscript received 25 September 1997

Abstract This paper analyzes the sources of stresses caused by thermal bonding of GaAs transmission photocathode to glass and the influences of crystal stresses on the FWHM and intensity of double crystal X-ray diffraction peaks. The rocking curves of photocathode epitaxial materials and substrates are measured in various steps of the bonding process. The experimental results show that evident extra strain is produced in the thermal bonding of GaAs transmission photocathode to glass, the widening effect is inherent to the non-uniform stresses caused by the difference of thermal expansion coefficients between epitaxial material and glass.

PACC: 7340L, 7960, 4270C