

# Обработка поверхности заготовок для изготовления CdZnTe-детекторов

© О.А. Федоренко, Н.Г. Дубина, В.А. Христьян<sup>¶</sup>, И.С. Терзин

Научно-технологический комплекс „Институт монокристаллов“ Национальной академии наук Украины, 61001 Харьков, Украина

(Получена 19 января 2011 г. Принята к печати 26 января 2011 г.)

Методами измерения микротвердости и химического избирательного травления определена глубина нарушенного слоя, образующегося на поверхности кристаллов CdZnTe при их стандартной механической обработке. Определены скорости химического травления поверхности кристаллов CdZnTe в растворах брома в метаноле, различающихся концентрацией брома.

## 1. Введение

Полупроводниковый монокристаллический CdZnTe — материал, широко используемый для изготовления датчиков  $\gamma$ - и рентгеновского излучения. Спектрометрические и электрофизические характеристики детекторов, изготовленных из кристаллов CdZnTe, определяются качеством тонкого приповерхностного слоя. Наличие в этом слое дефектов является причиной возникновения токов утечки, электрических пробоев, снижения сроков службы приборов, влияет на качество контактов и стехиометрию поверхности. Поэтому проблема выбора оптимального технологического процесса обработки кристаллических заготовок, который обеспечивает получение гладкой поверхности с минимальным количеством дефектов в приповерхностном слое, является актуальной.

## 2. Исследование нарушенного приповерхностного слоя

Глубина и структура нарушенного слоя, образующегося в результате механической обработки, зависит как от упругих и пластических свойств самого обрабатываемого материала, так и от режимов его механической обработки. Обычно процесс механической обработки включает в себя несколько этапов — резку, шлифовку, механическую полировку. Каждый этап абразивной обработки вносит в приповерхностный слой структурные нарушения, а каждый этап последующей обработки приводит к уменьшению толщины нарушенного приповерхностного слоя. Для полного удаления структурных дефектов образцы химически полируют в специально подобранных составах. Цель химической полировки — получение поверхности с минимальной высотой микронеровностей и минимальной глубиной нарушенного слоя.

В данной работе исследовалась толщина нарушенного слоя, полученного после этапов резки и финишной механической полировки образцов CdZnTe, проводимых по

стандартным методикам. Оценку толщины образующихся при этом нарушенных слоев проводили методами химического избирательного травления и микротвердости.

## 3. Метод химического травления

Для определения толщины дефектного слоя образец раскалывали вдоль плоскости спайности, перпендикулярной обработанной поверхности, затем скол подвергали избирательному травлению. Полученную картину наблюдали в оптическом микроскопе. Микроструктура сколов после различных видов механической обработки образцов CdZnTe представлена на рис. 1.

Установлено, что в результате резки нарушенный приповерхностный слой неоднороден по толщине, которая не превышает 70 мкм. Высота рельефа при этом не более 5 мкм.

В случае механической полировки образца толщина нарушенного слоя в нем составляет не более 15 мкм.

## 4. Метод микротвердости

Оценку глубины нарушенного приповерхностного слоя методом микротвердости проводили по методике, предложенной в [1]. Известно, что микротвердость ( $H$ ) является чувствительной характеристикой структурного состояния поверхности образца. Метод основан на сравнении зависимостей величины  $H$  от глубины отпечатка ( $h$ ) индентора (при разных значениях нагрузок на него), полученных на механически обработанной поверхности и на той же поверхности после химической полировки, обеспечивающей полное удаление нарушенного приповерхностного слоя. Толщиной нарушенного приповерхностного слоя считают ту глубину отпечатка, выше которой значения микротвердости совпадают. Этот метод дает возможность исследовать дефектные слои на неориентированных плоскостях, поскольку измерения проводят на одной и той же поверхности, но по-разному обработанной.

Измерения величины  $H$  проводили на микротвердометре ПМТ-3 по стандартной методике, индентором

<sup>¶</sup> E-mail: khristyan@isc.kharkov.ua

служила алмазная пирамида Виккерса с углом при вершине  $136^\circ$ , интервал нагрузок составлял 0.0049–1.96 Н. Глубину проникновения индентора вычисляли по формуле

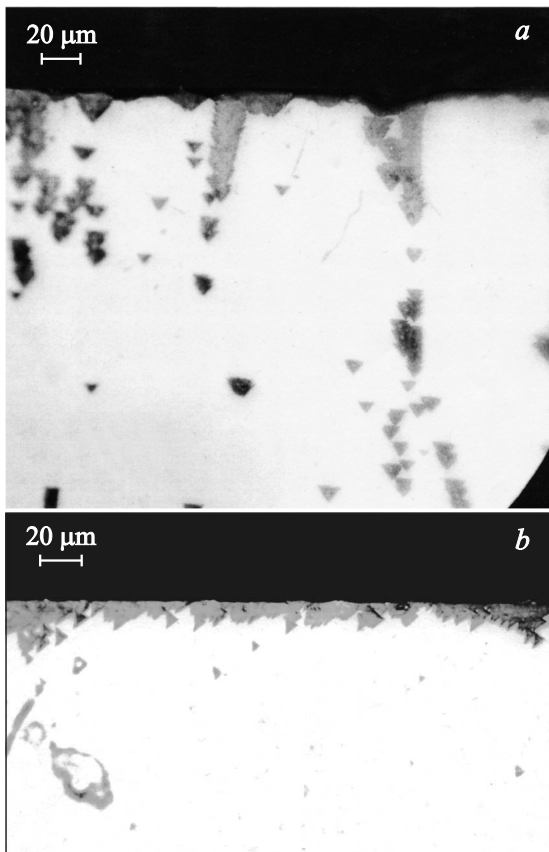
$$h = d/7, \quad (1)$$

где  $d$  — диагональ отпечатка [2].

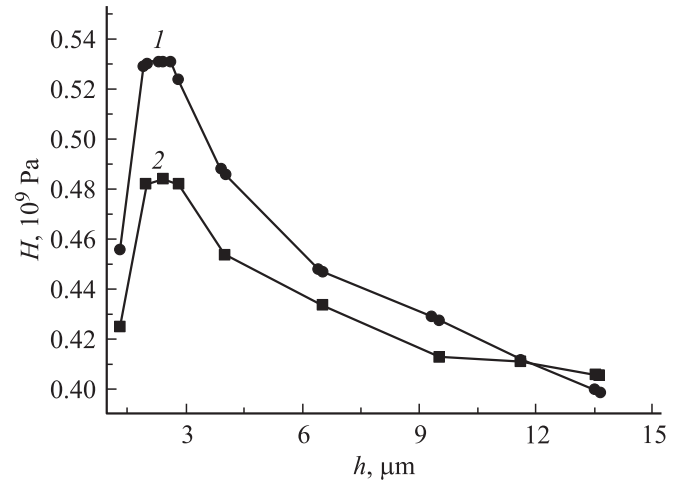
Нарушенный приповерхностный слой снимали химической полировкой, в качестве травителя использовали раствор  $E$  [3] или раствор  $Br_2$  в метаноле. Толщину снятого слоя контролировали с помощью оптиметра.

Исследования проводили на нескольких механически отполированных образцах, различающихся между собой концентрацией цинка. На рис. 2 приведены зависимости величины  $H = f(h)$  на одном из образцов CdZnTe, концентрация цинка в котором была близка к нулю.

Как следует из рисунка, толщина нарушенного слоя, образовавшегося на поверхности образца в данном случае, составляет 11–12 мкм. Результаты, полученные на серии образцов, концентрация цинка в которых изменялась от 0 до 8.3 ат%, показали, что толщина нарушенного слоя, определенная методом микротвердости, составляет 5–12 мкм. Различие в значениях толщины нарушенного слоя для разных образцов, вероятно, связано с различной концентрацией цинка в образцах.



**Рис. 1.** Микроструктура сколов образца CdZnTe, перпендикулярного поверхности разреза (а) и механически отполированной поверхности (б).



**Рис. 2.** Зависимость микротвердости от глубины отпечатка индентора на кристаллах CdZnTe: 1 — механически отполированная поверхность; 2 — химически отполированная поверхность.

Так, значения  $H$  на плоскости скола для концентраций Zn 0 и 8.3 ат% составляют соответственно 0.41 и 0.82 ГПа, т.е. различаются в 2 раза. В образцах, имеющих большую твердость, образуется более тонкий нарушенный слой.

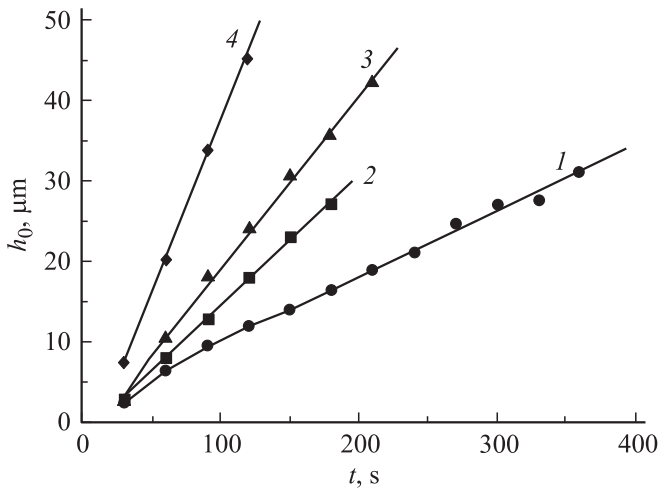
Заметим, что значения, полученные методом микротвердости, того же порядка, что и полученные методом избирательного химического травления.

## 5. Удаление нарушенного приповерхностного слоя в заготовках CdZnTe

Для удаления поверхностных дефектов, образующихся в результате механической обработки, поверхность химически полируют. Как известно [4], эффективными полирующими травителями для CdZnTe являются спиртовые растворы брома (в метаноле, бутаноле, этаноле) в интервале концентраций 0.5–15.0 об%  $Br_2$ . Эти травители обладают хорошим полирующим эффектом, позволяющим получить зеркально гладкие поверхности с минимальной высотой микронеровностей.

Для удаления поверхностных дефектов нами использовались растворы  $Br_2$  в метаноле различной концентрации (2, 4, 5 и 10 об%). Была определена скорость травления механически полированной поверхности образца CdZnTe в данных растворах. Травление проводили при комнатной температуре.

На рис. 3 приведены зависимости толщины снятого слоя  $h_0$  от времени травления  $t$ , полученные на произвольно выбранных образцах, протравленных в растворах, имеющих различную концентрацию  $Br_2$ . Из полученных результатов следует, что скорость растворения поверхности зависит от концентрации в растворе брома:



**Рис. 3.** Зависимость толщины снятого слоя ( $h_0$ ) от времени травления ( $t$ ) в растворах брома в метаноле различной концентрации для механически отполированной поверхности образца CdZnTe. Концентрация брома в растворе, %: 1 — 2, 2 — 4, 3 — 5, 4 — 10.

чем выше концентрация, тем выше скорость травления. Между толщиной снятого слоя и временем травления наблюдается линейная зависимость, исключение составляет зависимость для раствора с концентрацией брома 2%, для которого характерно несколько более интенсивное растворение на начальном этапе (0–90 с).

Следует учитывать, что при больших временах травления качество поверхности ухудшается, времена травления для растворов с концентрацией брома 2, 4, 5 и 10% при комнатной температуре не должны превышать 4,5, 3,3, 3 и 2 мин соответственно. Кроме того, травление в растворе брома в метаноле приводит к образованию на поверхности пленки Te [5], наличие которой может негативно сказаться на работе CdZnTe-детекторов.

Заметим, что скорости травления для различных образцов могут несколько различаться, что, возможно, связано с различной концентрацией цинка в образцах. Так, нами было проведено травление 15 образцов CdZnTe в 5%-м растворе брома в метаноле, и было установлено, что скорость травления от образца к образцу изменялась в пределах 9,8–18,5 мкм/мин. Средняя скорость травления составляла  $\sim 14$  мкм/мин.

Следует также иметь в виду, что травление надо проводить в свежем растворе. При повторном травлении в использованном растворе (если количество его невелико) скорость травления уменьшается.

Эти результаты были получены при травлении без перемешивания. Для выяснения влияния перемешивания на скорость травления проводили травление образцов CdZnTe в 5%-м растворе брома в метаноле при перемешивании. Полученные результаты показали, что перемешивание практически не оказывает влияния на скорость их травления.

В [6] было показано, что более высокое качество поверхности образцов CdZnTe по сравнению с травлением в растворе брома в метаноле можно получить при химической полировке, состоящей из двух стадий. На первой стадии образец травят в 5%-м растворе брома в метаноле, после чего проводят травление в 2%-м растворе брома в 20%-м растворе молочной кислоты в этиленгликоле. Полученные нами результаты показали, что скорость травления на второй стадии небольшая и не превышает 1,5 мкм/мин. В результате такого травления поверхность кристалла получается более гладкой.

## 6. Заключение

Методами микротвердости и химического избирательного травления определена величина нарушенного приповерхностного слоя, образующегося на поверхности кристаллов CdZnTe после стандартной механической обработки. Толщина такого слоя не превышает 15 мкм.

Определены скорости химического травления поверхности кристаллов CdZnTe в растворах брома в метаноле с различной концентрацией брома. Показано, что при увеличении концентрации брома скорость травления образцов возрастает.

## Список литературы

- [1] Ю.М. Литвинов, С.Л. Одинцов, Ф.Р. Хашимов. В сб.: *Электронная техника. Сер. Управление качеством и стандартизация* (1975) вып. 11 (41).
- [2] М.С. Кац, В.Р. Регель, Т.П. Сафирова, А.И. Слуцкер. В сб.: *Новое в области испытаний на микротвердость* (М., Наука, 1974) с. 58.
- [3] M. Inoue, I. Teramoto, S. Takayanagi. *J. Appl. Phys.*, **33**, 2578 (1962).
- [4] A.V. Rybka, S.A. Leonov, I.M. Prokhoretz, A.S. Abyzov, L.N. Davydov, V.E. Kutny, M.S. Rowland, C.F. Smith. *Nucl. Instrum. Meth. A*, **458**, 248 (2001).
- [5] A.A. Rouse, C. Szeles, J.-O. Ndap, S.A. Soldner, K.B. Parnham, D.J. Gaspar, M.H. Engelhard, S.V. Lea, C.V. Shutthanandan, T.S. Thevuthasan, D.R. Baer. *IEEE Trans. Nucl. Sci.*, **49**, 2005 (2002).
- [6] W. Linjun, S. Wenbin, S. Weimin, Q. Yongbiao, M. Jiahua, L. Dondhua, X. Yiben. *Nucl. Instrum. Meth. A*, **448**, 581 (2000).

Редактор Л.В. Шаронова

## Surface treatment of blanks for manufacture of CdZnTe detectors

*O.A. Fedorenko, N.G. Dubina, V.A. Khristyan, I.S. Terzin*

State Scientific Institution „Institute for Single Crystals“,  
National Academy of Sciences of Ukraine,  
61001 Kharkov, Ukraine

**Abstract** Methods of microhardness and chemical selective etching are used to determine the damaged surface layer formed on a CdZnTe crystal surface under standard mechanical processing. The rates of surface etching of CdZnTe crystals in solutions of bromine–methanol with different bromine concentrations are determined.