

分类号_____

密级_____

UDC _____

编号_____

中国科学院研究生院

博士学位论文

新型红外探测材料和结构研究

覃剑欢

指导教师 褚君浩 院士 黄志明 研究员

中国科学院上海技术物理研究所

申请学位级别 博士 学科专业名称 微电子学与固体电子学

论文提交日期 2009 年 4 月 论文答辩日期 2009 年 5 月

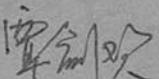
培养单位 中国科学院上海技术物理研究所

学位授予单位 中国科学院研究生院

答辩委员会主席 夏义本 教授

学位论文原创性声明

本人郑重声明：所呈交的学位论文，是本人在导师指导下，进行研究工作所取得的成果。除文中已经注明引用的内容外，本学位论文的研究成果不包含任何他人创作的、已公开发表或者没有公开发表的作品的内容。对本论文所涉及的研究工作做出贡献的其他个人和集体，均已在文中以明确方式标明。本学位论文原创性声明的法律责任由本人承担。

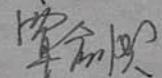
学位论文作者签名：

09年05月30日

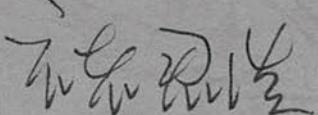
学位论文使用授权说明

本人同意：中国科学院上海技术物理研究所拥有保存学位论文的印刷本和电子版，并采用影印、缩印、扫描、数字化或其它手段保存论文；有权提供目录检索以及提供本学位论文全文或者部分的阅览服务；有权按规定向国家有关部门或者机构送交论文的复印件和电子版；在不以赢利为目的的前提下，有权复制论文的部分或全部内容用于学术活动。

经指导教师审核，本学位论文属于保密，密级为：公开。涉密论文在解密后，以上学位论文使用授权说明适用。

论文作者签名：

09年05月30日

指导教师签名：

09年05月30日

摘要

本文工作围绕新型红外探测材料和结构的相关机理及测试方法展开，在红外探测方面，研究了 MFMIS 新型红外探测结构和 InSbN 新型红外探测材料的相关物理机制；在测试方法方面，建立了基于差分电桥和相敏检测的电容电压（C-V）特性测试仪、基于 DSP 的双调制反射光谱仪和光电流测试仪三套测试系统，应用于新型红外探测材料和结构的参数测量和表征。

在单片式铁电薄膜红外焦平面阵列的集成工艺中，存在铁电薄膜晶化温度下读出电路的热失效问题，因而探索非接触的光读出方式成为目前器件研究中的一个重要方向。本文提出了一种以 MIS 结构为光读出部分，铁电薄膜为热灵敏元的 MFMIS 新型红外探测器结构。研究了 STO MIS 结构中 STO/Si 界面的电荷注入现象，发现在 STO/Si 中存在一层薄的界面层，导致绝缘层介电常数减小为 77，远低于 STO 体材料的介电常数 300。将界面层近似为 SiO_2 ，估算了界面层厚度约为 2.6 nm，电子注入阈值电场约为 5.5 MV/cm。基于等离子激元模型分析了 MIS 结构的绝对反射率随外加偏压的变化规律，基于低场下三次微分 ER 分析了 MIS 结构调制反射强度随外加偏压的变化规律。实验结果表明，MIS 结构的绝对反射和调制反射强度随外加偏压增大而增大，最灵敏变化区间位于 MIS 结构的强反型层电压区 0.6-0.8V。

$\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 是近年来倍受关注的新型红外探测材料。本文中研究的 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 样品通过向 InSb 衬底进行 N 离子注入形成。基于样品的 XRD 和 XPS 测量结果，分析和讨论了样品在不同退火条件下的晶体损伤恢复和 N 激活率变化，确定最优退火条件；基于 XPS 结果计算了各掺杂浓度下样品中 N 组分分布，发现 N 激活率随 N 掺杂浓度增大而减小；基于光电流实验系统对样品进行了光电流谱表征，测量结果与理论计算值相符，反映了 N 掺杂对 InSb 能带的调制作用；实验室制备了 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 二极管，进行了 I-V 特性和光电流谱测试，I-V 结果提示了较好的 P-N 结特性，光电流谱结果表明， $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 二极管探测特征响应波长与理论计算值一致。

建立了基于差分电桥和相敏检测的电容电压（C-V）特性测试仪，以锁相放大器 Model 7225 作为信号发生源和相敏检测核心。为实现测试自动化，设计了以 C51 单片机为核心的控制单元，通过 RS232 接口控制 Model 7225 进行参数设置和数据采集，通过 USB 接口完成系统与上位机的数据传输。该 C-V 测试仪应用于 MIS 结构的平带电压、表面势、反型层电压和 STO/Si 界面电荷注入研究中。

设计了一套双光路双调制反射光谱仪，在测试光路中引入斩波器调制提高调制反射测量中的信噪比。提出了一种新的级联双频率解调算法，并基于 TI TMS320C6701 DSP 芯片 和 Xilinx Spartan-3A XC3S400 FPGA 芯片实现级联双解调电路设计。该双调制反射光谱仪为偏压下 MIS 结构的绝对反射和调制反射研究提供了硬件基础。

搭建了一套光电流测试系统，可在低温条件下实现 2-12 μm 波长范围内光电流谱测试，应用于各 N 掺杂浓度的 InSbN 样品光电流测试中，为研究新型探测材料 InSbN 中 N 掺杂对 InSb 禁带宽度的调制作用提供了实验装置。

关键词： C-V，双调制反射，级联双解调，光读出，MIS，InSb_{1-x}N_x

字数： 约 45,000

作者： 覃剑欢

专业： 电子科学与技术 微电子学与固体电子学

导师： 褚君浩院士 黄志明研究员

Abstract

This work focuses on the novel infrared detecting material and structure. For the infrared detection, the novel infrared detecting structure "MFMIS" and material "InSbN" were studied; for the measurement methods, we set up three experimental systems to measure the performance parameters of novel infrared detecting material and structure: C-V testing instrument based on differential bridge and lock-in technique; dual-modulated reflectance spectrometer based on DSP; photocurrent experimental equipment.

During current process of monolithic ferroelectric-film infrared field plane array, there exists thermal failure of Si-based readout circuit at the crystallization temperature of ferroelectric thin film. Research on contactless optical readout is one of most important development orientations in the detecting devices. In this thesis, a new MFMIS-based infrared detecting structure was established, which took MIS structure as optical readout, and ferroelectric film as detecting part. The electron injection of the STO/Si interfacial layer was studied. The results indicate that there is an interfacial layer between STO and Si, which makes the dielectric constant of insulator layer much lower than the STO bulk material. Considering the interfacial layer as SiO_2 , we concluded the insulator depth is 2.6 nm and the onset electric field of electron injection is 5.5 MV/cm. Moreover, we analyzed the absolute reflectance and modulated reflectance of MIS structure at different gate voltages by using Plasmon Model and third-derivative ER Model, respectively. The experimental results reveals that both the absolute reflectance and modulated reflectance of MIS structure increase with the gate voltage, and the most sensitive change takes place in the range of strong inversion gate

voltage 0.6-0.8 V.

Recently, the novel infrared material $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ attracts much attention in the infrared material research. The samples $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ here were fabricated by the N ion implantation into InSb substrate. The recovery of crystal defect caused by ion implantation and N activation in different annealing conditions were discussed by XRD and XPS measurements. The optimum annealing condition was found out. The N component distribution in the samples of different implanting concentration was calculated with XPS results, which indicated N active rate decreases while the N implanting concentration increases. The photocurrent measurement results were consistent with the theoretic value. The $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ photo diodes were fabricated and measured for I-V character and photocurrent. I-V result gave a good description of P-N junction character. Photocurrent results manifested the characteristic responding wavelengths of $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ photo diodes matched well the simulated value.

The C-V testing instrument based on differential bridge and lock-in technique was developed. The Lock-in amplifier Model 7225 played the role of signal generator and phase sensitive detection. The C51 control unit was designed for automatic measurement, which carried out the parameters setup and data collection through RS232 interface. The data communication between instrument and PC was realized by USB interface. This C-V testing system was applied in the study of MIS flat-band voltage, surface potential, inversion voltage and STO/Si electron injection.

The dual-modulated reflectance spectrometer was built, which introduced a

Abstract

chopper modulation into the measurement optical path to improve the signal-noise-ratio (SNR). A new tandem demodulation algorithm was established and implemented by the TI TMS320C6701 DSP and Xilinx Spartan-3A XC3S400 FPGA chips. The dual-modulated reflectance spectrometer supported well the research on the reflectance of MIS structure at different gate voltages.

The photocurrent testing system was set up to measure the InSbN samples of different N implanting concentration, which can perform the photocurrent measurement in the wavelength range 2-12 μm at the low temperature.

Keywords: C-V, dual-modulated reflectance, tandem demodulation, optical readout, MIS, InSbN

Number of words: about 45,000

Author: Qin Jianhuan

Discipline: Microelectronics and solid state electronics

Director: Prof. Chu Junhao (Academician) and Prof. Huang Zhiming

目 录

摘要 i

Abstract iii

目录 vii

第1章 引言 1

 1.1 铁电探测器件 1

 1.1.1 铁电探测器工作原理 1

 1.1.2 铁电薄膜非制冷红外焦平面 2

 1.1.3 读出电路热失效问题 4

 1.2 新型红外探测器件结构 4

 1.3 远红外探测器 6

 1.4 新型红外探测材料 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 7

 1.5 调制光谱的发展和应用 8

 1.5.1 调制光谱技术 8

 1.5.2 调制反射光谱实验方法的进展 9

 1.6 本文研究内容 12

参考文献 14

第2章 应用于新型红外探测材料和结构研究的测试系统 19

 2.1 基于锁相技术的电容电压 (C-V) 特性测试仪 19

 2.1.1 半导体 C-V 特性 19

 2.1.2 C-V 测试原理 20

 2.1.3 硬件实现 22

 2.1.4 软件实现 26

 2.1.5 测试结果分析 30

 2.1.6 误差分析 33

 2.1.7 本节小结 34

2.2	双调制反射光谱仪	35
2.2.1	双调制反射光谱仪	35
2.2.2	级联双解调锁相放大器	40
2.2.3	性能分析	54
2.2.4	本节小结	57
2.3	光电流测试仪.....	58
2.3.1	实验装置	58
2.3.2	工作流程	59
	本章参考文献.....	60
第3章	基于 MFMIS 结构的新型红外探测结构研究	63
3.1	MFMIS 铁电探测器件结构	63
3.2	STO/Si 界面的电荷注入研究.....	64
3.2.1	STO/Si 界面层的形成.....	65
3.2.2	STO/Si 界面层电子注入现象.....	68
3.2.3	STO/Si 界面电子注入电场强度.....	70
3.3	外加偏压下 MIS 结构的反射率研究	72
3.3.1	直流偏压下的 MIS 反射率研究	74
3.3.2	MIS 结构的 ER 反射率研究	79
3.4	MFMIS 探测器的响应率分析	83
3.5	本章小结	85
	本章参考文献.....	86
第4章	新型红外探测材料 InSbN 研究	89
4.1	III-N-V 化合物理论分析	89
4.1.1	BAC 模型	89
4.1.2	Modified 10-band k.p 模型.....	89
4.1.3	InSbN 能带的理论计算	90
4.2	InSbN 的样品制备	91
4.3	实验装置	92
4.4	退火条件研究	93

4.4.1	XRD 研究	93
4.4.2	XPS 研究	97
4.5	InSb _{1-x} N _x 的 N 激活率和光电流	99
4.6	InSbN 二极管研究.....	102
4.6.1	InSbN 二极管的制备	102
4.6.2	I-V 特性研究	103
4.6.3	光电流测试.....	105
4.7	本章小结	106
	本章参考文献	107
	第 5 章 总结和展望.....	109
5.1	总结	109
5.2	展望	111
	博士期间发表文章:	113
	致 谢	115

第1章 引言

1.1 铁电探测器件

铁电探测器是一种基于铁电材料热释电效应的热敏型探测器。与其他热电型探测器不同，铁电探测器是响应于温度随时间的变化率而不是温度值本身，其工作过程不需要建立热平衡，只响应于斩波、脉冲或其他形式的调制辐射源，而不随时间变化的稳定背景辐射和非交流成分的环境噪声响应可以忽略^[1]。此外，铁电探测器还具有室温下工作频率及光谱响应宽、响应速度快、探测率较高、积分灵敏度极高等特点，广泛应用于各类（工业和空间技术等）辐射计、红外激光探测和热成像等领域^[2-4]。

1.1.1 铁电探测器工作原理

铁电探测器的响应元是由一片铁电晶体，在垂直于自发极化的上下表面渡上金属电极制成。若用调制频率为 f 的红外辐射照射铁电晶体，则晶体温度、自发极化强度以及由此引起的面束缚电荷密度均随 f 发生周期性变化。如果辐照周期 $1/f$ 远小于自由电荷中和束缚电荷所需时间，则在垂直于自发极化的两端面间产生交变开路电压。当铁电材料被短路时，产生的热释电电流为^[5]：

$$i_p = A \cdot p \cdot \frac{d\Delta T}{dt} \quad (1-1)$$

式中 A 为电极面积， p 为表征铁电材料热释电效应强弱的热释电系数：

$$p = \frac{dP_s}{dT} \quad (1-2)$$

若将铁电晶体两端电极与负载形成闭合回路，负载两端即产生交变的电压信号，铁电探测器就是利用这一原理而工作，如图 1-1 所示。

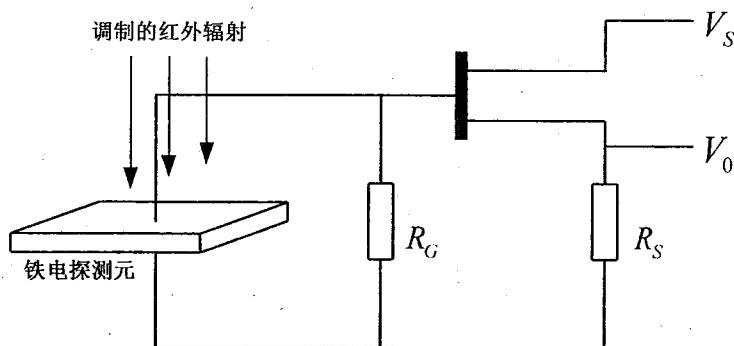


图 1-1 热释电探测器工作原理

热释电系数 p 是衡量铁电材料的温度敏感性的参数，它的大小直接决定红外探测器的灵敏度，考虑外加偏压时铁电材料的热释电系数 p 可以表达为^[6]：

$$p = -\frac{\partial D}{\partial T} = -\frac{dP_1}{dT} - \frac{\partial E}{\partial T}(\varepsilon + \frac{\partial P_2}{\partial E}) \quad (1-3)$$

式中， P_1 为本征自发极化， P_2 为电场诱导的极化强度， E 为铁电材料体内与温度有关的电场， ε 为铁电材料介电常数。由式（1-3）可知，铁电材料红外探测器有两种工作模式：第一种为无外加电场情况下，依靠自发极化变化的热释电工作模式，适用于居里温度远高于常温的铁电材料，其优点为材料经过高温极化后，常温下剩余极化较大，时间稳定性好，不会出现退极化现象，可用于单个大面积的热释电探测器^[7]；第二种模式称为介电热辐射测量计模式（bolometer），工作在外加偏压下，主要利用介电常数变化探测红外辐射，该模式针对居里温度在常温附近的材料，选择合适的外加偏压增大材料的热释电系数，提高材料的探测率优值，其优点在于较高的灵敏度，适用于探测器阵列和热成像系统中^[8]。

1.1.2 铁电薄膜非制冷红外焦平面

铁电薄膜是目前最受关注和广泛研究的热释电材料^[9-11]。铁电薄膜材料可以分为两大类，一类为含铅的，有 PT、PZT、PLT、PLZT、PCT、PLCT、PZFNT 和 PST 等，另一类是不含铅的，主要为 BST。

铁电薄膜具有一系列的重要性质，如高介电、铁电、压电、热释电和电光等

特性，可用于制作各种功能器件。基于优良的电光效应、声光效应和非线性光学效应等，铁电薄膜在光波导、光开关、光存储和光调制器等领域有着非常重要的应用^[12-14]。近年来，由于热释电探测器可在室温下工作、结构简单、价格低廉和可靠性高等优良性能，使用热释电性能优良的铁电薄膜来研制可在室温下工作的热释电非制冷红外焦平面阵列（简称热释电 UFPA）已成为热点。

从结构上看，红外焦平面阵列主要有单片式和混合式两种，如图 4-2。混合式焦平面阵列的探测器列阵和读出电路列阵分别用不同的材料制作，然后通过铟柱互连^[15]。这样可使探测器列阵和读出电路列阵分别测试以确保各自的性能，进而

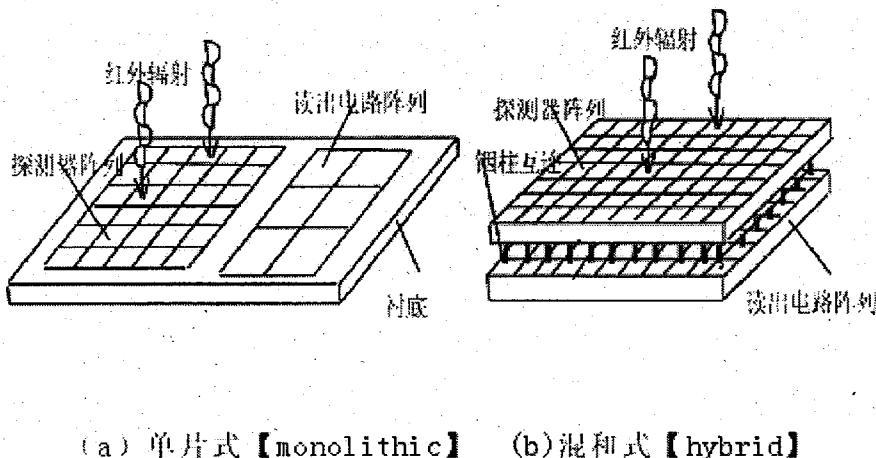


图 1-2. 红外焦平面结构示意图

保证互连后焦平面阵列的整体性能。单片式焦平面阵列是在读出电路上生长微桥作为光敏元材料支撑和热隔离结构^[16]。从 20 世纪 70 年代中期开始，美国 TI 公司（现并入 Raytheon 公司）就一直在发展混合式热释电红外探测阵列技术，随后 Loral 公司、Honeywell 公司、英国皇家信号与雷达设计院、GEC-马可尼材料技术公司（GMMT）等相继投入该技术的研制^[17-19]。目前采用 BST、PZT 和 PST 等铁电材料的混合式热释电 UFPA 已经应用于军事和民用领域。

尽管混合式热释电 UFPA 已形成产品并广泛使用，但热隔离差、加工过程复杂、成品率低、制备成本高等问题限制了其进一步的发展。引进 Si 集成电路工艺，将铁电薄膜材料直接沉积在制有读出电路的 Si 基片上，可形成铁电薄膜与 Si 基读出电路一体化的单片式热释电 UFPA。与热释电体材料（单晶和陶瓷）混合式 UFPA

相比，单片式 UFPA 具有以下优点^[20,21]：1) 灵敏元薄，体积比热小，灵敏度高；2) 响应速度快；3) 易于与半导体 IC 平面工艺兼容，能显著提高探测阵列集成度；4) 性价比更高。20 世纪 90 年代初期以来，美国 TI、日本松下和瑞士等研究机构已成功研制了基于 PT 薄膜、PLT 薄膜和 PZT 薄膜等铁电薄膜材料的单片式热释电 UFPA。经过近二十年的发展，采用微桥结构的单片式 UFPA 性能已达到第一代和第二代致冷焦平面列阵之间的水平^[22-24]。

1.1.3 读出电路热失效问题

单片式铁电薄膜 UFPA 的集成工艺中，采用硅基读出电路作为微桥的支撑衬底，即微桥和铁电材料的生长都是在读出电路设计完成之后。铁电薄膜需在高温下（约 650⁰C）下退火晶化才能保证良好的性能，这就要求读出电路需经受 650⁰C 的高温^[25]。而标准 CMOS 工艺中采用的铝互连线只能承受约 450⁰C，在铁电材料的晶化温度下，读出电路将失效，因此读出电路与铁电薄膜探测单元的集成成为铁电薄膜 UFPA 工艺设计的一个难题^[26]。

解决办法可以从铁电材料和读出电路两个途径进行考虑，一方面可以保证材料热释电性能的情况下，采用低温成膜工艺尽量降低铁电材料晶化退火温度^[27]，但由于受到材料物理极限的限制，目前铁电材料的退火温度可降低至 550⁰C，退火处理在几分钟之内完成，与 CMOS 工艺中的铝互连线可承受温度仍有约 100⁰C 的差距；另一方面对读出电路的制备工艺进行创新设计，如采用铂互连线或钛互连线取代铝互连线，尽量提高读出电路互连线的耐高温能力^[28]。

1.2 新型红外探测器件结构

近年来，探索非制冷红外焦平面列阵的新型器件结构已成为器件研究的一个重要方向。采用光学方式读出信号是红外探测器的一种新兴信号读出方式，与传统的电读出模式相比，光读出模式采用非接触的全光式设计，像素之间的热传导有效降低，并且无需复杂的读出电路，可显著降低器件的功耗和成本。

目前光读出红外 UFPA 主要基于成熟的 MEMS (micro-electro-mechanical system) 加工工艺实现^[29], 根据红外感应的原理, 光读出非制冷红外阵列器件有双金属效应型、载流子-应变型和热光效应型三种。当前研究最广泛的是双金属效应型光读出模式, 1997 年 Mnnalis 等人率先报道了采用 Si/Al 双材料悬臂梁制作的光读出红外 FPA^[30]。该模式中像素单元的器件结构大多由三个部分组成: 微镜、双材料梁和绝缘梁。其中微镜是由能够吸收红外辐射的材料和能够反射可见光信号的金属材料构成的双层膜结构; 双材料梁的一端与微镜相连, 另一端与绝热梁相连, 由两种热膨胀系数相差较大的材料组成; 锚点与双材料之间的绝缘梁作用是防止热量过快的散失。基于双金属效应光学读出结构主要有光栅衍射型、迈克尔逊干涉型、法布里-泊罗干涉型和反射型。

图 4-3 给出了的反射式光读出红外探测阵列器件结构示意图, 器件的光读出结构采用典型的 4F 系统, 包括红外汇聚部分和可见光读出部分。在红外汇聚部分, 入射红外辐射经过红外透镜汇聚至红外成像阵列器件, 红外阵列器件上的敏感单元感应目标红外辐射后温度升高, 像元中的双材料梁由于双金属效应发生弯曲, 并带动与之相连接的微镜发生偏转; 光学读出部分中利用可见光 LED 作为光源, 发射光束经过针孔 1 (Pin hole1), 近似为点光源, 通过透镜 1 (Len1) 调制成为平行

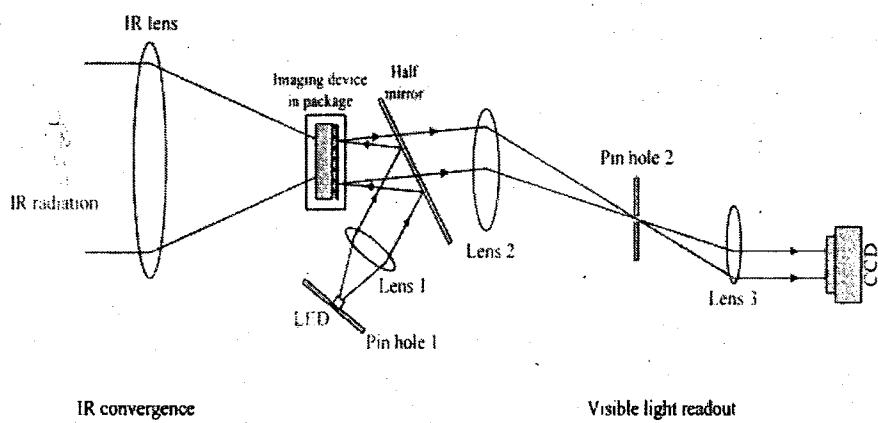


图 1-3 反射式光读出红外 UFPA 器件结构示意图

光入射到半透镜上, 反射光束照射至阵列器件的各像元微镜上。微镜反射的可见光经半透镜经傅立叶变换透镜 2 (Len2), 在焦平面上的针孔 2 (Pin hole2) 附近形

成衍射斑。与针孔 2 重合的衍射斑光线传播至透镜 3，出射的平行光束到达 CCD 上与各个像元相对应的位置上，形成红外目标的图像，当无外界红外辐射时，CCD 上呈现均匀光场。目标红外辐射将引起微镜偏转，从而改变光读出系统中可见光反射方向，反射光经过光学探测系统后达到 CCD 的光强随微镜偏转发生变化，并且光强大小与微镜偏转角度具有一定的比例关系，从而在 CCD 上可以得到以灰度表征的图像。

1998 年，美国橡树岭国家实验室的 P. G. Datskos 等人利用悬臂梁中的光生载流子所引起的悬臂梁应变效应，提出了一种基于 Si 微悬臂梁载流子-应变型的红外探测器件^[31]。目标红外辐射引起悬臂梁光生载流子，产生应力。光生应力导致晶格收缩，从而引起 Si 微悬臂梁形变，通过测量形变大小探测目标红外辐射强度。

2006 年，Redshift Systems 公司推出基于热光效应的热成像相机模块，成像器件的像元采用 Fabry-Perot 结构，两个 $\text{SiN}_x/\text{a-Si}$ 镜像层被加载 a-Si 腔体中^[32]。 SiN_x 作为吸收材料，接收目标红外辐射后温度升高，折射率发生改变，形成对读出光信号的调制。这种结构由于涉及多层膜系，材料本身的应力容易导致膜系的曲率过大，影响成像，并且器件制作工艺繁琐。

1.3 远红外探测器

红外线是可见光谱红光界限之外，肉眼无法识别的一种电磁波，波长范围在 0.75-1000 μm 。红外线因独特的热效应和目标强吸收等性质而受到大量研究工作的关注。由于大气对红外辐射的吸收，红外技术应用主要集中在三个重要的“窗口”：近红外区（1-3 μm ）、中红外区（3-5 μm ）和远红外区（8-13 μm ）^[33]。

远红外区也称为热波段，其在环境中传输具有极强的穿透性，几乎不受大气条件的影响，即使在烟雾背景下也具有较好的透射率。更重要的是，环境目标对远红外辐射强烈吸收，因此远红外区对目标环境温度的探测具有较高的响应灵敏度，在高性能热成像方面获得了广泛应用。远红外技术已经成功应用在军事和空间技术中，“热”目标的探测和追踪、夜视系统、热测绘和空间监测等方面，并在

医学无创诊断及环境成分检测中发挥了重要作用^[34,35]。

远红外探测器是远红外应用技术中的关键部分，目前应用于在远红外区的探测材料主要有 HgCdTe (MCT)，量子阱 (QW) AlGaAs/GaAs，应变超晶格 InAs/GaInSb 和 InSb 等。

MCT 是目前应用最为广泛、性能最为优越的红外探测材料，可以通过改变材料中 Cd 的组分获得不同响应波长的红外探测器，探测范围可覆盖任何红外区域^[36]。应用于远红外探测的 MCT 中 Cd 组分含量为 18%-20%。MCT 中 CdTe 和 HgTe 晶格高度匹配，具有高红外吸收系数、高电子迁移率和易于掺杂等优点^[37]。但由于 Hg 和 Cd 的结合较弱，生长过程中的高汞压造成组分较难精确控制，因此 MCT 面临均一性和可重复性等问题。此外，MCT 的低产量和高成本也是人们寻找其他替代材料的重要原因。

量子阱红外探测材料可基于能带工程获得“人工”窄禁带超晶格结构，应用于红外探测。AlGaAs/GaAs 量子阱的制备基于 GaAs 的成熟工艺，可改善产量和成本问题^[38]。但因材料中子能带跃迁的限制，量子阱红外探测器的量子效率较低（小于 20%），探测率远低于 MCT。同时，量子阱材料中热再生率较高，需要更低的工作温度。

1.4 新型红外探测材料 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$

$\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 是近年来倍受关注的红外材料^[39]。InSb 是 III-V 族半导体中禁带宽度最小的材料，特征波长为 $7\mu\text{m}@300K$ 和 $5.3\mu\text{m}@30K$ ，已经广泛应用于中远红外光电探测中。理论分析表明，将少量 N (低于 1%) 参入 InSb 中，N 原子替代 InSb 中的 Sb 原子形成 In-N 键，可导致 InSb 中导带分裂，显著减小 InSb 的禁带宽度，使得 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 材料在室温条件下可响应 $8-12\mu\text{m}$ 的远红外波长^[40]。由于 N 掺杂浓度较低， $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 与 InSb 衬底材料具有较好的晶格匹配，可在 InSb 材料上生长或合成高性能的 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 光电探测器结构。此外，材料中的 Auger 复合率是限制其探测灵敏度和 LED 发射效率的主要因素，最近的研究结果表明^[41]， $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 材料

具有内部 Auger 抑制特性，室温下 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 中 Auger 复合率仅为相同禁带宽度 MCT 的三分之一。因而，基于 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 材料制备的器件具有比 MCT 更优越的工作性能。

近年来，诸多关于 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 的研究成果相继报道。B.N. Murdin 等人对 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 中 N 引起的能带交互作用进行了研究，指出 N 掺杂将引起 InSb 中的能带分离，导致 InSb 禁带减小^[42]；T. D. Veal 等人指出，当 N 掺入浓度达到 6% 时，将引起 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 的负能带效应，并对 MBE 生长的 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 中氢作用进行了分析^[43,44]；Fariba Hatami 等人在 InAs 和 GaAs 衬底上成功生长了 $\text{InSb}/\text{InSb}:N$ 多量子点^[45]；M. Merrick 等人采用 FTIR 光谱仪观察到 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 材料的禁带红移，特征波长增大约 700 nm 等^[46]。

在已发表的研究成果中，光发射峰值为 $11 \mu\text{m}$ 的 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 材料已被 Ashley 等人研制^[47]，而在光探测领域 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 尚未有成功应用，仍处于材料生长和器件模型研究阶段。

1.5 调制光谱的发展和应用

1.5.1 调制光谱技术

所谓调制光谱^[48]，就是在测量光谱的同时，施加一个周期性改变的外界微扰参数（电场、磁场、压力、应力、热脉冲、入射光电磁波波长和入射光强等），引起被测光谱量的周期性改变。这种周期性改变的绝对量是微小的，通过检测这种微扰引起的与调制频率对应的光谱特性的周期性变化量即可得到调制光谱，即静态光谱量的导数。如果说静态的反射和吸收光谱的实质是介电函数谱，那么各种调制光谱测量的实质就是介电函数的微商谱，其光谱对比度（即光谱灵敏度和分辨率）比静态光谱要高得多，通常为 2-3 个数量级。这是因为，调制参数导致的能带结构的周期性变化只在联合态密度的奇异点才最有效的显示出来，从而抑制了布里渊区中其它广延区域的贡献，突出了临界点对调制光谱的贡献。

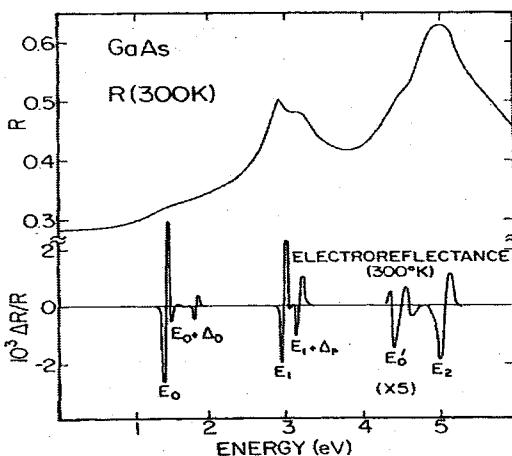


图 1-4 GaAs 材料的静态反射谱（上图）与弱场电调制反射谱（下图）的比较

图 1-4 中上方是 GaAs 材料的静态反射光谱^[49]，下方是它的电调制反射光谱。可以看到，调制后的光谱信息要丰富得多，灵敏度和分辨率的优化使其有可能不必经过计算而直接从调制光谱图中即可判定临界点的能量位置。

在过去近 40 年中，调制光谱作为最有效的光谱测试方法之一，在研究和阐明半导体能带结构（各种带间跃迁能量、诸临界点在布里渊区中的位置、杂质能级位置等）中发挥了不可替代的作用^[50-52]。

1.5.2 调制反射光谱实验方法的进展

在各种调制光谱方法中，电场调制反射光谱（electroreflectance, ER）和光调制反射光谱（photoreflectance, PR）获得了最广泛的发展和应用^[53]。这两种方法的光谱信号等效于介电函数的三级微商，因而具有最高的分辨率和灵敏度，能给出最尖锐的光谱结构，并且实验方法相对简单。

最早应用于半导体材料光学性质研究中的三次微分调制光谱方法是电调制反射谱。调制电场的存在破坏了电场方向的波矢守恒，引起材料介电常数发生很小的三次微分改变。早在 1964 年，Seraphin 等人首先进行了 EER（electrolyte electroreflectance）的实验工作，随后 Ludeke 和 Paul 等人也开展了在 CdTe 等材料方面的 EER 谱研究^[54,55]。七十年代初，Aspnes 等人^[56]提出弱电场三阶微商反射理论，从而实现了电调制光谱的定量分析，使得确定临界点能量、能带展宽和有效

质量等能带结构参数成为可能。

电调制反射实验有三种形式，如图 1-5。图中(a)为电解液电调制，将半导体样品放在电解液池内，在样品表面加交流电场，测定交流电场引起的光谱量周期微弱变化。EER 模式只能在室温附近使用，并且调制电场难于控制，容易造成样品表面钝化或溶解，应用范围有限。图 1-5(b)为常用的表面势垒电调制模式，调制电压通过样品表面的透明金属上电极和样品底部的欧姆接触下电极直接加载到 MIS 结构上，调制半导体样品空间电荷区的电场。图中介质层 (Insulator) 通常采用几十 nm 的绝缘材料，如 SiO_2 、 Al_2O_3 等，有时可以省去，从而形成 MS 结构或肖特基 (Schottky) 势垒结构的样品，并在反向偏压模式下工作，也称为肖特基势垒电反射谱。

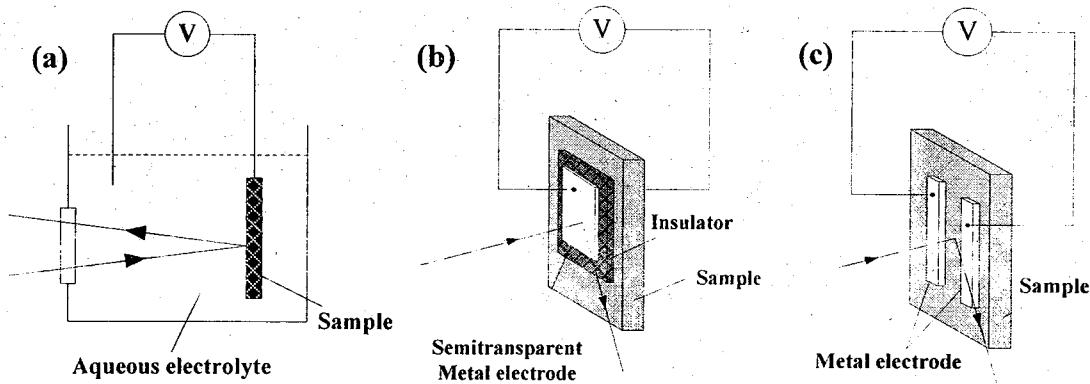


图 1-5 电调制实验的三种形式：

(a) 电解液电调制；(b) 表面势垒纵向电调制；(c) 横向电调制

图 1-5(a)和(b)两种测量方法都属于纵向调制模式，即调制电场都垂直于样品表面。图(c)为横向调制模式，上千伏特的高压通过两个样品表面可获取样品有关对称性信息，但要求样品为高阻材料，电阻率大于 $10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ ，因此也有较大的局限性。

目前应用更广泛的电调制模式是图 1-5(b)中表面势垒电调制，大量的 ER 光谱研究工作围绕着 MIS 或 MOS 结构的表面势垒电调制模式进行。在后续第四章节

将讨论的光读出 STO MIS 转换器正是基于这种电调制模式, 研究 STO/Si 界面电调制反射强度随调制电压幅值的变化。

近年来, 随着调制光谱实验技术的不断创新, 一系列无接触电调制反射谱形式 (contactless electroreflectance, CER) 发展起来, 如电容器结构的样品装置 (capacitance-like arrangement)、电子束调制反射 (electron beam electroreflectance, EBER) 和光调制反射 (PR) 等方法^[57-59]。电容器结构的无接触电调制技术是将样品至于电容器结构的两个电极之间, 在两电极上加载调制高压达到改变样品内部电场的目的。由于两电极间距离较大, 对调制电压的幅度调节和实验装置要求较高。诸多无接触电调制技术中, 光调制反射 (PR) 方法由于不需要额外的样品装置, 实验装置简单, 又可实现对样品无接触、无损伤调制, 因而被广泛采用。在光调制光谱测量中, 来自激光器或其他单色光源的光束 (光子能量大于半导体样品带隙宽度) 经斩波器后周期性的照射样品表面, 引起光生电子-空穴, 调制表面势垒层中的内建电场, 从而周期调制样品的介电函数。

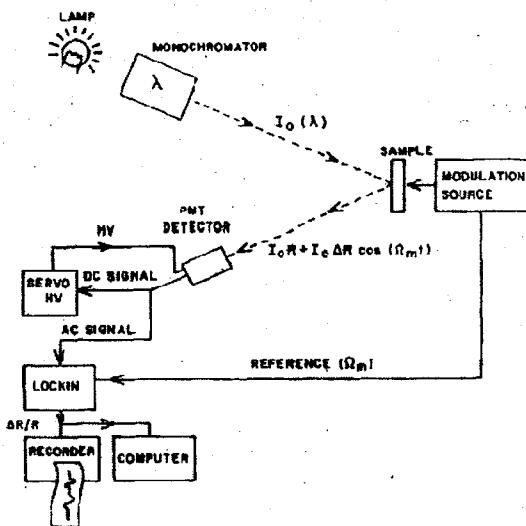


图 1-6 典型的调制反射光谱实验装置示意图

图 1-6 描述了典型的调制反射实验装置^[60], 光源经过单色仪, 出射的单色光束照射至被周期调制 (电压调制 ER 或激光调制 PR) 的样品上, 反射光束被探测器收集至后续信号处理装置。探测器输出的电信号包含直流成分和交流成分, 分

别对应样品的静态反射 $R(\lambda)$ 和调制反射 $\Delta R(\lambda)$ 。利用功率等分器将探测器输出信号二等分，一路直接通过低通滤波器得到直流分量 $R(\lambda)$ ，另一路通过锁相放大器（lock-in）锁定在调制频率上的信号 $\Delta R(\lambda)$ ，从而通过计算 $\Delta R(\lambda) / R(\lambda)$ 得到调制反射谱。

为了消除光源强度对调制光谱的影响，在测试过程中通常采用归一化方法^[61]，即通过反馈回路自动调节探测器增益或光源功率，使探测器直流输出为恒定值，此时通过锁相放大分支检测到的交流信号就是归一化的调制光谱量 $\Delta R(\lambda) / R(\lambda)$ 。

由于调制光谱十分微弱，通常在 10^{-4} - 10^{-6} 量级，实验装置需要充分抑制各种背景噪声，提高系统信噪比。在电调制反射中，由于电压直接加载在样品上，存在由样品的接触损伤和调制源电磁干扰（EMI）引起的噪声，因此新型的电压加载装置，如电容器结构、微接触电极等被应用来减小电调制对样品的应力^[62,63]，同时把样品架置于金属盒中屏蔽电磁干扰，并优化实验系统与电调制源的对地连接。光调制反射中，主要噪声来自激光调制源的散射噪声和样品的光致发光（PL）伪信号。激光散射噪声可通过在光路中放置滤波片消除，而 PL 干扰噪声是影响 PR 信号的最大因素，尤其在低温测试中。为减小甚至消除 PL 虚假信号，一系列的实验措施发展起来，如双单色仪装置、双激光器差分激励装置、可调节的激光追踪校准装置和扫描光调制装置等^[64-66]。

随着调制光谱对测试精度和测试波段的需求越来越高，许多基于傅立叶光谱仪的调制光谱技术发展起来^[67,68]，如双调制傅立叶光谱仪，步进扫描傅立叶光谱仪等，傅立叶光谱仪的多路复用和高光通量性等优点可极大的提高调制光谱的分辨率和信噪比，扩展调制光谱在中红外、远红外波段的应用。

1.6 本文研究内容

本文主要围绕新型红外探测结构 MFMIS 和材料 InSbN 的相关机理及测试方法展开了研究和分析，包括以下几个方面：

1. 为克服单片式铁电非制冷红外焦平面中读出电路的热失效难点, 提出一种新型红外探测结构 MFMIS, 基于 MIS 光读出结构, 实现红外辐射探测; 研究 STO MIS 结构中 STO/Si 界面的电子注入现象, 并分析计算 STO/Si 界面层的电子注入阈值电场, 指示 MIS 结构的外加偏压范围; 研究 MIS 结构在外加偏压下绝对反射和电调制反射的变化规律; 基于 MIS 结构的反射率变化规律对 MFMIS 探测器的响应率进行了讨论。
2. 采用低能 N 离子注入新型探测材料 InSbN, 基于 XRD 和 XPS 方法对 InSbN 样品在不同退火条件下进行分析, 选取最优退货条件提高样品性能; 基于 XPS 分析计算退火后样品中 N 的组分分布, 研究 N 激活率对于不同 N 离子注入浓度的变化规律; 基于光电流测试探究 N 掺杂对 InSb 能带的调制作用; 为实现 InSbN 远红外探测器, 实验室制备了 InSbN 二极管, 并对其 I-V 特性和光电流进行了测试和分析, 为 InSbN 长波探测器的研制提供实验基础。
3. 提出了一种基于差分电桥的电容测试原理, 设计了基于锁相放大器和单片机控制单元的电容-电压 (C-V) 特性测试仪, 为 MIS 结构的平带电压、强反型层电压和 STO/Si 界面层的电子注入研究提供硬件基础。
4. 设计了一种双光路双调制反射光谱仪, 提出了一种全新的双频率解调算法, 并基于 DSP 和 FPGA 实现了双级联锁相电路, 消除了传统双锁相放大器中时间常数的限制, 提高了测量信噪比, 应用于新型红外探测结构 MIS 的反射率研究中。
5. 建立了一套光电流测试系统, 可实现 2-12 μm 波长范围的光电流谱测试, 应用于研究新型探测材料 InSbN 中 N 掺杂对 InSb 禁带宽度的调制作用。

参考文献

- [1] 钟维烈, 铁电物理学, 北京: 科学出版社, 2000
- [2] Rogalski, Infrared Physics and Technology, 2002, 43, 187-210
- [3] Naoki ODA, Yutaka TANAKA, NEC Research And Development, 2003, (2), 70-174
- [4] Chih-Cheng Hsieh, Chung-Yu Wu, IEEE Transactions on Circuits and Systems for Video Technology, 1997, 7 (4), 594-605.
- [5] 汤定元, 光电器件概论, 上海: 上海科学技术文献出版社, 1989
- [6] 殷之文, 电介质物理学, 北京: 科学出版社, 2003
- [7] 褚君浩, 铁电薄膜非制冷红外探测器的技术发展, 红外与激光, 第 37 卷第 1 期, 2008
- [8] J. F. Belcher, C. M. Hanson, et al. Proc. SPIE, 1998, 3, 436: 611-622
- [9] 许煜寰, 铁电与压电材料, 北京: 科学出版社, 1978
- [10] R. Watton, M. A. Todd, J. P. Gillham, et al. IEEE, 4th Int. Conf. on Advanced Infrared Detectors and systems, 1990
- [11] N. Butler, S. Iwasa, Proc. SPIE, 1992, 1685: 146
- [12] 李峰, 刘保亭, 赵庆勋, 闫正, 铁电光波导的研究进展, 激光与红外, 第 36 卷第 9 期, 2006
- [13] 徐文彬, 王德苗, 董树荣, 铁电薄膜应用研究进展, 材料导报,
- [14] Y. J. Shi, OptoelectronicTechnology (China), 2002, (21): 188
- [15] 陈实, 张海波, 姜胜林, 曾亦可, 刘梅冬, 热释电非制冷红外焦平面现状及发展趋势, 红外与激光, 第 35 卷第 4 期, 2006 年 8 月
- [16] 刘少波, 李艳秋, 刘梅冬, 热释电薄膜单片式非制冷红外焦平面这列的研究, 纳米器件与技术, 第 11 期, 2003
- [17] 陈海生, 非制冷红外焦平面热成像技术的发展, 红外技术与器件, 2002, 3
- [18] M. A. Gallo, D. S. Willits, R. A. Lubke, Infrared Technology XIX, 1993,

2020:351-562

- [19] R. Owen, J. Belcher, H. Beratan, et al. Proc. SPIE, 1998, 2746: 231-234
- [20] K. Hashimoto, M. Noda, R. Kubo, et al. Technical Digest of 16th Sensor Symposium, 1998: 69-72
- [21] 孙志君, 21世纪红外焦平面阵列技术, 传感器世界, 2001, 7 (5): 1-7
- [22] R. Watton, Integrated Ferroelectrics, 1994, 4:175-186
- [23] Z. Huang, Q. Zhang, Ferroelectrics, 1999, 225: 57-66
- [24] G. Yi, Z. Wu, M. Sayer, J. Appl. Phys. 1988, 64: 2717-2723
- [25] C. M. Hanson, H. R. Beratan, et al. SPIE, 3379, 60 (1998)
- [26] 胡滨等, 320×240 单片式热释电红外焦平面读出电路设计, 混合微电子技术, 2005 年第一期
- [27] K. No, C. G. Choi, D. S. Yoon, et al. Jpn. J. Appl. Phys. 35, 2731(1996)
- [28] H. Charles, et al. Proc. SPIE Vol. 2020: 330-339
- [29] N. Park, P. F. Wysocki, IEEE Photon. Technol. Lett. 8, 11 (1996)
- [30] S. R. Manalis, S. C. Minne, C. F. Quate, et al. Appl. Phys. Lett. 1997 (70):3311-3313
- [31] P. G. Datskos, S. Rajie, I. Datskou, et al. Proc. SPIE Vol. 3379, 1998: 173-181
- [32] Roger Allan. 无需冷却的热成像技术. 电子系统设计, 2006 (3)
- [33] C. Peter, C. T. Elliott. "Infrared detectors and emitters: Materials and devices". Kluwer Academic Publishers 2001
- [34] A. Rogalski, Opt. Eng. 33, 1392 (1994)
- [35] P. R Norton, Opt. Eng. 30, 1649 (1991)
- [36] 褚君浩, 窄禁带半导体物理学, 北京: 科学出版社, 2005 年
- [37] J. D. Kim, D. Wu, J. Wojkowski, J. Xu, and M. Razeghi, Appl. Phys. Lett. 68 99 (1995)

- [38] J. Piotrowski, W. Gawron, Infrared Physics&Technology 38 (1997): 63-68
- [39] A. D. Johnson, R. H. Bennett, et al. Res Soc Symp Proc. 607, 23 (2000)
- [40] C. W. Tu, J. Phys. Condens. Matter 13, 7169 (2001)
- [41] B. N. Murdin, M. Kamai-Saadi, et al. Appl. Phys. Lett. 78, 1568 (2001)
- [42] B. N. Murdin, A. R. Adams, P. Murzin, et al. Appl. Phys. Lett. 81, 256 (2002)
- [43] T. D. Veal, I. Mahboob, and C. F. McConville, Phys. Rev. Lett. 92, 136801 (2004)
- [44] T. D. Veal, I. Mahboob, C. F. McConville, T. M. Burke, T. Ashley, App. Phys. Lett. Vol.83, 2003: 1776-1778
- [45] Fariba Hatami, Seongsin M. Kim, Homan B. Yuen, and James S. Harris, Appl. Phys. Lett. 89, 133115 (2006)
- [46] M. Merrick, T. J. C. Hosea, B. N. Murdin, et al. 27th International Conference on the physics of Semiconductors: CP772
- [47] T. Ashley, T. M. Burke, G. J. Pryce, et al. Solid-State Electronics, 47 387 (2003)
- [48] 沈学础, 半导体光谱和光学性质, 北京: 科学出版社, 2002
- [49] Pollak F H. *Proc. Soc. Photo-Optical Instrum. Eng.*, 1981, 276:142
- [50] D. E. Aspnes, C. G. Olson, D. W. Lynch, Phys. Rev. B 14, 10, 1976
- [51] D. E. Aspnes, Solid State Communications, Vol.8, 1970: 267-270
- [52] Y. Petroff, S. Kohn, Y. R. Shen, Surface Science 37 (1973): 591-595
- [53] M. Gal and C. Shwe, Appl. Phys. Lett. 56 (6), 1990
- [54] B. O. Seraphin, Proc. 7th Intern. Conf. Physics of Semiconductros, Paris, 165, 1964
- [55] R. Ludeke, M. Poul, Proc. Intern. Conf. 2-4 Semiconfucting Compounds, 123, 1967
- [56] D. E. Aspnes, Surface Sci. 37 (1973), 418

- [57] X. Yin and F. H. Pollak, Appl. Phys. Lett. 59, 2305 (1991)
- [58] M. H. Herman, Proc. Soc. Photo-Optical Instrum. Eng., 1286, 39 (1990)
- [59] O. J. Glembocki and B. V. Shanabrook, Semiconductors and Semimetals, Vol. 67, Academic Press, 222 (1992)
- [60] F. H. Pollak, Handbook on Semiconductors, 1993
- [61] 沈学础, 调制光谱的新进展, 红外研究, 5, 369 (1987)
- [62] X. Yin, X. Guo, F. H. Pollak, et al. Appl. Phys. Lett. 60, 1336 (1992)
- [63] S. L. Mioc, P. M. Raccah, Proc. Soc. Photo-Optical Instrum. Eng. 1678, 296 (1992)
- [64] W. M. Theis, G. D. Sanders, et al. Phys. Rev. B 37, 3042 (1988)

- [65] O. J. Glembocki and B. B. Shanabrook, Proc. Soc. Photo-Optical Instrum. Eng. 794, 74 (1987)
- [66] H. Shen and M. Dutta, Appl. Phys. Lett. 57, 587 (1990)
- [67] 张永刚, 李爱珍, FTIR 测量及双调制和步进扫描技术的应用. 半导体光电, 20, 277 (1999)
- [68] J. Shao, W. Lu, et al. Rev. Sci. Instrum. 77, 0603104 (2006)

第2章 应用于新型红外探测材料和结构研究的测试系统

2.1 基于锁相技术的电容电压（C-V）特性测试仪

2.1.1 半导体 C-V 特性

许多半导体的特性都与半导体的表面性质密切相关。例如，半导体表面状态对晶体管和半导体集成电路的参数和稳定性有较大影响。在某些情况下，半导体的表面效应甚至支配着半导体器件的特性。作为研究半导体界面特性的一种重要方法，电容电压（C-V）特性已被广泛应用于 MIS（金属-绝缘体-半导体）、MOS（金属-氧化物-半导体）、P-N 结、异质结等器件的界面特性研究。C-V 特性不仅可以提示半导体中的掺杂、补偿、载流子寿命及表面态、固定电荷、可动电荷等材料和器件参数，还有助于进一步研究深能级、共振缺陷态、反型层子能带结构等问题^[1]。C-V 特性对于改善器件性能，提高器件稳定性以及指导人们探索新型器件等都有着十分重要的意义。

由于半导体器件结构的电容通常都在 pF 量级，属于微小电容，因此要求电容测试系统具有较高的信噪比，较强的抗干扰能力和较稳定的工作条件，并需要保证很高的灵敏度和分辨率。此外实现 C-V 特性测量需要电压的连续扫描，传统的震荡法、电桥法、充放电法和 Q 表法等都不能满足测试要求，需开发专用的测试仪器^[2]。

国内的 C-V 测量仪器主要是采用高频测试信号和分立元件电路，在信号的耦合、放大器件中存在杂散电容，且混频、检波电路易受温度引起的漂移噪声干扰，造成测试灵敏度和分辨率较低，需要依靠反馈网络缩小信号检测带宽，抑制干扰信号和自激振荡。目前广泛应用于半导体 C-V 性能测试的仪器主要依靠在进口多功能电学测试仪中嵌入 C-V 测试模块，如 Keithly、HP 等，成本较高，且只能实现电容的绝对测量。

本课题中由于需要研究 MIS 结构中异质结界面在高频和低频信号下的平带电

压和反型层效应等物理特性，故开发了一套基于锁相技术的高性能 C-V 特性测试仪。该测试仪针对 C-V 特性的研究需求，利用交流差分桥式电路的原理，基于锁相放大技术，并以单片机为控制核心，研制了一套高性能的 C-V 特性测试仪，锁相技术可保证在较低频率下的精确测试，可实现 C-V 和 G-V（电导电压）特性的绝对测量和相对测量。

2.1.2 C-V 测试原理

如图 2-1 所示，本系统测试原理基于交流差分桥式电路，桥臂分别由两个电容与两个电阻构成，在端口 C、D 间加入直流和交流激励信号，端口 A、B 间输出差分测量信号，接入后续信号处理系统。

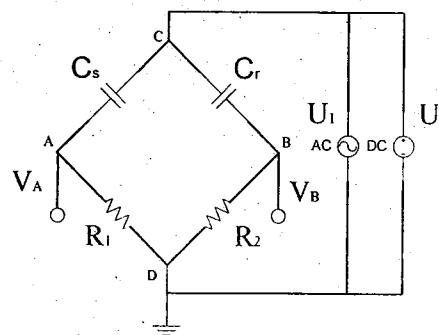


图 2-1 差分析式电路原理图

图 2-1 中， C_r 为一标准数字电容，用于标定相对零点和实现相对测量； C_s 为被测样品的电容值。 $R_1 = R_2$ ，均为多级可调电阻，实现多级阻抗匹配。CD 间交流电压 $U_1 = U_0 \sin 2\pi f t$ ，频率 f 和幅度 U_0 由交流信号源控制，直流电压 U_2 即加载在电容两端的扫描电压，为直流电压信号源控制。AB 间电压为输出电压，接入后续信号处理电路。由于采用交流电桥，故直流电压可认为全部加载至样品 C_s 上，连续变化直流电压即可实现 C-V 测量的电压扫描。

根据交流电路原理，以交流输入电压为零相位，得到端点 A、B 间的差分输出信号电压为：

$$U_0 = V_A - V_B = U_{re} + iU_{im} \quad (2-1)$$

式中 U_{re} 为输出电压信号的实部, U_{im} 为输出信号虚部, 通过计算可得到差分电压信号实部、虚部于被测样品电导、电容关系:

$$U_{re} = U_0 R (G_1 - G_2) \quad (2-2)$$

$$U_{im} \propto 2\pi f U_0 R (C_s - C_r) \quad (2-3)$$

式中 G_1 和 G_2 分别为测量支路和参考支路的电导:

$$\frac{1}{G_1} = \frac{1}{G_s} + R \quad (2-4)$$

$$G_2 = \frac{RC_r^2(2\pi f)^2}{1+R^2C_r^2(2\pi f)^2} \quad (2-5)$$

式(2-4)中, G_s 为待测样品的电导值。将式(2-2)、(2-3)整理可得:

$$G_1 - G_2 = \frac{U_{re}}{U_0 R} \quad (2-6)$$

$$C_s - C_r \propto \frac{U_{im}}{2\pi f U_0 R} \quad (2-7)$$

由式(2-6)可知, 当差分桥路中参考电容 C_r 和电阻 R 确定时, 通过测量差分输出信号的实部电压值 U_{re} , 即可推算出被测样品的电导值 G_s , 且该电导值的测量不受激励源频率影响。当加载在端口 C-D 间的直流电压连续扫描时, 经定标就能获得样品的电导-电压 (G-V) 特性谱线。

由式(2-7)可知, 被测电容的相对值 ($C_s - C_r$) 与输出电压信号的虚部 U_{im} 成正比, 与交流电压信号的频率、幅值以及桥路电阻成反比。在选定参考电容 C_r 、交流电压信号频率 f 、幅值 U_0 及桥路电阻值 R 时, 差分电压信号的虚部 U_{im} 则反应了被测电容的大小, 通过调零和定标, 即可获得被测电容值, 由于参考电容选用

可调的标准数字电容，通过调节参考电容的数值，可实现样品电容的相对测量 ($C_r \neq 0$) 和绝对测量 ($C_r = 0$)。相对测量中，由于参考电容接近待测样品电容，使得实际测量电容更接近 0 点，在同等的测试性能水平下，有利于减少测试结果的相对误差。

2.1.3 硬件实现

硬件体系由单片机控制单元和数字锁相放大器两部分组成，如图 2 所示，两个单元间通过 RS232 串口协议实现互连通信。单片机接收用户初始化参数，发送相应指令至锁相放大器控制其工作状态，锁相将处理结果数据反馈回单片机，进行数据处理、储存和显示。

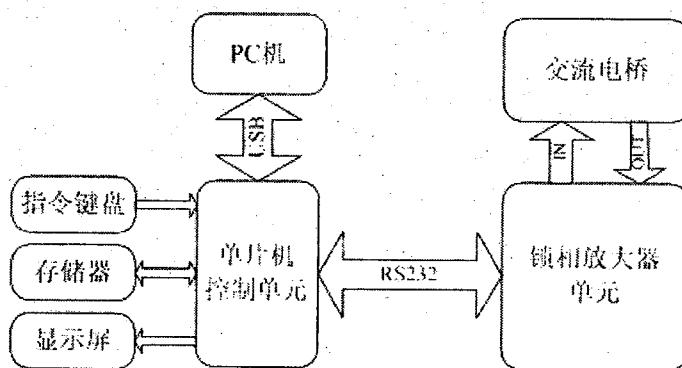


图 2-2 C-V 测试仪硬件体系结构

测试仪的工作原理为：以单片机控制模块为用户交流平台，传递用户定制参数，控制锁相放大器产生所需的正弦交流小信号（实现锁相测量）和直流信号（实现电压扫描），经程控放大加法器进行信号整合，叠加后的信号加载至图 2-1 所示的交流电桥中 C、D 两端口，驱动样品和参考电容。A、B 端输出的差分电压信号进入锁相放大器的双端输入口，在锁相内部产生与正弦交流激励源同频率、同相位的参考序列，实现信号的相关锁相测量，测试结果数据反馈至单片机单元，实现 C-V 实验数据的存储和特性曲线的显示。此外，测试系统增加了单片机和 PC 机的 USB 通信，实现数据的实时采集和显示，为后续的进一步数据处理和验证提

供支持。

测试系统主要硬件包括: Signal Recovery 公司 Model 7225 锁相放大器, Maxim 的超高速 8051 DS89C420 芯片为核心的单片机控制电路模块, 可编程控制的仪用放大、加法器, 基于 Booton 公司 76-3A 型标准可调数字电容的交流电桥, 由 Philips 的 PDIUSBD12 通讯芯片组成的 USB 通讯部分。

2.1.3.1 Model 7225 锁相放大器

Model 7225 锁相放大器作为测试仪的信号处理核心单元, 实现信号相关锁定检测。Model 7225 是美国 Signal Recover 公司推出的新型双相数字锁相放大器, 可同时测量相差为 90 度的两路信号, 输出与待测信号同相和正交两路测试结果。高性能的数字处理器 (DSP) 可在较短时间内 (几个时钟周期) 完成浮点数据的乘加求和运算, 强大的计算能力有利于在最短时间内甚至无延时的完成相敏检测运算, 保证了相关锁相检测的高精确性。

与传统的模拟锁相放大器相比, 数字锁相放大器在输出通道中没有直流放大器, 可以避免直流放大器的工作特性随时间变化的不稳定性和由于温度变化引起的温度漂移带来的干扰^[3]。此外, 数字锁相的内部晶振时钟源随时间和温度变化小, 基于稳定性高的时钟源产生与待测信号同频率的正弦、余弦参考信号序列, 具有极高的精度。待测信号接入 Model 7225 的差分电压输入端口, 经过 AD 采样和自适应放大后进入 Model 7225, 分别与内部产生的同频正弦、余弦信号进行相关运算, 输出与待测信号同相 (in-phase) 的实部和正交 (in-quadrature) 的虚部测量结果, 分别对应于式 (2-1) 中的 U_{re} 和 U_{im} , 一次测量即可通过定标得到待测样品的电容和电导值。

除了高性能的正交解调运算, Model 7225 还可作为该测试系统的信号发生源, 提供高精度和高稳定性的直流和交流信号, 作为图 1 中差分电桥的激励源。Model 7225 具有两个可调的外部输出 DAC 端口, 能提供浮点型电压-12.000 V~+12.000 V, 分辨率为 1 mV, 作为直流电压扫描信号源, 扫描区间和扫描间隔可通过编程对锁

相写入控制字实现设置；此外，Model 7225 还提供一个幅度和频率均可调的正弦交流信号，可作为差分电桥的交流激励源，实现锁相算法中的相敏检波，交流信号频率在 0.0001-120 kHz 范围内连续可调，频率分辨率为 0.001 Hz，交流信号幅度可取 1 mV 和 5V 间任意值，分辨率 1 mV。

Model 7225 提供 RS232 和 IEEE-488 GPIB 两种通信协议的控制接口，由于该测试系统中数据的传输速率不高，因此本系统中采用了成本较低的 RS232 协议对锁相进行编程控制，通过发送相应的控制字初始化 Model 7225 的测量灵敏度、时间常数等参数，并设置直流扫描电压的范围和交流激励信号的频率。测试结果的读取通过发送控制字“X[.]r\n”和“Y[.]r\n”来实现。

2.1.3.2 C51 单片机控制单元

单片机控制单元是实现测试系统参数设置接口、数据采集控制和传输的功能模。控制单元核心微处理器采用 MAXIM 公司的超高速 8051 单片机系列 DS89C420，主频可达 33 MHz，指令周期为 30ns^[4]。芯片内嵌 4 组 8-bit 双向 I/O 端口，3 个 16 位的计时器和 256 字节的缓存存储器。可在线编程的 16kB Flash，1 kB 的数据存储器为系统软件开发和在线调试带来了极大的快捷和便利。此外可增可减的双数据指针（DPTR）为数据移动提供了方便。其他的强大功能，诸如双独立串口，内部增频器，13 个中断源（6 个外部）及 5 个中断级别，功率控制时钟模式（PMM），满足了基于单片机的复杂系统开发和功能实现的要求。

单片机的 P0 组 8-bit I/O 端口作为数据传输接口，实现与 USB D12 芯片和在线 LCD 等片外组件的数据通信。P2 组端口作为片选（CS）信号完成片外组件的选通功能。片外芯片的地址锁定通过地址锁存使能端口（ALE）结合地址总线完成。I/O 口 P3.0 和 P3.1 分别作为串口通信中的数据发送和接收端口，与锁相 Model7225 的 RS232 控制接口相连，实现基于 RS232 协议的指令传递和数据读取。各功能模块固件程序通过单片机的程序烧写接口存入片内储存器，由相应的中断响应触发。在 C-V 特性测试过程中，单片机 C51 控制单元主要完成以下操作任务：

- 1) 响应上位机 (PC) 的测量参数设置, 根据指令选择操作模式, 并通过 RS232 接口对锁相放大器 Model 7225 工作参数进行初始化。
- 2) 根据用户需求的电压测试范围和扫描点数计算扫描间隔, 即测试电压的扫描分辨率。设置片内计时器 (Timer) 时长为锁相时间常数 (T_C) 的两倍, 计数器溢出即归 0 重新计数, 同时向单片机发送中断信号, 触发电压设置函数。
- 3) 内嵌的电压设置固件模块, 经串口 RS232 向锁相放大器 (LIA) 发送电压输出和数据读取指令, 控制 LIA 输出扫描电压, 同时读取测试结果, 并将锁相放大器反馈的测试结果数据存储到片外 Flash 中^[5]。
- 4) 读取 Flash 中的存储数据, 平滑处理后发送至片上显示屏显示测试图形。
- 5) 初始化并通过中断响应控制 USB 接口芯片, 与 PC 进行数据通信, 将测试结果传输至 PC 中进行数据后续处理。

2.1.3.3 程控放大加法器

在图 1 所示的差分桥式电路中, 由于加载在 CD 端的激励源包括直流扫描电压和正选交流小信号, 为了避免两路信号的相互干扰和提高信号的驱动和抗干扰能力, 设计了两级运算放大器 AD797 串联的加法器, 两路信号都加载至第一个 AD797 的反向输入端口。为了扩大该测试设备的使用范围, 增强仪器使用中的灵活性, 通过电阻匹配, 设置了三路开关的 8 级放大增益, 三路开关分别由单片机 I/O 端口 P1.1, P1.2, P1.3 控制, 实现放大增益的程控选通, 根据信号强弱来选择适当的放大倍数, 缺省值 (111) 对应的默认放大倍数为 2。

2.1.3.4 USB 通信模块

采用 Philips 公司的 PDIUSBD12 接口芯片与单片机连接实现 USB 通信功能。PDIUSBD12 为全速专用高性能 USB 通信控制芯片, 集成了 SIE、FIFO 存储器、收发器和电压调整器等, 符合通用串行总线 USB2.0 规范^[6]。可与外部微控制器/处理器实现高速并行接口 2MB/s, 图所示为该芯片功能框图。PDIUSBD12 与 DS89C420 接口有两种方式: 多路地址/数据总线方式、单地址/数据总线方式^[7,8]。

系统采用多路连接方式，PDIUSBD12 连接至 DS89C420 的 INT0、ALE、WR、RD 和 P0 端口，当 USB 芯片接受到主机有效信息时，向单片机发送中断，请求处理。该模式下，PDIUSBD12 在 ALE 下降沿时对单片机输出地址进行锁存并判断，若输出地址为奇数，则表示对 PDIUSBD12 发送指令；若输出地址为偶数，则表示对 PDIUSBD12 进行数据传输。

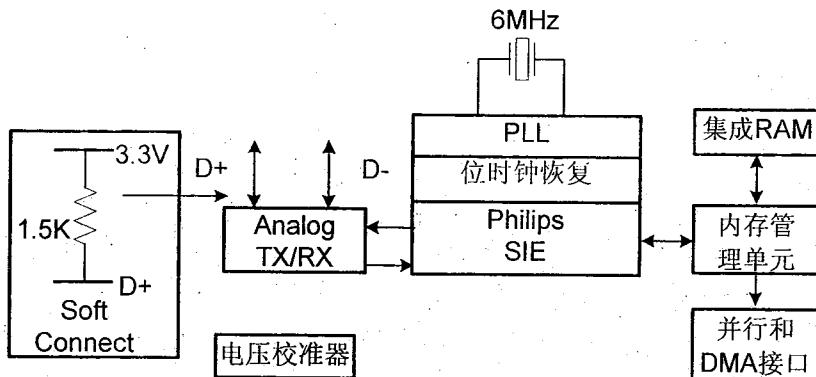


图 2-3 PDIUSBD12 功能示意图

PDIUSBD12 处于单片机系统中，可视为一个带 8 个数据位和 1 个地址位的存储器件。当 C-V 测量进行时，单片机将锁相放大器反馈的测量数据经 PDIUSBD12 的并行接口传入 FIFO 存储器。当 USB 高速度传输时（达到 12MB/s），存储器管理单元（MMU）和集成 RAM 作为 USB 之间速度差异缓存区，这就允许单片机以独立速率对 USB 信息包进行读写。若 FIFO 存储数据已满，SIE 立即对数据进行处理：同步模式的识别、并行/串行转换、地址识别和握手评估/产生。SIE 可实现全部的 USB 协议层，由硬件完全实现，不需固件的参与。处理过的数据由收发器通过数据线 D+、D- 传输至主机，实现数据的 USB 通信。

2.1.4 软件实现

测试仪的软件体系包括单片机的固件程序，USB 设备的中断程序，及 PC 机的应用控制程序。

2.1.4.1 单片机固件程序设计

单片机固件程序采用功能模块化设计，以事件标志和中断响应为基础，分模块完成锁相放大器参数初始化、指令输入响应，测试指令发送和结果数据的采集、存储和显示及和PC主机之间的通讯^[9]。

固件程序的设计采用Keil C51语言进行了设计、调试和软件仿真。Keil C51开发的C语言程序包可转换成标准的HEX文件，可结合单片机仿真器直接对目

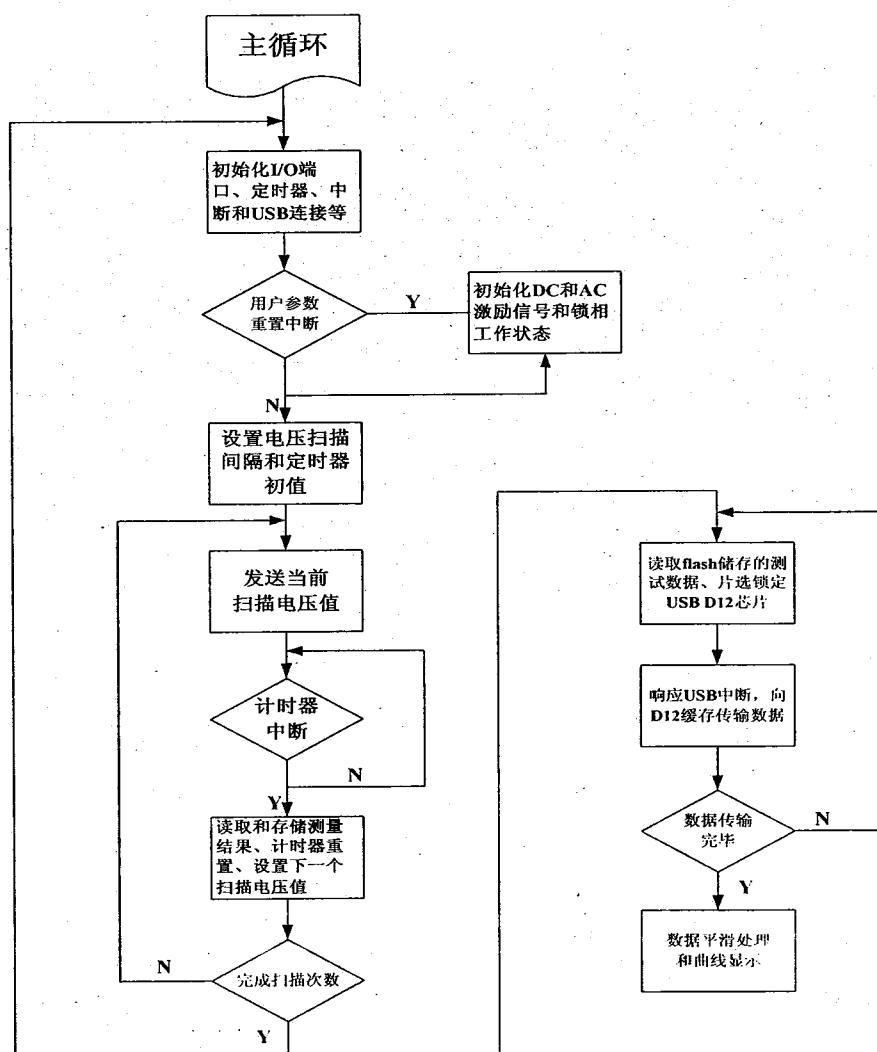


图 2-4 单片机固件程序流程图

标板进行在线调试，也可直接写入程序存储器中^[10]。图 2-4 为单片机固件程序工作流程图，由测试模块（左侧）和数据传输模块（右侧）组成。

2.1.4.2 USB 中断程序设计

单片机初始化中，对 USB 接口进行重新连接，设置地址使能和端点使能，之后断开连接并读取中断寄存器，通过响应中断方式完成与 USB D12 通信^[11]。

USB 中断程序主要进行端点的控制，如图 2-5 所示。D12 提供 D12 提供 3 组端点，其中端点 0 为设备缺省支持的控制端点；端点 1 为普通端点，可以作为

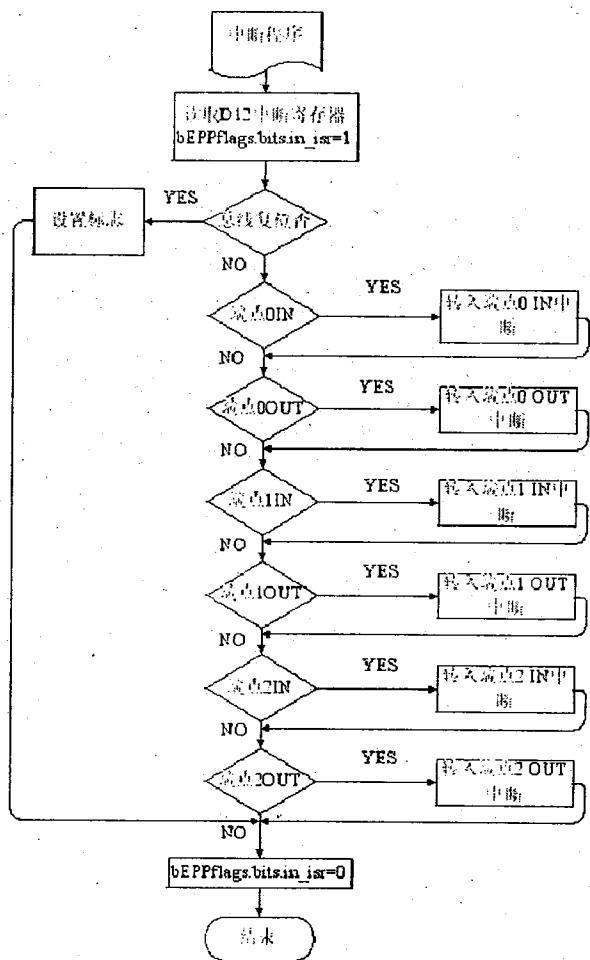


图 2-5 USB D12 中断示意图

块传输或中断传输端点；端点 2 称为主端点，主要用于大块数据的传输，采用双缓冲技术以更好的支持实时应用的等时传输。可以通过 SetMode 命令将主端点设置为等时传输或非等时（块或中断）传输。

2.1.4.3 上位机（PC）程序设计

上位机（PC）的程序设计包括向单片机传输参数的用户控制界面和D12实现USB数据传输的驱动程序。

图2-6呈现了基于VC++ MFC设计的用户交互界面，包含了实验参数设置模块，串口模式设置模块和数据发送和存储模块。各程序模块映射相应的功能函数，完成用户参数的传递和实验结果的存储^[12]。

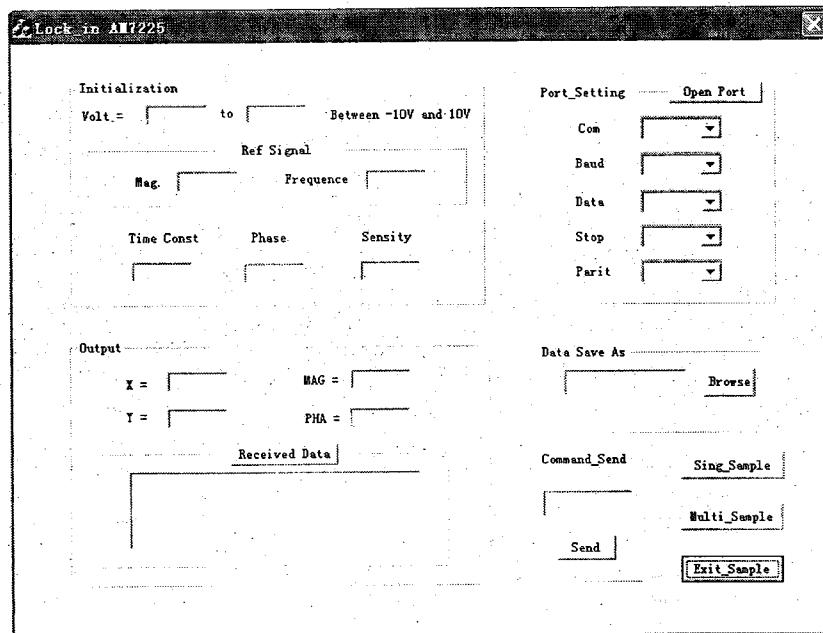


图2-6 用户交互界面示意图

上位机与D12的连接需要USB传输协议的驱动程序。在NT系统下，USB设备驱动程序为WDM（Win32 Driver Model）驱动，是Microsoft公司力推的一种符合Windows2K/XP系统下的内核模式驱动程序。基于VC语言，结合windows2K的设备开发包（NTDDK，NT Device Driver Kits），通过调用底层的Windows API函数实现上位机应用程序对USB的传输驱动。该驱动使主机应用程序可直接通过外设名识别USB设备，完成设备初始化，挂起和唤醒等控制。

2.1.5 测试结果分析

2.1.5.1 C-V 测试流程

由于结合了锁相技术和差分电桥测试，并且在各仪器模块的连接中均采用能屏蔽 EMI（电磁干扰）的 BNP 接口和屏蔽线，该仪器具有较高的抗干扰性和灵敏度，在样品屏蔽较好的条件下可检测至 0.01 pF 的电容变化。

仪器测试流程如图 2-7 所示：

- 1) 打开电源，对系统进行预热十分钟，随后装入样品。
- 2) 调节可调标准数字电容进行调零，并以标准电容改变 1 pF 电容引起信号改变进行定标。
- 3) 利用用户交互界面初始化系统，开始 C-V 特性扫描，测试结果实时显示，
- 4) 扫描结束后通过 USB 接口导出数据，在上位机（PC）进行后续处理。

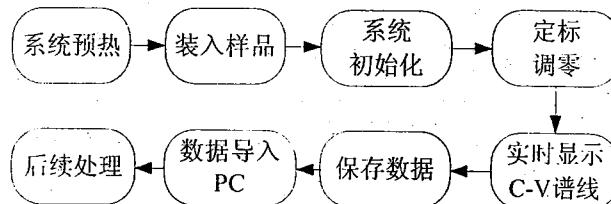


图 2-7 仪器测试流程示意图

2.1.5.2 测试结果

为了检验该 C-V 测试系统的性能，我们选用了陶瓷电容、STO MIS 结构和铁电材料 PZT 作为测试样品，在不同频率和不同电压扫描范围进行了 C-V 谱线测试，并对测试结果进行了分析和评估。

1. 22 pF 和 68 pF 的陶瓷电容

为了验证该测试仪器的测量准确性，我们选取了标准容值的电容作为待测样品。由于该测试仪的电容测量值在 pF 量级，因此分别采用了 22pF 和 68pF 的陶瓷介质电容，精度为 $\pm 5\%$ 。测试参数选择如下：

交流激励电压：频率 $f = 500 \text{ Hz}$, 幅值 $U_0 = 0.1 \text{ V}$;

直流扫描电压：-5 V — +5V, 扫描间隔：0.01 V;

锁相时间常数： $T_C = 10 \text{ ms}$;

图 2-8 (a) 和 (b) 分别给出了 22 pF 和 68 pF 陶瓷电容在-5 V 到+5 V 间的 C-V 测试谱线。由图中测试结果可知，谱线基本为直线，电容测量值与标准值非

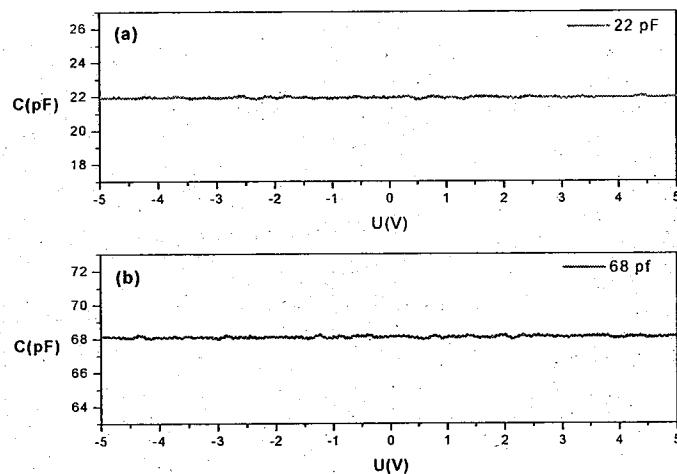


图 2-8 22 pF (a) 和 68 pF (b) 的陶瓷电容 C-V 谱线

常吻合，随扫描电压变化微小波动，波动值在 0.4 pF 之内。实验曲线中的较小波动可理解为电路中容性介质的噪声波动。

2. MIS (Pt/STO/Si) 的 C-V 特性

为了评估该 C-V 特性测试仪在实际半导体器件中的测量性能，我们选用 MIS 结构 Pt/STO/Si 作为测试样品，分别使用惠普的 HP8024A 电容测试仪和自主研制的 C-V 测试仪进行 C-V 特性。测试参数选择如下：

交流激励电压：频率 $f = 1000 \text{ Hz}$, 幅值 $U_0 = 0.1 \text{ V}$;

直流扫描电压：-3 V — +3V, 扫描间隔：0.001 V;

锁相时间常数： $T_C = 50 \text{ ms}$;

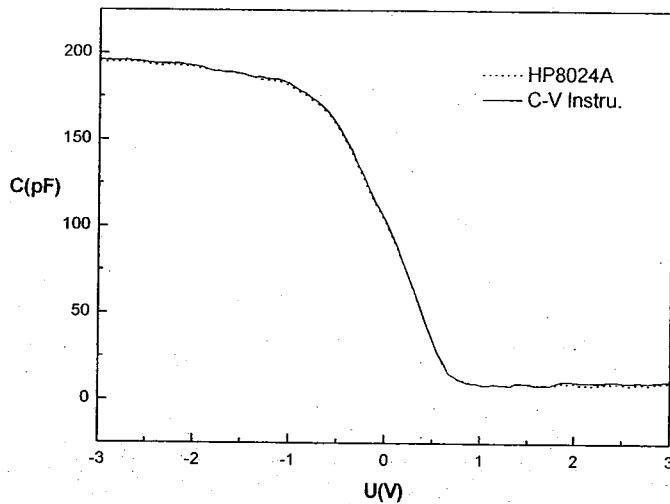


图 2-9 两个测试系统 MIS 结构 C-V 谱线的比较

测试结果如图 2-9 所示，其中虚线为进口的 HP8024A 电容谱仪测试结果，实线为自主研发的 C-V 测试仪得到结果，两台仪器的测试结果符合得非常好，基本重合。可见，基于锁相技术的 C-V 测试仪具有与进口仪器相当的测试性能和信噪比。

3. PZT 的 C-V 特性

在材料和器件 C-V 特性研究中，经常需要测量电容在电压往复扫描中表现出的滞回效应。为此我们采用了铁电薄膜材料 PZT 来检验该测试仪在电压往复扫描时的 C-V 测试性能，测试参数选择如下：

交流激励电压：频率 $f = 5000 \text{ Hz}$, 幅值 $U_0 = 0.1 \text{ V}$;

直流扫描电压：-8 V — +8V, 扫描间隔：0.05 V;

锁相时间常数： $T_C = 10 \text{ ms}$;

图 2-10 是铁电薄膜 PZT C-V 特性实验谱线，测量电压先递增后递减，由实验结果可见，扫描电压递增特性曲线和递减特性曲线形成了 PZT 的电滞回线，与铁电材料理论上的电滞特性相吻合。

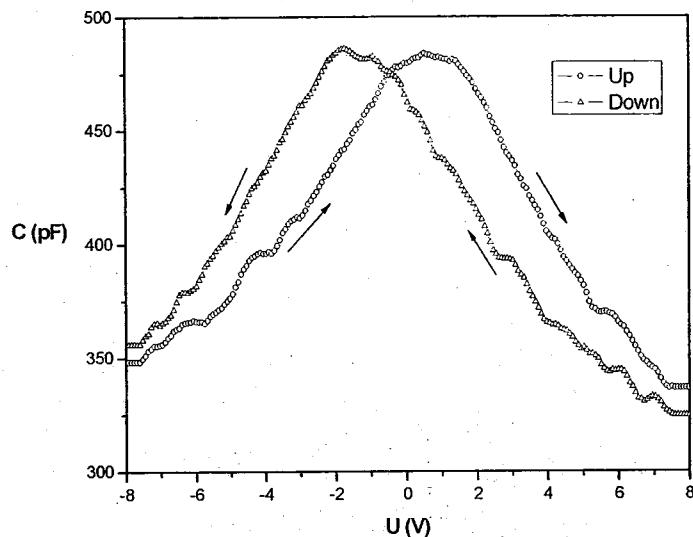


图 2-10 PZT 的正向和逆向 C-V 特性测试

2.1.6 误差分析

本文中的 C-V 特性测试仪主要应用于半导体器件的 pF 级电容测试，属于微弱信号的测量，因此必须降低测量中的各种误差。该 C-V 系统基于差分电桥原理，原理误差可以忽略，主要误差来自环境误差和系统误差：环境误差来自测试环境的温度、湿度、电场、磁场、辐射及气压等；系统误差来自测量仪器中各组件的元器件老化、频率漂移、测量线路的分布电容等。实验表明，将系统置于金属仪器柜中，待测样品置于金属屏蔽盒内可很大程度降低环境噪声。此外，在差分电桥的连接中，使参考电路和测量电路对称，并采用同型号、等长度的屏蔽线进行连接消除导线连接的分布电容。

由差分电桥原理中的式 (2-3) 可知，输出电压信号与测试信号频率成正比，因此可通过增大测试频率来提高测量灵敏度。多次测试发现，系统频谱噪声在 $f < 100 \text{ Hz}$ 时呈指数上升，而在 $f > 100 \text{ Hz}$ 的频区趋向恒定值，因此适当的选择测试频率可以提高测试的信噪比。

2.1.7 本节小结

本节介绍了一种以差分电桥为测试原理，以相敏检波作为测试方法的 C-V 特性测试仪。差分电桥的引入使得该测试仪可实现待测电容相对测量，减小测试结果的相对误差；数字锁相技术的采用，可锁定待测频率并滤除其他频率噪声，极大的提高测试性能。

在仪器设计中，为实现 C-V 谱仪的自动测试，设计了基于 C51 的单片机控制单元，而 USB 通讯接口的配置，便于该测试仪的外围拓展和与 PC 机的数据传输。为进一步提高测试精度，在仪器装置的互连中采用了抗电磁干扰的屏蔽线，并设计了 BNC 接口的专用金属屏蔽样品盒。

对陶瓷电容、STO MIS 结构和 PZT 铁电薄膜 C-V 测试结果及与 HP 电容测试仪的结果对比表明，该仪器具有较高的信噪比和灵敏度，是一台高性能的电压电容特性测试仪。

C-V 测试仪的总体性能指标如下：

1. 工作频率：0.001-100 kHz
2. 电压扫描范围：-12.000-12.000 V
3. 测试灵敏度：0.01 pF
4. 标准电容量程：1-1221 pF

该 C-V 测试仪的开发为我们之后的半导体器件性能研究提供的极大的便利和支持。在后续章节中，该 C-V 测试仪被应用于 MIS 结构的平带电压、反型呈电压、表面势和电荷密度研究和 STO 薄膜的电子注入阈值电压的研究。

2.2 双调制反射光谱仪

2.2.1 双调制反射光谱仪

本课题中为研究新型红外探测结构 MFMIS 中 MIS 结构在可见波段中反射率的电压调控规律，需要在固定入射波长下观测样品反射率随电压幅值的变化，因此基于传统的光栅单色仪调制光谱系统，提出了一种新的双调制光谱测量方法：在单色仪光路中放置斩波器（chopper），以低频率方波调制照射至样品的单色光，与样品上的外部调制（电调制或激光调制）构成双重调制，提高待测光信号的载波频率，达到提高系统信噪比的目的。在信号解调过程中，采用两级锁相技术进行两重相敏检波解调，实现微弱信号的提取。

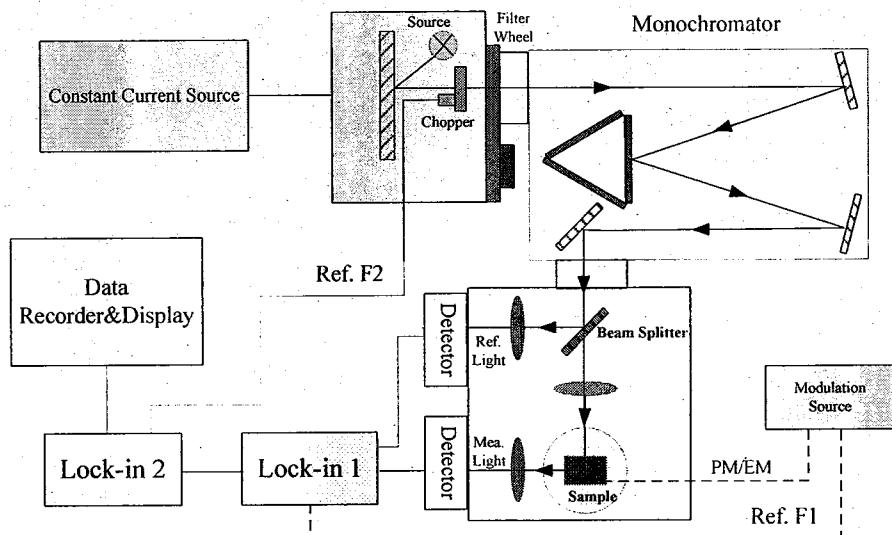


图 2-11 双调制双光路光谱仪实验装置示意图

该双调制反射光谱仪的实验装置如图 2-11 所示。实验装置由光源、斩波器、滤光片轮、光栅单色仪、样品室、外部调制源和锁相信号处理等部分组成。光源在直流电源驱动下以恒定功率工作，光线经自准后通过斩波器、滤光片和光栅单色仪。经单色仪输出的单色光进入双光路样品室，被半透半反镜分为测量光路和参考光路两个支路，测量光路经透镜会聚后照射至样品上，反射光进入探测器；参考光路直接进入探测器，为测量光路信号提供归一化校准。外部调制源（电压

调制 EM 或激光调制 PM) 以高频率 f_H (图中 Ref.F1) 对样品进行周期调制, 光路中的斩波器 (chopper) 以低频率 f_L (图中 Ref. F2) 对入射光进行调制。具有双重调制载波的测量光路信号通过两个级联的锁相 (lock-in1 和 lock-in2) 进行两步解调后, 输出至后续信号计算模块得到调制光谱。若样品的外部调制源为直流调制或不作用时, 此时该系统可只采用单个锁相 (去除 lock-in1), 进行样品静态反射率的测量。

2.2.1.1 双调制光谱仪工作原理

如前所述, 电调制反射测量中存在着电调制频率的电磁干扰噪声, 而光调制反射中存在着光调制频率的激光散射噪声和光致发光 PL 干扰信号。在传统调制反射光谱中引入主光路斩波器对入射光进行调制, 可有效的消除上述噪声影响, 提高测量信噪比。下面以光调制反射对该双调制光谱仪的工作原理进行论述。

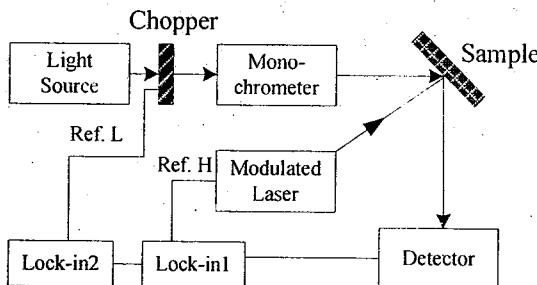


图 2-12 双调制 PR 反射实验装置示意图

图 2-12 为双调制 PR 反射实验装置的简单示意图, 此时样品的外部激励源为泵浦激光。锁相 Lock-in1 和 Lock-in2 作为信号发生器分别以高频 f_H 和低频 f_L 驱动泵浦激光和主光路斩波器工作, 对样品和入射光进行调制。探测器输出信号首先进入工作在高频 f_H 的 lock-in1, 进行第一阶段高频载波解调。Lock-in1 输出信号接入 lock-in2 进行第二阶段对低频 f_L 信号的相敏检测得到调制光谱强度。根据双调制原理, 为了避免信号混叠, 两个调制频率需满足关系: $f_H > 10f_L$, 为了取得更

精确的测试结果，通常两个调制频率被设置为： $f_H > 20f_L$ 。

双调制条件下，测量光路经样品反射后，被探测器检测到的信号可表示为^[12]：

$$\begin{aligned} S(\lambda)_{ac} = & B(\lambda)K_d(\lambda)\Delta R(\lambda)\sin(\omega_L t + \theta_L)\sin(\omega_H + \theta_H) \\ & + I_p(\lambda_p)K_d(\lambda_p)\sin(\omega_H + \theta_p) \\ & + I_l(\lambda_l)K_d(\lambda_l)\sin(\omega_H + \theta_l) + N \end{aligned} \quad (2-8)$$

式中 $\omega_L = 2\pi f_L$ 和 $\omega_H = 2\pi f_H$ ，为斩波器和泵浦激光的工作角频率； $S(\lambda)_{ac}$ 是在波长为 λ 单色光时探测器的交流响应输出信号； $B(\lambda)$ 为波长 λ 的窄波带内入射光强度； $K_d(\lambda)$ 为探测器对波长 λ 的响应因子，包含了系统中的光路影响因子； $\Delta R(\lambda)$ 是样品的光调制反射变化量； $I_p(\lambda_p)$ 和 $I_l(\lambda_l)$ 分别为样品受激光辐射后的光致发光强度和激光散射光强度。 N 为静态背景噪声。

由式 (2-8) 可知，只有光调制反射项 $\Delta R(\lambda)$ 在两重载波频率上，而主要噪声 PL 项 $I_p(\lambda_p)$ 和激光散射项 $I_l(\lambda_l)$ 的载波频率为 ω_H 。在第一阶段的高频 ω_H 载波解调中，与载波信号同频率的参考信号 $\sin(\omega_H t)$ 与测量信号 $S(\lambda)_{ac}$ 进行相关检波运算，并经过低通滤波。此时，随机的静态背景噪声 N 被滤除，式 (2-8) 中的 $S(\lambda)_{ac}$ 演变为 lock-in1 的输出信号 S_1^{LIA} ：

$$\begin{aligned} S_1^{LIA} = & \frac{K_1^{LIA}}{2}[B(\lambda)K_d(\lambda)\Delta R(\lambda)\sin(\omega_L t + \theta_L) \\ & + I_p(\lambda_p)K_d(\lambda_p) + I_l(\lambda_l)K_d(\lambda_l)] \end{aligned} \quad (2-9)$$

式中 K_1^{LIA} 是高频解调处理模块 (lock-in1) 的传递函数。经高频解调后，调制频率 ω_H 被解除，噪声 PL 项 $I_p(\lambda_p)$ 和激光散射项 $I_l(\lambda_l)$ 成为直流分量，光调制反射项 $\Delta R(\lambda)$ 在低频载波上。在第二阶段 lock-in2 的低频解调中，同频参考信号 $\sin(\omega_L t)$ 与 lock-in1 输出信号进行又一次相关锁相解调，输出信号即为到最终的测量结果：

$$S_2^{LIA} = \frac{K_2^{LIA} K_1^{LIA} B(\lambda) K_d(\lambda)}{4} \Delta R(\lambda) \quad (2-10)$$

式中 K_2^{LIA} 是低频解调模块（lock-in2）的传递函数。

由式（2-8）至（2-10）的论述可知，双重调制的采用有效的消除了光调制反射测量中的主要噪声：PL 和激光散射。相对于传统的光调制反射系统，双调制 PR 系统在信号处理阶段采用级联的两步相敏检波解调技术，可在无需加载光学滤波片等附加装置条件下提取微弱的调制反射光谱。

2.2.1.2 双调制光谱仪光学设计

1. 光源

由于后续 MIS 结构的光谱实验测量波段主要集中在可见和近红外区域，因此系统光源采用“卓立汉光公司”的 LHT75 型溴钨灯光源^[13]，涵盖波段为 300nm - 2500nm，工作额定功率为 75 W，由外部的 LPT75 型稳流电源驱动。光源室内有自准镜组，出射直径为 20 mm 的平行光束。

2. 单色仪

实验装置中的分光计采用“卓立汉光”的 SBP500 型光栅光谱仪^[14]，光谱扫描范围可从 185 nm 至远红外波段。该单色仪中具有三个光栅转台，对应 12001/mm，6001/mm 和 3001/mm 三种刻线闪耀光栅，通过微机控制自动更换光栅和波长扫描，波长分辨率可达 0.05nm，最小扫描步距为 0.0025 nm。光栅窗口狭缝高度为 14 mm，宽度可在 10 μm - 3 mm 间连续可调。该光谱仪配备 RS232 控制接口和 ActiveX 软件控件，为用户自定义控制程序开发提供了扩展接口。

3. 双光路样品室

为消除单光路测量中的由于时间间隔中的电源波动、光源漂移及电路中的不稳定的影响，样品室设计采用了特制的双光路测量方法^[15]，如图 2-13 所示，入射光线进入样品室后，被半透半反分光镜（Beam Splitter）分为参考光路和测量光路，

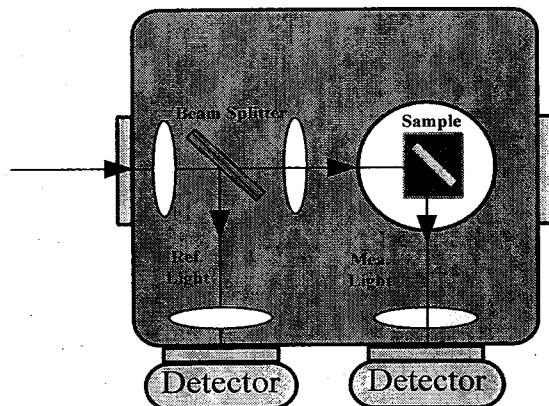


图 2-13 双光路样品室示意图

测量光路信号通过匹配的透镜组汇聚照射至样品表面，反射光被自准透镜收集进入探测器；参考光路不经过样品，直接到达探测器。参考光路信号作为光源、电源、探测器和电路等变化过程中的活动基准，在计算过程中，将到达探测器的测量光路和参考光路光强相除，由于上述不稳定因素对测量光路和参考光路的影响相同，即可消除上述各种影响因素的干扰，提高测量精度。该样品室具有一个入射窗口，三个出射窗口：参考光路、反射光路和透射光路，可进行反射光谱和透射光谱的测量（实验中由于只关注反射光谱，故透射光路窗口封闭），在各出射窗口前都有一组自准透镜，实现出射光对探测器的自准成像。半透半反分束器直径为 25.4 mm，安装在旋转光具座上，默认角度值为与主光路成 45° ，旋转光具座具有 $\pm 5^{\circ}$ 的调整余量，调节最小间距为 0.5° 。为实现 400-1500 nm 的分束测量，采用了 4 个连续波段的半透半反镜，分别为 450-650 nm, 650-900 nm, 900-1200 nm 和 1200-1500 nm。样品架(sample holder)由旋转台和三维平移的光具座支撑，可实现 Z 轴 180° 旋转和 X、Y 和 Z 三个方向的平移调节。

由于单色仪出射光竖直高度为固定的 14 mm，为调节照射至样品上的光斑大小，在测量光路中设计了两个透镜组成的汇聚光路，第一个透镜为短焦距球面镜，焦距为 34mm，固定在距离入射窗 50mm 的位置，第二个透镜焦距为 70mm，可在距离第一个透镜像点 70 mm 和 140 mm 之间调节：1) 在位置 70 mm 时，照射至样

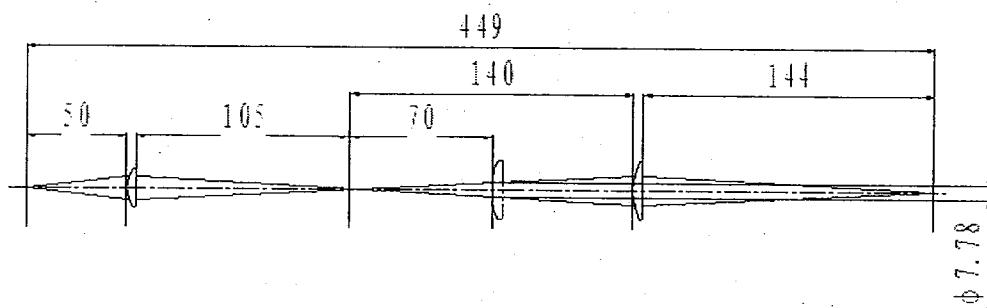


图 2-14 测量光路设计示意图

品的光束为平行光，高度为 7.78mm；2)在位置 140 mm 时，照射至样品的光束为汇聚光斑，高度为 2 mm。

该样品室设计完成后交由“卓立汉光公司”加工，定制图如图 2-15 所示。

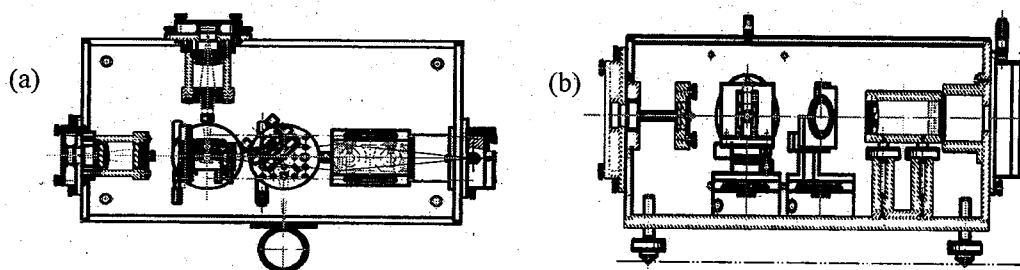


图 2-15 双光路样品室定制图：(a) 俯视图 (b) 侧视图

4. 探测器

该系统探测器采用 PMTH-S1-CR131 型侧窗式光电倍增管，光谱响应范围为 185 nm-900 nm，峰值相应波长为 400 ± 30 nm，由 HVC1005 型高压稳压源控制响应增益，输出电压可在 0-1100V 之间连续调节，输出电压最大漂移为 $\pm 0.03\% / h$ 。

2.2.2 级联双解调锁相放大器

在典型的调制反射光谱系统中引入斩波器对主光路进行调制，在信号处理过程中可看作引入一个与斩波器工作频率同频 (f_L) 的交流信号与原信号 (f_H) 进行混频处理。在混频后的解调算法中，通常利用相敏检波对两频率差 ($f_H - f_L$)

或两频率和 ($f_H + f_L$) 进行锁定解调，得到原信号的载波幅度值，但这对频率发生器和合成器的精确性要求非常高，频率的微小扰动就会严重的影响测量结果。因此在本系统的信号采用级联的双锁相技术对混频后的双载波信号进行两步解调。

如图 2-11 所示，在双调制反射测量中，探测器输出的双载波信号可通过串联的两个锁相放大器进行高频和低频的先后解调，实现调制光谱强度的提取。在解调处理时，前端的 lock-in1 工作在高频下，对测量信号进行互相关和滤波处理后通过数模 (DAC) 端口输出模拟信号，作为后端 lock-in2 的输入信号。lock-in2 对 lock-in1 的输出信号进行低频锁相运算完成级联解调。lock-in1 的时间常数须设置为足够小量，确保输出的数模转换信号相对于 lock-in2 输入端构成连续信号。

由两个锁相放大器串联组成的解调系统，很大程度上受到时间常数的限制。商用的成型锁相放大器，通常只提供几档固定的时间常数选项，缺少灵活性。为确保工作在高频下 lock-in1 的模拟输出近似为连续信号，时间常数应选择尽量小至高频信号的周期值，然而固定的时间常数选项极易破坏低频载波信号的周期性，造成第二阶段的低频解调信号失真。其次，两个锁相间的信号传输需要通过 lock-in1 输出端的数模转换和 lock-in2 输入端的模数转换来实现，引入了冗余的量化误差，势必降低测量的精度。此外两个锁相不同的增益和相位稳定性也会影响测量结果的准确性。虽然原则上双调制频率满足频率比 f_H/f_L 大于 10 即可避免信号混叠^[16]，但多次实验调试表明，对于两个锁相串联的双解调系统，双调制频率比 f_H/f_L 大于 40 时才能获得较好的测量结果。

为了克服上述两个锁相放大器串联系统中的诸多不足，文本提出了一种新的级联锁相解调算法，并基于数字信号处理器 (Digital Signal Processor, DSP) 设计电路模块实现了该级联解调算法的硬件实施。DSP 强大的运算能力和便利的数字模块开发，使得基于 DSP 的嵌入式电路可实现诸多复杂的功能和应用。为满足不同的复杂测试需求，许多基于 DSP 的特殊数字锁相仪器已经发展起来，如具有 PPM 的多通道数字锁相放大器，并行多频率扫描数字锁相放大器，320 通道的双相锁相

光谱仪等^[17,18,19]。为实现更高效的级联解调算法，本文中以 DSP 为控制和运算核心，开发了一套集成级联双锁相解调（tandem lock-in）的新型数字锁相放大器，可进行双调制光谱中双载波频率信号的测量。相对于串联的双锁相放大器系统，该测试仪具有以下优点：

- 1) 高速率的 DSP 可在短时间内完成两次相关解调运算，减少了测量时间；
- 2) 在整个信号处理过程中，在完成一次模数（AD）转换后，所有运算均在数字域内完成，避免了冗余的数模和模数转换的量化误差；
- 3) 两路外部调制器的驱动信号由该测试仪输出，可精确控制两路调制信号的倍数和相位，在解调过程中较好的保持信号周期的完整性。

2.2.2.1 级联双解调算法设计

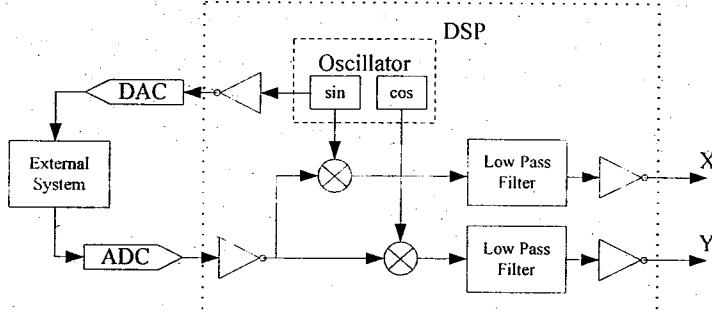


图 2-16 锁相的基本工作原理

基本的数字锁相放大器由四部分组成：ADC 和 DAC，数字乘法器，数字振荡器和低通滤波器，如图 2-16 所示^[20]。锁相的测量原理为采用相同频率的参考信号与测量信号进行相关运算解调。数字振荡器产生相同频率的测量信号与参考信号，测量信号通过 DAC 转换为模拟信号，被外部被测系统改变幅度和相位，随后经过 ADC 进入锁相，与内部的同相和正交的参考信号分别相乘。低通滤波器滤除乘法器输出结果的交流分量，保留直流分量。由同相和正交的两路直流结果，即可计算出待测信号的幅度和相位值^[21]。

假设外部系统的响应信号为：

$$v_{sig}(n) = V_{sig} \sin(\Omega_{sig} n + \theta_{sig}) + N(n) \quad (2-11)$$

式中 V_{sig} 、 Ω_{sig} 和 θ_{sig} 分别为待测系统的幅度响应，频率响应和相位响应， $N(n)$ 为外部系统引起的离散静态噪声。锁相内部的参考信号序列分为同相和正交两组：

$$\begin{aligned} v_{ref_sin}(n) &= \sin(\Omega_{ref} n) \\ v_{ref_cos}(n) &= \cos(\Omega_{ref} n) \end{aligned} \quad (2-12)$$

式中， Ω_{ref} 为离散参考序列的角频率。测量信号和参考信号在锁相内部分别进行同相和正交的相关运算，由图 2-16 中的两个乘法器实现：

$$\begin{aligned} v_x &= v_{sig}(n) \cdot v_{ref_sin}(n) \\ v_y &= v_{sig}(n) \cdot v_{ref_cos}(n) \end{aligned} \quad (2-13)$$

将式 (2-11) 和 (2-12) 代入 (2-13) 并进行三角函数的积化和差整理可得：

$$\begin{aligned} v_x &= \frac{V_{sig}}{2} \cos[(\Omega_{sig} - \Omega_{ref})n + \theta_{sig}] - \frac{V_{sig}}{2} \cos[(\Omega_{sig} + \Omega_{ref})n + \theta_{sig}] + N(n) \cos(\Omega_{ref} n) \\ v_y &= \frac{V_{sig}}{2} \sin[(\Omega_{sig} - \Omega_{ref})n + \theta_{sig}] + \frac{V_{sig}}{2} \sin[(\Omega_{sig} + \Omega_{ref})n + \theta_{sig}] + N(n) \sin(\Omega_{ref} n) \end{aligned} \quad (2-14)$$

由于随机静态噪声与参考信号不具备相关性，在相关运算中积分趋向于零平均值而被消除。两路相关运算结果经低通滤波器滤除高频分量，输出两路低频信号：

$$\begin{aligned} X &= \frac{V_{sig}}{2} \cos[(\Omega_{sig} - \Omega_{ref})n + \theta_{sig}] \\ Y &= \frac{V_{sig}}{2} \sin[(\Omega_{sig} - \Omega_{ref})n + \theta_{sig}] \end{aligned} \quad (2-15)$$

当测量信号与参考信号频率相同时，即可提取出直流分量：

$$\begin{aligned} X &= \frac{V_{sig}}{2} \cos(\theta_{sig}) \\ Y &= \frac{V_{sig}}{2} \sin(\theta_{sig}) \end{aligned} \quad (2-16)$$

由两路正交的直流测量结果，可计算得到测量信号的幅值和相位：

$$Mag = \sqrt{X^2 + Y^2} = \frac{1}{2} V_{sig} \quad (2-17)$$

$$Phase = \tan^{-1}(\frac{Y}{X}) = \theta_{sig}$$

在级联的双锁相解调中，基于锁相的基本工作原理，设计了一种新的级联解调算法，可实现双频率载波信号的高效解调测量，其工作原理如图 2-17 所示^[22]。

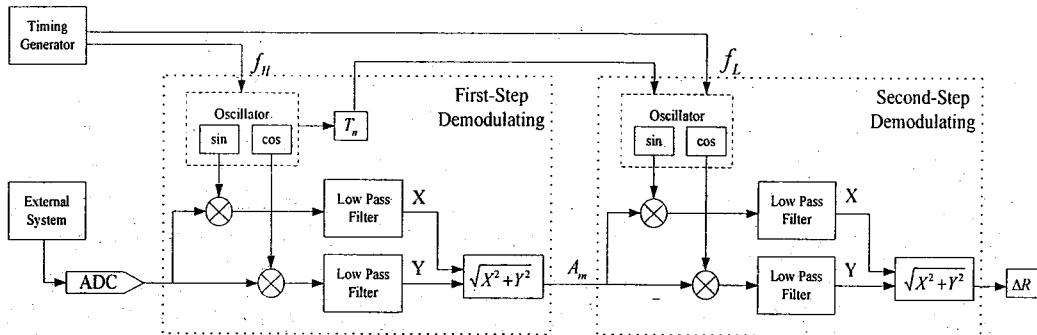


图 2-17 级联锁相解调处理的算法流程图

假设两个外部调制频率 f_H （高频，样品调制）和 f_L （低频，光路调制）满足关系： $f_H = N \cdot f_L$ ，式中 $N > 20$ 且为整数。两调制信号初始相位均设置为 0，此时，一个周期的低频信号即包含 N 个完整周期的高频信号。外部待测信号经过 ADC 以采样频率 f_s 抽取进入锁相内部，由图 2-17 可知，级联解调的信号处理分为两个阶段执行，第一阶段进行高频调制信号的相关解调，内部生成参考信号 $\sin(2\pi f_H t)$ 和 $\cos(2\pi f_H t)$ ，时间常数 T_1^{LIA} 设置为高频周期的整数倍：

$$T_1^{LIA} = N_1 / f_H \quad (2-18)$$

式中 N_1 为整数且 N/N_1 为大于 10 的整数。将一个低频周期长度 ($1/f_L$) 的信号分为 N/N_1 段，并基于式 (2-13) 至 (2-17) 进行相关解调，每 N_1 个高频周期信号即转化为一个幅值 A 。离散的幅值序列 A_m ($m=1, 2, \dots, N/N_1$) 重新恢复了一个完整周期的低频信号。同时与幅值序列每个元素 A_m 对应的时间位置 T_m 将按照如下规则记

录下来并发送至第二阶段解调模块：

$$T_m = \left(m - \frac{1}{2}\right) \frac{N_1}{f_H}, \quad (m = 1, 2, \dots, \frac{N}{N_1}) \quad (2-19)$$

在第二阶段的解调处理中，低频 f_L 参考信号序列根据第一阶段解调过程
中式 (2-19) 的时间位置 T_m 生成：

$$R_m^{\sin} = \sin(2\pi f_L T_m), \quad R_m^{\cos} = \cos(2\pi f_L T_m), \quad (m = 1, 2, \dots, \frac{N}{N_1}) \quad (2-20)$$

利用第一阶段高频解调后生成的幅值序列 A_m 和第二阶段的低频参考序列 R_m^{\sin} 、 R_m^{\cos} ，
进行再一次如式 (2-13) 至 (2-17) 的相关解调，可去除低频载波频率，从而提取
出原始信号幅值。

由级联双解调算法的论述可知，该方法在实现双载波频率解调时，可根据信
号频率选择适当的时间常数，改善测量性能；在高频解调中较好的保持了信号的
周期性，为低频解调的相关运算实现提供便利；在第一步高频解调中，幅值序列
的生成和利用实现了对低频信号的降采样处理，提高运算效率，同时可有效减小
第二阶段低频解调时低通滤波器的截止频率。

2.2.2.2 级联双解调电路设计

为实现前述级联解调算法，本文基于 DSP 技术设计了一套嵌入式电路系统，
包含基于 TI TMS320C6701 DSP 的控制和运算单元、基于 Xilinx Spartan-3A
XC3S400 现场可编程门阵列 (FPGA) 的时序控制和频率合成单元和音频解码器
(CODEC 4231) 的模数和数模转换单元等功能模块。

1. 时序控制和频率合成：Xilinx Spartan-3A XC3S400 FPGA

XC3S400 是一款性价比很高的 Spartan-3 系列器件，采用 Virtex-II FPGA 器件
架构^[23]。该器件内核电压采用 1.2V，全局时钟频率为 50 MHz，内部集成了 40 万
逻辑系统门，195 个用户可配置 I/O 接口，可满足复杂数字信号处理和电路外围拓

展需求。此外，芯片内部采用了可配置逻辑块（CLB）和块存储器（BlockRAM）结构，适用于实现复杂的逻辑功能和存储器功能。高性能的数字时钟管理器（DCM）可完成包括消除时钟延时、频率合成、始终相位调整等功能。

在该系统中，FPGA 除了完成基本时钟管理和片外端口拓展功能外，还作为系统的信号发生源，基于直接数字频率合成（Direct Digital Synthesis, DDS）技术，生成两路频率信号，驱动外部调制源工作，同时产生两组同频内部参考序列，供级联相关解调运算操作。

DDS 的基本原理是以数控振荡器的方式，产生频率、相位可控制的正弦波^[24]。系统由 N-bit 相位累加器、ROM 只读存储器（正弦查找表）、数模转换器（DAC）、低通平滑滤波器（LPF）构成，如图 1 所示， f_c 为时钟频率，K 为频率控制字，N

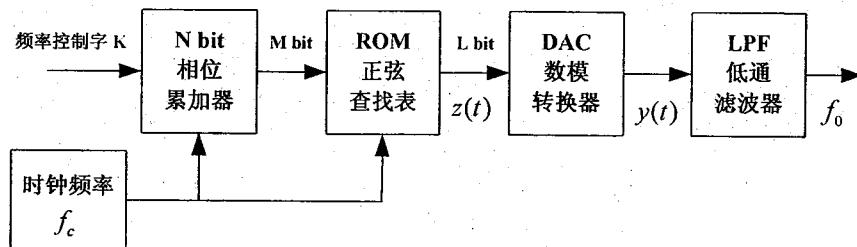


图 2-18 DDS 基本原理框图

为相位累加器字长，M 为 ROM 地址线位数，L 为 ROM 数据线宽度， f_0 为输出频率。相位累加器由全加器和累加寄存器级联组成，在时钟频率 f_c 的控制下，对输入频率控制字 K 进行累加，累加满量时产生溢出。相位累加器位数为 N，最大输出值为 $2^N - 1$ ，对应于 2π 相位，累加一次即输出一个相应的相位码，通过查表（ROM 中的正弦表）得到正弦信号的幅度，随后经过 D/A 转换为模拟信号，由低通平滑滤波器滤除杂散波和谐波，输出频率为 f_0 的正弦波，输出频率由 f_c 、N 和 K 共同决定：

$$f_0 = \frac{K}{2^N} f_c, \quad (K < 2^N - 1) \quad (2-21)$$

基于 XC3S400 FPGA 的 DDS 实现模块如图 2-19 所示，其中，输入端 K2 为频

率控制字，决定了 DDS 的频率分辨率，K1 为初相控制字，CLK 为时钟频率 f_c ，EN 为使能引脚，RESET 为复位引脚，SIN 为输出的正弦离散幅度序列。FPGA 中

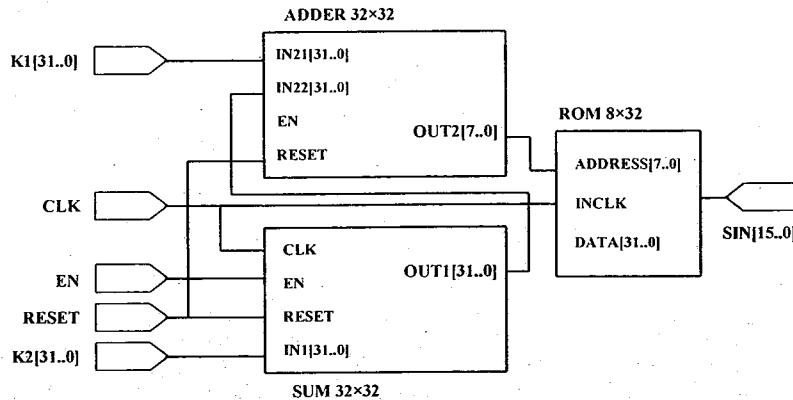


图 2-19 DDS 的 FPGA 实现框图

内嵌 BlockRAM 作为正弦幅值序列查找表（look-up table）的存储单元（ROM），存储 128 个 32-bit 的正弦浮点值。DDS 的电路设计中，相位累加器是决定 DDS 性能的一个关键部分，为提高系统的工作速度和减小延时，采用 4 个 8-bit 的累加器以流水线方式实现 32-bit 累加器，取代 FPGA 单元库中现成的 32-bit 加法器^[25]。查找表中 128×32 -bit 元素及其内部插值实现的正选序列与 32-bit 累加器输出的相位值一一对应实现整周期正弦信号的数字振荡器。仿真结果表明，该正弦频率合成方法的最大总谐波失真（total harmonic distortion, THD）小于 -210 dB，基本可以消除 THD 的影响^[26]。输出的数字正弦序列经音频解码器中的 DAC 和低通平滑滤波器，输出所需频率的连续正弦信号。参考信号中的正交余弦序列可通过对正弦查值表相移 90° （128/4 位）获得。由式（2-21）可知，利用全局时钟 50 MHz，32-bit 的相位累加器，可通过设置控制字 K，获得 0-50 MHz 间的任意频率信号，频率分辨率为 0.0116 Hz。

2. ADC 和 DAC: CODEC4321A

电路模块中采用的 CODEC4321A 型音频解码器，内嵌了 2 个 16-bit 的 ADC 和 2 个 16-bit 的 DAC，ADC 和 DAC 具有可编程控制的采样速率（sampling rate），在 5.5125 kHz-48 kHz 间连续可调。在 ADC 通路，匹配了可编程增益放大器

(programable gain amplifier, PGA) 和反混叠滤波器 (antialiasing filter); 在 DAC 通路，配置了低通平滑滤波器 (smoothing filter)。

根据奈奎斯 (Nyquist) 原理，采样频率 f_s 的选择应满足大于采样信号中最大频率 f_m 的两倍^[27]。然而，对于锁相系统而言，大量的仿真和实验结果表明：当 $f_s/f_m < 16$ 时，为获得满意的测量结果需要选择非常长积分时间常数；当 $f_s/f_m > 32$ 时，采样速率的提高对于测量精度改进有限^[28]。因此，适当的采样速率应选择为 $M = f_s/f_m \in [16, 32]$ ，且 M 为整数。仿真结果表明：在信噪比为 -126 dB 的强噪声背景下，对于 400Hz 频率信号， $M=32$ 时，锁相测试结果的相对误差小于 3%。

3. 主处理器：TI TMS320C6701 DSP

TMS320C6701 是一款具有优异处理能力的 32 位浮点数字信号处理器，内核主频为 167 MHz，峰值运算高达每秒 1G 浮点操作 (GFLOPS)^[29]。1M-bit 的片上 SRAM，包括 512K-bit 的内部程序储存器和 512K-bit 的数据储存器，片上 DMA 支持快速的片外存储器存储，速度高达 2 Gbyte/s。外部的音频解码器通过多通道缓存串口 MCBSP0 与 DSP 内核相连；片外 $1M \times 32$ -bit 的 SDRAM 外部存储器通过 DSP 外部存储器接口 (EMIF) 与 DSP 的 CE0、CE1 和 CE2 空间相连；FGPA 与 DSP 通过外部总线实现通信接口，满足级联数字锁相的测量数据大、实时性强、处理复杂等要求。

DSP 作为级联双解调信号处理电路的运算和控制核心，通过发送相应指令完成各功能模块的初始化和音频解码器的采样率设置。此外，DSP 内部程序模块基于内嵌的 IP 核工具包实现以下数字信号处理：

(1) 数字陷波

微弱信号检测领域中，工频信号是必须去除的干扰信号。在数字锁相中我们采用两种方法去除工频干扰：1) 对于低频信号 ($f < 500$ Hz)，采用 50Hz 数字陷波器；2) 对于高频信号 (500 Hz-2 kHz)，设计以信号 f 为中心频率的窄带滤波器。

数字陷波器应满足两个条件^[30]: 1) 传递函数的零点位于单位圆上, 使得其陷波深度为无限大; 2) 传递函数的零点与极点必须匹配, 使得除陷波频率外其他频率成分不受影响。因此, 数字陷波器传递函数具有如下的镜像对称:

$$H(z^{-1}) = \frac{1 + az^{-1} + z^{-2}}{1 + apz^{-1} + p^2 z^{-2}} \quad (2-22)$$

式中 p 为接近 1 但略小于 1 的常数, 该值决定了陷波器带宽、陷波深度; a 为陷波频率的选择参数, 在采样频率为 f_s 时, 陷波中心频率 f_0 为:

$$f_0 = \frac{\arccos(-a/2)}{2\pi} f_s \quad (2-23)$$

对于给定的 f_0 和 f_s , 在满足陷波宽度和陷波深度条件下, 确定其式 (2-22) 中陷波滤波器参数 a 和 p 。本系统设计中选择中心频率为 $f_0 = 50$ Hz (电源工频), 陷波深度为 -114 dB, 几乎完全消除了工频干扰信号的影响。

(2) FIR 滤波

DSP 中采用有限冲击响应 (finite impulse response, FIR) 低通滤波器对相关乘法运算结果的直流分量进行提取。与 IIR 滤波器和模拟滤波器相比, FIR 滤波器具备更高的稳定性^[31]。这里采用偶对称线性相位 FIR 低通滤波器加 Blackman 窗来完成低通滤波功能。偶对称线性相位理想低通滤波器数学原型为^[32]:

$$b(n) = \frac{2\omega_c}{2\pi} \cdot \frac{\sin[\omega_c(n - \frac{N-1}{2})]}{\omega_c(n - \frac{N-1}{2})} \quad (2-24)$$

式中, N 为滤波器阶数, 取奇数; $\omega_c = 2\pi f_C / f_s$ 为滤波器归一化截至角频率; f_C 为滤波器截止频率。Blackman 窗可改善数字 FIR 低通滤波器的频谱特性, 提高阻带的衰减强度, 遏制通频带以外的噪声幅度^[33]。Blackman 窗口系数可由下式求得:

$$Wb(n) = 0.42 + 0.5 \cos\left(\frac{2n\pi}{N-1}\right) + 0.8\left(\frac{4n\pi}{N-1}\right) \quad (2-25)$$

本系统中, 设置 FIR 低通滤波器的-12dB 截止频率 $f_C / f_s = 0.005$ 。当频率比

$f_H/f_L = 20$ 和采样频率 $f_s = 48K\text{sps}$ 时，第一阶段高频解调中的低通截至频率为 240 Hz@48 Ksps，由于高频通常设置在 1-2 kHz，该低通滤波器可有效滤除信号中的高频成分；第二阶段低频解调中，由于第一阶段对信号序列进行了 20 倍降采样，利用相同的低通滤波器，截至频率低至 10 Hz，利于提出信号中的直流分量。

(3) 相关运算

经过 ADC 采样输出的信号序列 $S(n)$ 分别与同频的参考正弦、参考余弦序列进行如下互相关运算^[34]，得到同相和正交两路信号：

$$\begin{aligned} X(m) &= \frac{1}{N} \sum_{n=0}^{N-1} S(n) \sin(n+m) \\ Y(m) &= \frac{1}{N} \sum_{n=0}^{N-1} S(n) \cos(n+m) \end{aligned} \quad (2-26)$$

式中 N 取决于时间常数内的采样点数，由式 (2-26) 的两路信号可计算出待测信号的幅值和相位。

2.2.2.3 级联双解调锁相放大器测试流程

图 2-20 描述了该级联双解调锁相放大器的工作流程，图中 3 个框图分别代表了 DSP、FPGA 和 CODEC 三个功能模块的操作流程。当所有实验参数确定后，包括高频调制频率 f_H 、低频调制频率 f_L 、采样频率 f_s 、时间常数 T 等，级联锁相放大器初始化各用户定制测量参数，并完成以下操作：

1. DSP 内部初始化，完成片上各端口的初始配置，加载片内程序模块，设置 DSP 内部功能参数，如积分时间常数，低通滤波器系数等，并发送相应指令设置 CODEC 采样频率和 FPGA 信号发生器的高频和低频驱动信号频率值；
2. FPGA 经 DSP 触发启动，初始化各 I/O 端口。以 DDS 方式生成两路调制信号，经 CODEC 的 DAC 和平滑滤波输出，驱动两路外部调制源工作；同时合成同频的参考正弦、参考余弦序列反馈至 DSP 供相关解调运算；
3. 外部系统待测信号经 PGA 和反混叠滤波器后到达 ADC，采样后的信号序列进

入 DSP 数据接口。在信号预处理阶段，截至频率为 0.1 Hz 的一阶数字 RC 高通滤波对待测信号进行交流耦合，滤除直流分量，数字陷波滤波器消除信号中的工频干扰；

4. 预处理后的信号进入第一阶段的高频解调，高频载波信号与参考序列($\sin(\omega_H n)$ 、 $\cos(\omega_H n)$)进行互相关运算，解调得到的幅值序列和与之相应的时间序列发送至第二阶段的低频解调；
5. 根据第一解调阶段的时间序列生成低频参考信号，与幅值序列进行再一次相关解调运算，去除载波频率，得到测量结果。

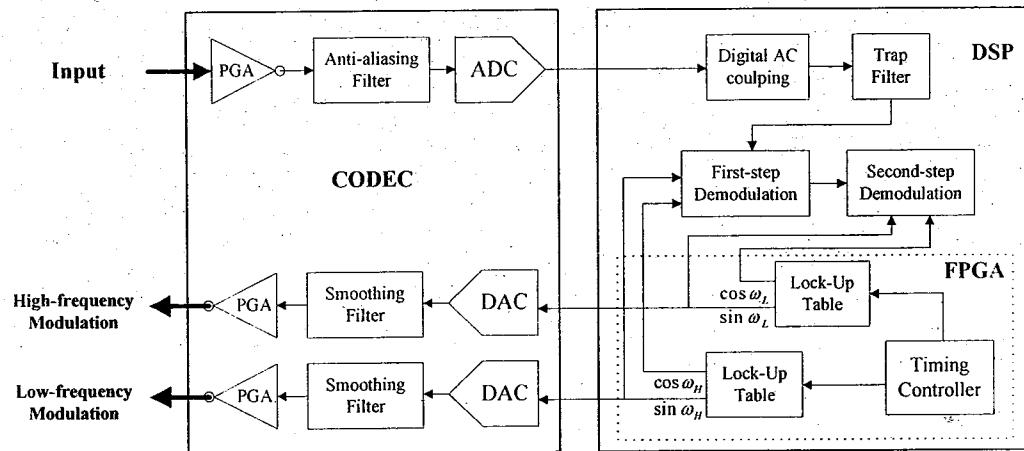


图 2-20 级联双解调锁相放大器的工作流程图

2.2.2.4 级联双解调锁相放大器软件设计

级联锁相的软件设计包括 DSP 初始化和运算功能模块设计，FPGA 的固件程序设计，Codec 的 ADC 和 DAC 初始化设定采样频率，并完成输入输出校准。DSP 软件设计基于 CCS (Code Composer Studio) 集成开发环境完成^[35]。CCS 提供了 DSP 配置、建立、调试、跟踪和分析程序的工具，便于实时信号处理程序的编制和测试，缩短开发周期。FPGA 固件程序基于 Verilog DHL 硬件语言实现内部时序和逻辑设计^[36]，通过 JTAG 程序装载接口下载至 FPGA 内部。Codec 的初始化通过

DSP 发送触发指令完成。

1. DSP 程序设计

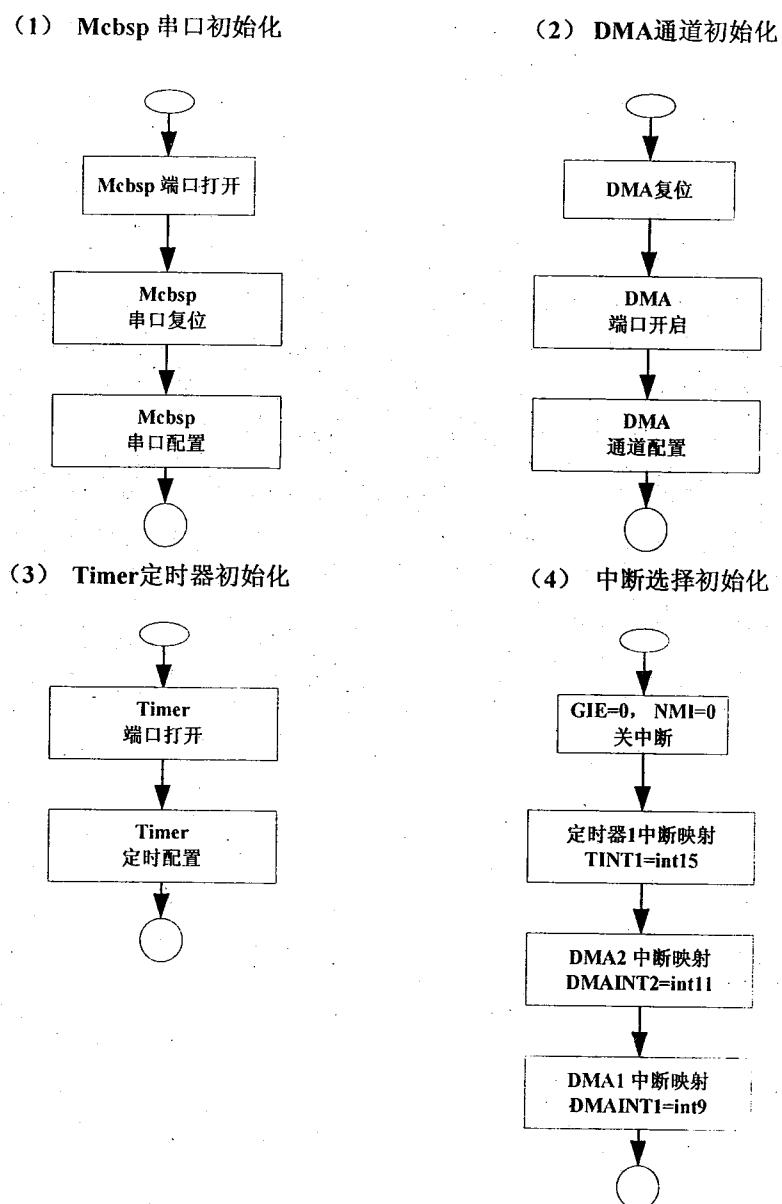


图 2-21 DSP 硬件初始化

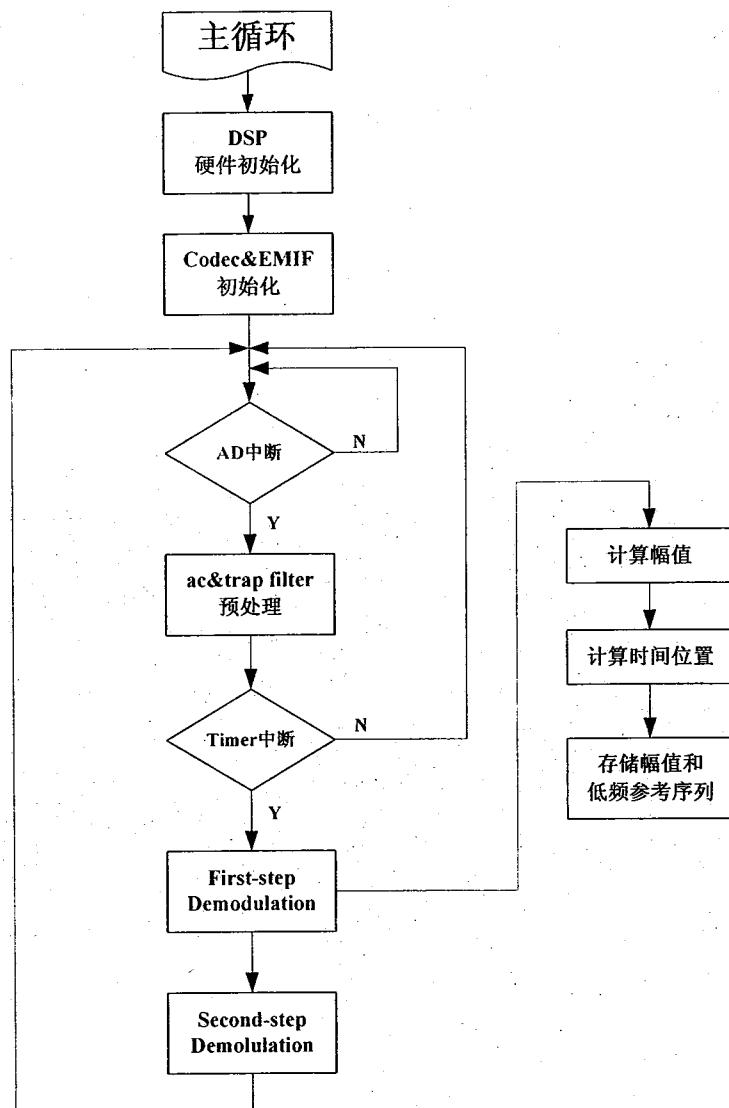


图 2-22 DSP 功能模块程序流程图

2. FPGA 程序设计

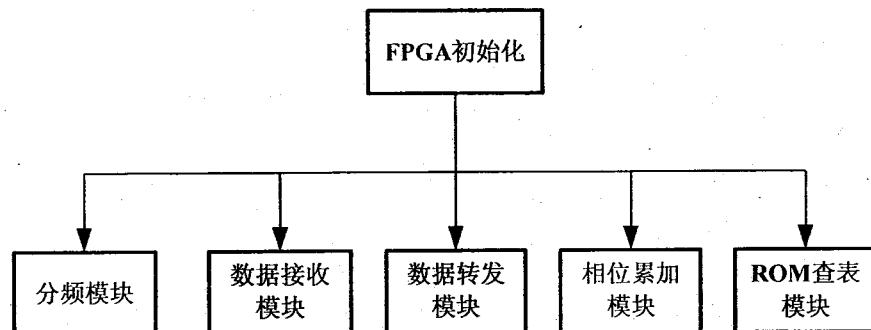


图 2-23 FPGA 程序模块设计示意图

2.2.3 性能分析

为评估基于级联双锁相放大器的双调制光谱仪工作性能，我们用该实验装置测量了 GaAs 和 GaSb 的光调制反射（PR）光谱和 STO MIS 结构的电调制反射。

图 2-24 为 GaAs (100) 样品在 200K 温度下的 PR 光谱测量结果，测试光能量为 1.40 eV-1.50eV 区域，其中，(a)实验曲线由两个 SR Model 7265 锁相放大器串联组成的解调系统测量得到；(b)实验曲线为自行开发的级联双解调锁相测量结果。

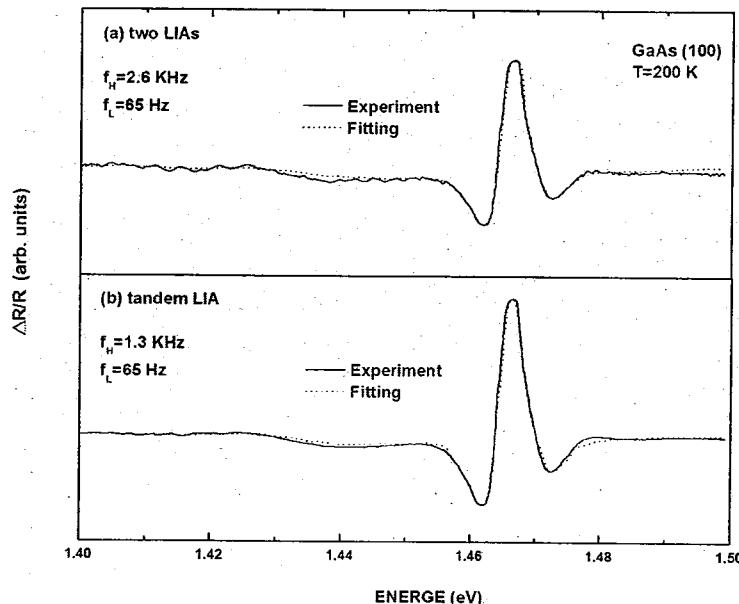


图 2-24 GaAs (100) 200K 的 PR 实验曲线（实线）和拟合曲线（虚线）

(a) 串联双 Model 7265 锁相测量结果；(b) 级联双解调锁相测量结果

级联双解调锁相放大器实验参数设置为：

$$f_L = 65 \text{ Hz}; f_H = 20f_L = 1.3 \text{ KHz}; \text{ 时间常数 } T = 155 \text{ ms};$$

串联双 Model 7265 锁相实验参数设置为：

$$f_L = 65 \text{ Hz}; f_H = 40f_L = 2.6 \text{ KHz}; \text{ 时间常数 } T = 200 \text{ ms};$$

在串联双 Model 7265 锁相解调系统中，为获得满意的测量结果，频率比需设置为高达 40 倍，为级联双解调锁相系统中频率比的 2 倍。图 2-24 中，(a)和(b)的实

验曲线都较好的表征了 GaAs 样品的 PR 三次微分线形特性，明显的曲线峰值出现在 1.455-1.475 eV，与 200K 时 GaAs 样品的基本禁带宽度理论值 1.465 eV^[36]相符。与双 Model 7265 锁相系统（图(a)）相比，级联双解调锁相（图(b)）在更低频率比(20) 和时间常数 (155ms) 下获得了更为平滑的实验曲线，具有更高的信噪比(SNR)。以图中实验曲线峰值与测量中的最大背景噪声的比值来定义测量 SNR。则级联双解调锁相的测量 SNR 为 31，而双 Model 7265 锁相的测量 SNR 为 20。

为了校验实验曲线中的 PR 光谱特性，我们采用低场调制和无边界条件下的三次微分调制光谱线性函数对实验曲线进行最小二乘法拟合^[37]：

$$\frac{\Delta R}{R} = \operatorname{Re} \sum_i C_i e^{j\theta_i} (E - E_i + j\Gamma_i)^{-n} \quad (2-27)$$

式中 Re 代表实部； C_i 和 θ 分别为第 i 条线形的幅度和相位因子； E_i 和 Γ_i 表示 i 型跃迁的禁带宽度和能带展宽； n 依赖于抛物线临界点模式，对于三维临界模型 $n=2.5$ 。拟合曲线以虚线形式在图中表示，与实验曲线较好吻合，证实了 PR 测量曲线的三次微分特性。以标准差 σ 来为评估实验结果的优劣：

$$\sigma^2 = \frac{\sum_i (E_i - F_i)^2}{\sum_i E_i^2} \quad (2-28)$$

式中 E_i 为实验数据， F_i 为拟合数值。图 2-24 中 (a) 和 (b) 的标准差分别为 $\sigma_a = 0.204$ 和 $\sigma_b = 0.091$ ，标准差的比较再次表明级联双解调锁相放大器的测试性能比双 Model 7265 锁相系统更优越。

室温下 GaSb 样品基本禁带宽度为 0.703V^[38]，被用来检验双调制光谱仪在更小光能量区域（更长波段）0.45 eV-1.3eV 的应用。由于环境噪声随光子能量的降低而增大，为了消除环境噪声，低频调制信号 f_L 被提高至 133 Hz，在双 Model 7265 锁相系统中，高频调制信号需设置为 $f_H = 40f_L = 5.32$ KHz。由于样品的高频激光调制通过机械斩波器实现，而机械斩波器的最大工作频率为 4 KHz 左右^[39]，因此

双 Model 7265 锁相系统因高频率比需求而无法完成该 PR 光谱测量。我们采用了级联双解调锁相系统进行测试。实验参数设置为：

$$f_L = 133 \text{ Hz}; f_H = 20f_L = 2.66 \text{ KHz}; \text{ 时间常数 } T = 300 \text{ ms};$$

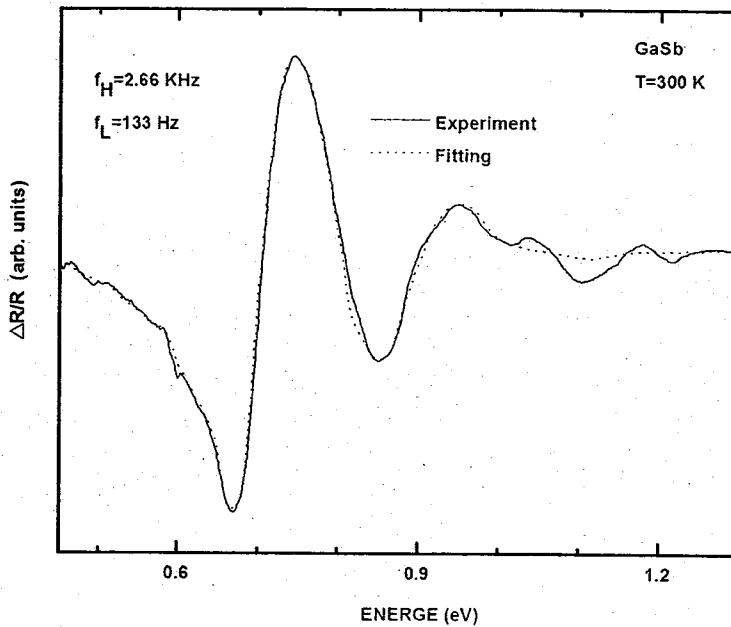


图 2-25 室温下 GaSb 的 PR 实验曲线（实现）和拟合曲线（虚线）。

图 2-25 中实线为 GaSb 样品的 PR 光谱测量结果，虚线为三次微分光谱的拟合曲线。实验曲线和拟合曲线都很好的描述了 PR 光谱的三次微分线形特性，光谱峰值出现在 0.65 eV-0.85 eV 之间。测量结果的 SNR 约为 29，与拟合参数的标准差为 $\sigma = 0.154$ ，表明了该光谱仪在 0.45eV-1.3eV 光子能量区域具有较高的测试性能。

基于光栅单色仪的光谱系统可在固定入射波长下研究样品的光谱强度特性，在后续章节中将利用该光谱仪研究 MIS 结构反射率的电压调控规律。我们采用双调制光谱仪测量了 STO MIS 结构在 560 nm、600nm 和 660nm 三个固定波长下 ER 强度随偏置电压的变化，如图 2-26 所示。实验参数设置为： $f_L = 233 \text{ Hz}$ ； $f_H = 20f_L = 4.66 \text{ KHz}$ ；时间常数 $T = 100 \text{ ms}$ 。实验结果表明，ER 光谱强度随

样品偏压的增大而增大，光谱幅度随电压的变化率可由实验结果拟合得出。

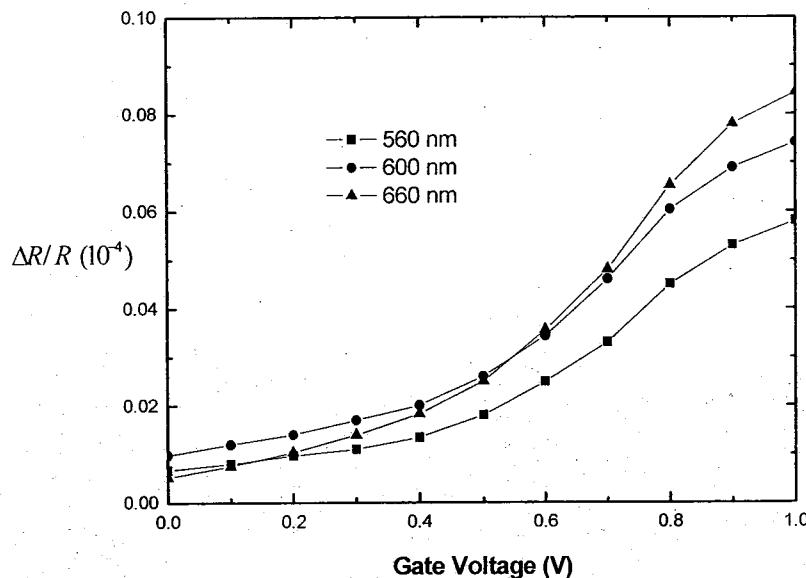


图 2-26 STO MIS 结构在 560 nm、600nm 和 660nm 的 ER 强度随偏置电压的变化

2.2.4 本节小结

本章简述了调制光谱的原理和应用及调制反射光谱仪的发展，提出了一种双调制反射光谱测量方法，并基于光栅单色仪设计了双调制双光路光谱仪的光路、样品室等部件。在电学信号处理中，提出了一种新的级联双解调算法，并设计了基于 DSP 技术的级联双解调锁相放大器实现双调制频率载波的信号提取。相对于两个商用锁相放大器串联的解调系统，自行开发的双解调系统可解除时间常数的限制，缩减实验测量时间，并消除冗余数模和转换引入的量化误差，提高测量性能。GaAs、GaSb 的 PR 和 STO MIS 的 ER 强度测试结果表明，该双调制光谱仪具有较好的信噪比，可应用于可见和近红外波段的调试反射光谱研究，在后续新型红外探测结构研究中偏压下 MIS 反射率的测试提供了有力的硬件支持。

2.3 光电流测试仪

本课题中，为研究新型红外探测材料 InSbN 的探测性能，搭建了一套红外波段的光电流谱测试仪，可直接获取探测材料的响应波长范围和特征波长。该光电流谱仪可在真空条件下对样品实现温度可调的光电流响应谱的测量。

2.3.1 实验装置

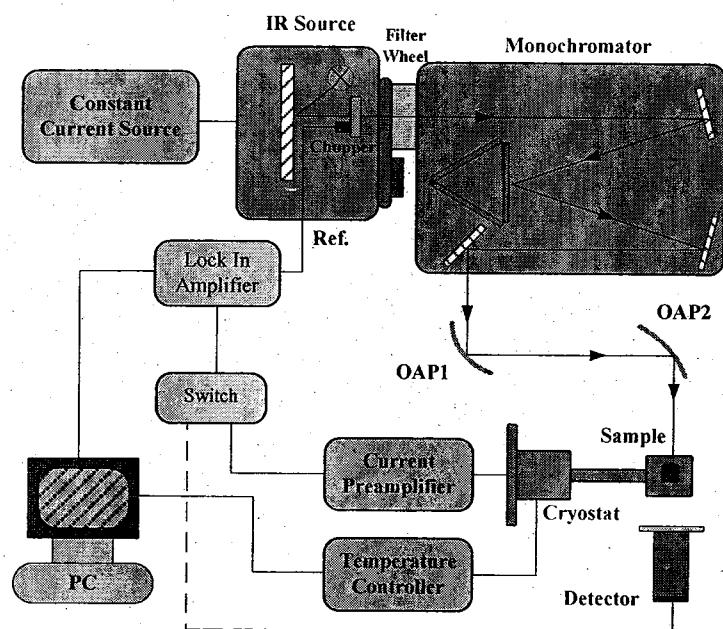


图 2-27 光电流测试装置示意图

光电流实验系统结构示意图如图 5-3 所示，主要包括光栅单色仪分光系统、带温度控制和偏压装置的可移动样品台、锁相检测等部分。

由于探测波长范围为中远红外，因为采用 Oriel 6575 陶瓷红外光源，覆盖波段为 $2\text{-}12 \mu\text{m}$ ，工作额定功率为 200 W，由外部恒流源驱动。光源室内内置自准镜组，出射直径为 10mm 的平行光束。

分光系统采用 Jobin Yvon 的 Triax 320 光栅单色仪，通过 JY 的特制软件控制实现波长扫描。单色仪中有 12001/mm, 6001/mm 和 3001/mm 三种刻线闪耀光栅，可通过电机控制进行选择。测量时匹配合适的滤光片满足相应扫描波段。

样品室中可通过气泵实现真空条件，并配备了 Lakeshore Model 331 的温度控制装置，可连续调节样品室内温度，温度控制精度可达 0.001K，最低温度可低至 12 K^[40]。

为辅助光路调节和校准，采用了 Oriel 的 Model 70124 型热电探测器组成参考探测。该探测器可在常温下工作，响应 2-12 μm 范围的红外辐射。信号检测部分采用 Signal Recover 公司的 Model 7265 锁相放大器，并采用一个双路选通开关实现探测器参考支路和光电流测量支路的切换。

2.3.2 工作流程

光电流测试仪工作流程如下：

1. 设置扫描波段，选择适当光栅和滤光片。测量通路转换为探测器信号支路，将探测器置于样品台水平基线上作为参考测试，调节光路使得探测器输出信号达到最大，标定此时探测器位置。
2. 待测样品装入样品室，移出探测器，将样品架移入标定位置。抽真空之后，调节温度控制系统设定所需实验温度。
3. 测量通路选择为光电流测量支路，设置适当的样品偏压和斩波器频率，通过 PC 控制单色仪和锁相放大器实验光电流测试的波长扫描和数据采集。

光电流测试仪作为表征 InSbN 探测器性能的重要实验装置，为 N 掺杂对 InSb 能带调制作用的研究提供了有效的硬件支持。

本章参考文献

- [1] 刘恩科. 半导体物理学 (第 6 版), 北京: 电子工业出版社, 2003
- [2] Huangetal. S M. Electronics transducers for industrial measurement of low value capacitances, J phys E, 1988; (21) : 242—250
- [3] Signal Recovery. Model 7225 Dual Phase DSP Lock-in Amplifier User Manual, 2004
- [4] Maxim. DS89C420 Ultra-High-Speed Microcontroller, USA, 2003
- [5] 龚建伟. 串口通信编程实践, 北京: 电子工业出版社, 2004
- [6] Philips. PDIUSBD12 User's Manual, USA, 1999
- [7] 周立功. PDIUSBD12 固件编程与驱动开发, 北京: 北京航空航天大学出版社, 2003
- [8] 兰文武, 付桂翠. 基于 USB 接口的数据采集系统设计, 电子技术应用, 2004 (2): 21—23
- [9] 何立民 单片机高级教程: 应用与设计 北京: 北京航空航天大学出版社, 2000
- [10] 尹勇、王洪成. 单片机开发环境 μVision2 使用指南及 USB 固件编程与调试 北京: 北京航空航天大学出版社 2004
- [11] 杨永国 Visual C++ 6.0 实用教程. 北京: 清华大学出版社. 2004
- [12] H. Shen, P. Parayanthal, Y. F. Liu, and F. H. Pollak, Rev. Sci. Instrum. 58, 1429 (1987).
- [13] 卓立汉光用户指南——LHT75 型溴钨灯, 2000
- [14] 卓立汉光用户指南——SBP500 型三光栅光谱仪, 2000
- [15] 廖文帅近红外在线水分检测方法和仪器的研究:【硕士学位论文】 北京: 清华大学精密仪器与机械学系 2001
- [16] 张永刚, 李爱珍. FTIR 测量及双调制和步进扫描技术的应用, 半导体光电, 第 20 卷第 4 期, 1999
- [17] P. Probst, and A. Jaquier, Rev. Sci. Instrum. 65, 3, (1994)

- [18] M. O. Sonoailon, and F. J. Bonetto, Rev. Sci. Instrum. 76, 024703 (2005)
- [19] P. S. Fodor, S. Rothenberger, and J. Jevy, Rev. Sci. Instrum. 76, 013103(2005)
- [20] Signal Recovery, Model 7265 DSP Lock-in Amplifier Instrumction Manual, (2005), URL: <http://www.signalrecovery.com>.
- [21] J. Gaspar, S. F. Chen, A. Gordillo, M. Hepp, P. Ferreyra, and C. Marques, Microprocess. Microsy. 28, 157-162 (2004).
- [22] Jianhuan Qin, Zhiming Huang, Yujian Ge, Yun Hou, and Junhao Chu, Rev. Sci. Instrum. 80, 033112 (2009)
- [23] Xilinx, Spartan-3A FPGA Family: Data Sheet (2007), URL: <http://www.xilinx.com>
- [24] Analog Devices Inc. A technical tutorial on Direct Digital Synthesis (1999), URL: <http://www.analog.com>.
- [25] 孟玉洁, 贾怀义, 直接数字频率合成器的 FPGA 实现, 电子世界, 2004 年 9 期, 25-26
- [26] 吴建辉, 吴自信, 吴宁. 一种高速、低失真的采样保持电路, 电路与系统学报, 2004, (04)
- [27] M. O. Sonnaillon, F. J. Bonetto, Rev. Sci. Instrum. 76, 024703 (2005)
- [28] 胡绍民, 张广发, 一种基于 DSP 和采样 ADC 的数字锁定放大器, 数据采集与处理, 200, 15 (2), 222-225
- [29] Texas Instruments, TMS320C6701 Floating-Point Digital Signal Processor, (2004), URL: <http://www.ti.com>.
- [30] 李卫军, 谢胜利, 基于 TMS320C6701 的数字陷波器的实现, 移动通信, 2006 年 10 期, 79-81
- [31] 胡广书, 数字信号处理, 北京: 清华大学出版社, 2003 年
- [32] 李亚奇, 张雅绮, 线性相位 FIR 数字滤波器, 电子测量技术, 2005 年 06 期
- [33] 周俊, 王小海, 祁才君, 基于 Blackman 窗函数的插值 FFT 在电网谐波信号分析中的应用, 浙江大学学报 (理学版), 2006 年 06 期

- [34] 徐守时, 信号与系统, 合肥: 中国科学技术大学出版社, 2006
- [35] 彭启琼等, TI DSP 集成化开发环境 (CCS) 使用手册, 北京: 清华大学出版社, 2005
- [36] I. Vurgaftman, J. R. Washington, *J. Appl. Phys.*, 89, 5815 (2001)
- [37] F. H. Pollak, and H. Shen. *Mater. Sci. Eng., R.* 10, 275 (1993)
- [38] J. H. Park, T. K. Lee, Y. K. Noh, M. D. Kim, and Eunsoon Oh, *J. Appl. Phys.* 105, 043516 (2009)
- [39] A. R. Reisinger, R. N. Roberts, S. R. Chinn, and T. H. Myersl, *Rev. Sci. Instrum.* 60, 82 (1989)
- [40] LakeShore, Model 331 Cryogenic Temperature Controller, (2007), URL:
<http://www.lakeshore.com/>

第3章 基于 MFMIS 结构的新型红外探测结构研究

3.1 MFMIS 铁电探测器件结构

为解决引言中提到的单片式非制冷红外焦平面工艺中电读出方式的热失效难点，本文中提出一种基于 MFMIS 结构的新型光读出铁电探测器件结构，如图 3-1 所示。器件结构由 5 层材料组成，自上而下分别为 Pt/PZT/Pt/STO/Si，其中红外探测元为铁电薄膜 PZT，光读出部分为 Pt/STO/Si 形成的 MIS 结构。PZT 处于 Pt 制备的上下电极中，MIS 结构中的 Pt 上电极约为 5 nm，为半透膜，绝缘体采用高介电常数的 STO 材料，衬底为 p 型 Si，底部采用硼（B）重掺杂形成欧姆接触下电极。

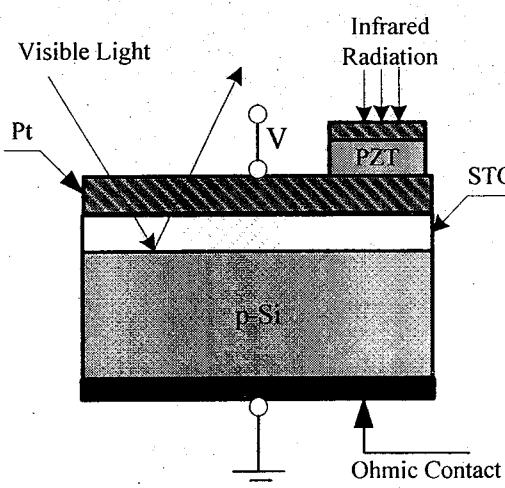


图 3-1 MFMIS 光读出铁电探测器件结构示意图

MFMIS 光读出探测器件工作原理为^[1]：铁电薄膜 PZT 中存在剩余极化，在其上、下 Pt 电极表面感应出正负束缚电荷，使得器件下方的 Pt/STO/Si MIS 结构处于偏置电场中，相当于在 MIS 结构两端施加了偏置电压；当 PZT 接收目标红外辐射后，自发极化强度的变化引起 PZT 两端金属界面上束缚电荷密度的变化，从而改变 MIS 结构中的电场强度，即改变了 MIS 结构两端的外加电压，相应地，STO/Si 界面处的 p-Si 表面电子浓度发生改变，导致 MIS 结构对可见光的反射率变化；可

见光探测光束入射至 STO/Si 界面，通过检测反射的可见光强度即可读出目标红外辐射的强度。

由器件工作原理可知，与引言中基于 MEMS 技术的应变型光读出方式不同，本文设计的光读出探测器件基于热释电束缚电荷引起的 MIS 结构反射率变化。为实现该器件对红外辐射的光读出，首先应探究 Pt/STO/Si MIS 结构在不同外加偏压下对可见光的反射率变化规律。

3.2 STO/Si 界面的电荷注入研究

STO 材料具有高介电常数 (high- κ)，晶格常数与 Si 衬底较好匹配，可在 Si 基底上外延生长 STO 形成 STO/Si 结构，替代传统的 SiO_2/Si 结构应用于大规模集成电路中的 MOS 器件制备^[2]。此外 STO/Si 结构还可作为基底应用于诸多功能器件的制备，如智能卡、表面声波过滤器、光调制器和非破坏随机存储器等^[3-5]。

在标准制备工艺中，由于 STO 和 Si 间固有的热力学不稳定性，在 STO/Si 界面中将产生一层非晶界面层。该界面可增大 STO 和 Si 的能带偏差，达到改善漏电性能等目的。已有大量的研究工作围绕 STO/Si 界面展开，Yakovkin 和 Gutowski 采用了密度函数理论研究了 STO/Si 外延界面，发现该界面呈金属性，在 STO 介电质应用中将导致严重影响^[6]；Chambers 等人研究了 STO/Si 界面的能带偏移，指出 STO/Si 界面中肖特基电子泄漏现象明显^[7]；Peacock 和 Robertson 理论上分析了 STO/Si 的能带偏移等^[8]。

在研究 Pt/STO/Si MIS 结构反射率与外加偏置电压的依赖关系中，需要对 MIS 结构施加偏置电压引起 STO/Si 界面处的 Si 表面电子浓度变化。随着外加电压幅值的增大，STO/Si 界面将发生电子注入现象，使 MIS 结构中的电压分布发生变化，导致光读出器件失效。因而研究 STO/Si 界面处的电荷注入阈值电压对于器件的可靠性设计具有重要的指导意义。

实验中样品制备通过 (LEYBOLD LAB500sp System) 磁控溅射在 Si (100) 衬底上淀积 (h00) 择优取向的 STO 薄膜，厚度约为 65nm。衬底 Si 为弱 p 型，掺

杂质浓度约为 $2\times 10^{15}\text{ cm}^{-3}$ 。样品两端生长Pt电极形成MIS结构Pt/STO/Si/Pt。上电极为直径为1mm的圆形电极。

3.2.1 STO/Si界面层的形成

图3-2给出低频(1kHz)和高频(1MHz)下的电容-电压(C-V)特性曲线，外加偏压扫描以-2V—+2V—-2V的顺序进行正向和反向扫描。有图可知，正反向扫描得到的C-V曲线基本重合，没有观察到由可动离子和/或电荷注入引起的C-V滞回窗口，表明在 $\pm 2V$ 外加偏压之间STO/Si界面性能良好。

由半导体理论可知，MIS结构的总电容 C_T 可以近似认为是由半导体耗尽层电容 C_D 与界面态电容 C_u 并联后，与绝缘层电容 C_I 串联构成^[9]，如下式所示：

$$\frac{1}{C_T} = \frac{1}{C_I} + \frac{1}{C_D + C_u} \quad (4-1)$$

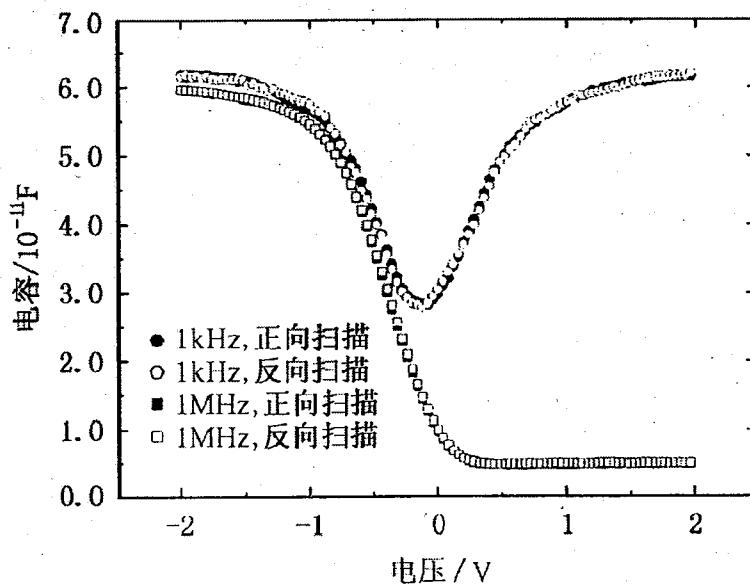


图3-2 高频和低频下STO MIS结构的C-V特性

低频测试时，界面态以及载流子的产生符合均可对测试频率响应， C_T 为 C_D 、 C_u ，和 C_I 共同作用的结果。其中绝缘层电容 C_I 在测试过程中基本保持不变； C_D 、 C_u 都与半导体的表面势密切相关，从积累区到耗尽区再到反型区的变化过程中，

C_D 先减小后增大。在积累区和反型区，MIS 结构的总电容接近不变， $C_T \approx C_I$ 。高频测试时，由于界面态跟不上频率的变化，即 $C_H = 0$ ， C_T 仅为 C_I 和 C_D 的串联电容，并且在反型区，少子的产生速率跟不上测试频率， C_D 到达极小值，并基本保持不变^[10]。

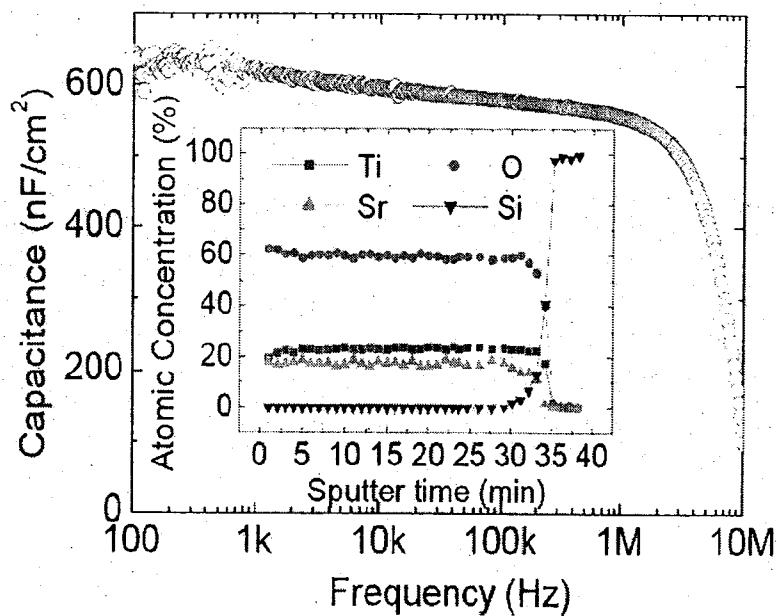


图 3-3 STO MIS 电容-频率 (C-F) 特性 (插图为 STO/Si 的俄歇电子深度谱)

图 3-3 所示为在 STO MIS 结构在 -2 V 反向偏压下的电容-频率 (C-F) 谱。在负偏压下，衬底 Si 表面处于耗尽状态。根据下式可计算绝缘层薄膜的介电常数 ϵ_I ：

$$C_I = \frac{\epsilon_0 \epsilon_I S}{d_I} \quad (4-2)$$

式中 ϵ_0 为真空介电常数 ($8.85 \times 10^{-12} \text{ F/m}$)，S 为 Pt 上电极的面积， d_I 为绝缘层薄膜厚度。通过计算可知，在 1 MHz 时绝缘层的介电常数为 41，远远小于 STO 单晶体材料的介电常数 (约为 300)^[11]。由于制备得到的是 STO 的多晶薄膜材料，与 STO 的单晶体材料相比，结构和形态方面的差异，导致介电常数减小；另一方面，在 STO 薄膜与 Si 的界面处，可能存在一层薄的低介电常数界面层，它与 STO 串联导

致绝缘层总的介电常数减小。由图3-3内插图中所示的俄歇电子深度谱可知, STO薄膜中各元素的深度分布很均匀, STO和Si衬底显示出较为明显的界面。同时还可以观察到STO和Si衬底界面处, 有一层由Si, O, Sr, 和Ti共同组成的界面层。由于STO薄膜的沉积和退火过程都是在空气中进行, 因此在Si片表面会不可避免的形成Si的氧化物, 此外在650°C高温退火过程中, STO/Si界面处Si, Sr, Ti等原子间的相互扩散也不可避免, 最终在STO/Si界面处形成由Si, O, Sr, Ti相互作用而产生的一层薄的低介电常数界面层。此时, 图3-3中的电容色散关系表示为STO与低介电常数界面层的串联值。实际STO的介电常数可以通过测量不同绝缘层厚度所对应的积累区电容来确定, STO与低介电常数界面层串联, 满足^[12]:

$$\frac{\varepsilon_0 S}{C_I} = \left(\frac{1}{\varepsilon_{int}} - \frac{1}{\varepsilon_{STO}} \right) d_{int} + \frac{1}{\varepsilon_{STO}} d_I \quad (4-3)$$

式中 $d_I = d_{int} + d_{STO}$, 为绝缘层厚度, d_{int} 和 d_{STO} 分别为界面层和STO厚度, ε_{STO} 和 ε_{int} 分别为STO和界面层的介电常数。

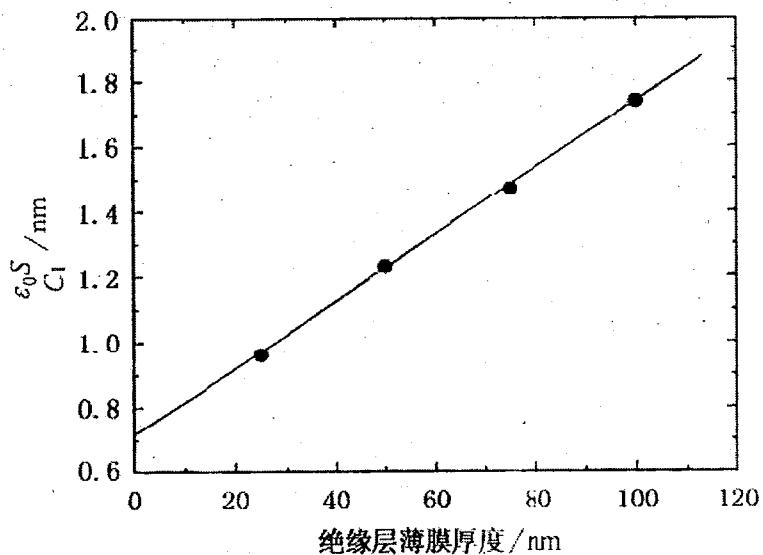


图3-4 $\frac{\varepsilon_0 S}{C_I}$ 随绝缘层薄膜厚度的变化, 拟合直线可确定STO介电常数及估算界面层厚度

如图3-4所示, 采用1MHz频率对不同厚度的绝缘层电容 C_I 进行了测量。对

实验结果进行直线拟合，通过斜率可以计算出 STO 薄膜的介电常数约为 77。此外，对于低介电常数界面层，还不能采用一个明确的化学分子式对其进行描述，若简单假设界面层为 SiO_2 （介电常数为 3.9），由拟合直线在纵坐标上的截距可以大概估算出界面层的厚度约为 2.6 nm^[13]。

3.2.2 STO/Si 界面层电子注入现象

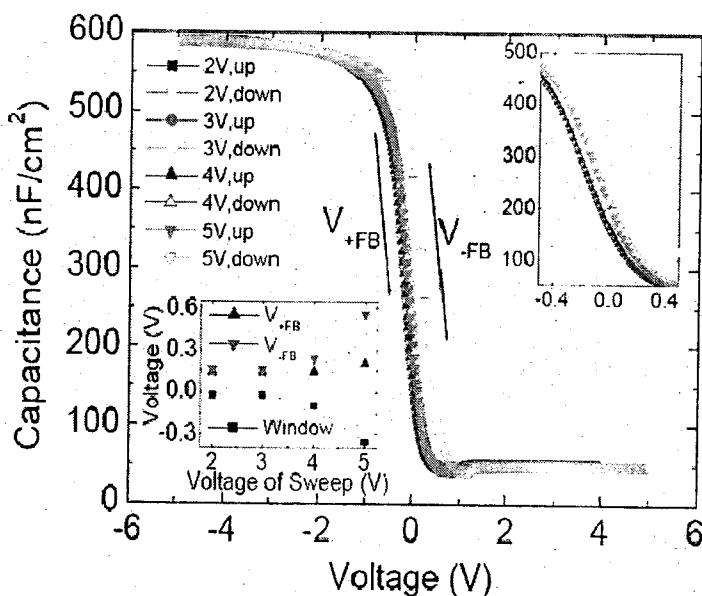


图 3-5 1MHz 频率时 STO MIS 结构在不同扫描电压下的 C-V 特性

（插图为不同扫描电压下平带电压变化示意图）

图 3-5 为 STO MIS 结构在不同电压下的 C-V 谱图，扫描电压频率为 1MHz。扫描方向先由负值-正值正向扫描，然后再由正值-负值反向扫描。扫描电压分别为 $\pm 2\text{ V}$, $\pm 3\text{ V}$, $\pm 4\text{ V}$, $\pm 5\text{ V}$ ，逐步增加。图内插图示意了在不同的扫描电压幅值时，正、负向扫描的平带电压值 (V_{+FB} 和 V_{-FB}) 和 C-V 谱线回路窗口的变化，回路窗口大小定义为 $V_{+FB} - V_{-FB}$ 。根据理想的 MIS 结构的电容-电压特性可知，平带电压可由 MIS 结构在平带电压作用下的电容确定，在平带电压下，MIS 结构的电容 C_{FB} 可表示为^[15]:

$$C_{FB}(\psi_s = 0) = \frac{\varepsilon_l \varepsilon_s}{\varepsilon_s d_l + \varepsilon_l \left(\frac{\varepsilon_s kT}{q^2 N_A} \right)^{1/2}} \quad (4-4)$$

式中 ε_l 和 ε_s 分别为绝缘层和衬底半导体的介电常数, N_A 为衬底半导体的掺杂浓度。 C_{FB} 对应的扫描电压值即为平带电压。

由图可知, 当扫描电压幅值小于 4V 时, STO MIS 结构的正反向扫描 C-V 谱线基本重合, 表明 STO/Si 界面无电荷注入现象发生。然而当电压幅值大于或等于 4V 时, 由图可知, 由于 V_{-FB} 向正方向偏移导致 V_{+FB} 和 V_{-FB} 分离, 正反向 C-V 谱线形成逆时针的回路窗口, 随着扫描电压的增大, 窗口 $V_{+FB} - V_{-FB}$ 增大。

相关研究表明^[8], 如果薄膜中存在可动离子, 则电压正、反向扫描时, C-V 谱线将呈现顺时针回路窗口。而图 3-5 中, 当电压增大至 4V 时, 出现的回路窗口为逆时针方向, 表明当前 MIS 结构中可动离子作用可忽略。C-V 谱线中的逆时针回路窗口由 STO/Si 界面的电荷注入所致。并且随着扫描电压的增大, V_{+FB} 和 V_{-FB} 均单调的向正方向移动, 表明界面的注入电荷为电子。在正向偏压下, 衬底 Si 中的电子通过 STO/Si 界面进入界面层。该现象与相关研究结果相符, Chambers 等人^[7]指出由于 STO/Si 界面的负能带偏移, 对肖特基电子泄漏现象影响显著。Chen 等人^[16]也报道了在 high-k/Si 界面中, 电子的肖特基势垒高度远远低于空穴的肖特基势垒高度, 使得电子在外加偏压下更易于从衬底 Si 注入界面层中。

由图 3-5 中插图所示的 V_{+FB} 和 V_{-FB} 变化可知, 当扫描电压低于或等于 3V 时, V_{+FB} 和 V_{-FB} 基本重合, 无电子注入现象发生; 当扫描电压为 4V 时, 此时 V_{+FB} 基本不变, V_{-FB} 增大, 电子注入现象发生。电子从 Si 衬底进入界面层被俘获, 导致 Si 表面的屏蔽电荷数量减小, 从而减弱偏压下 Si 表面的能带弯曲。因此, 反向扫描时, 平带电压发生位置先于正向扫描, 即 V_{-FB} 向正方向移动。在反向偏压下, 被界面层俘获的部分电子将被释放。然而, 被束缚在较深能级的电子无法释放, 产

生类似于固定界面电荷的效应，导致 V_{+FB} 和 V_{-FB} 均向正方向移动，如图对应于 ± 5 V 扫描电压的 C-V 谱线所示，并且 V_{-FB} 移动量明显大于 V_{+FB} 。

3.2.3 STO/Si 界面电子注入电场强度

在理想状态下，假设 MIS 结构平带电压为 0，满足以下条件：

- 1) 金属与半导体间功函数差为零；
- 2) 在绝缘层内没有任何电荷且绝缘层完全不导电；
- 3) 绝缘体与半导体界面处不存在任何界面态。

以下讨论理想状态的 MIS 结构在外加偏压下，衬底半导体表面势和绝缘层电压的分部。

在 Si 表面，外加偏压引起异质结间的电场，使用一维泊松方程，并从 Si 体内向表面进行积分，可得到如下衬底 Si 表面的电场 E_s 与 Si 表面势 ψ_s 的关系^[8,14]：

$$E_s = -\frac{\partial \psi}{\partial x} \Big|_{\psi=\psi_s} = \frac{\sqrt{2}kT}{qL_D} F(\beta\psi_s, \frac{n_{p0}}{p_{p0}}) \quad (4-5)$$

$$F(\beta\psi_s, \frac{n_{p0}}{p_{p0}}) = [(e^{-\beta\psi_s} + \beta\psi_s - 1) + \frac{n_{p0}}{p_{p0}}(e^{\beta\psi_s} - \beta\psi_s - 1)] \quad (4-6)$$

式中， L_D 为德拜长度， $\beta = q/(kT)$ ， k 为玻尔兹曼常数， T 为温度。 n_{p0} 和 p_{p0} 分别为平衡态下的电子和空穴密度。

由高斯定律可得 Si 表面电荷密度为：

$$Q_s = -\epsilon_s E_s = -\frac{\sqrt{2}\epsilon_s kT}{qL_D} F(\beta\psi_s, \frac{n_{p0}}{p_{p0}}) \quad (4-7)$$

另一方面，理想条件下 MIS 结构上的外加偏压 V_T 将分解围绝缘层电压 V_I 和衬底 Si 表面势 ψ_s ，即：

$$V_T = V_I + \psi_s \quad (4-8)$$

对于绝缘层，电荷密度 Q_s 和电压 V_t 满足关系：

$$Q_s = -V_t C_0 \quad (4-9)$$

式中 C_0 为绝缘层单位面积电容。

由式(4-7)至(4-9)可解出外加偏压为 V_T 时的绝缘层电压 V_t 和衬底Si表面势 ψ_s ，

如图3-6所示。

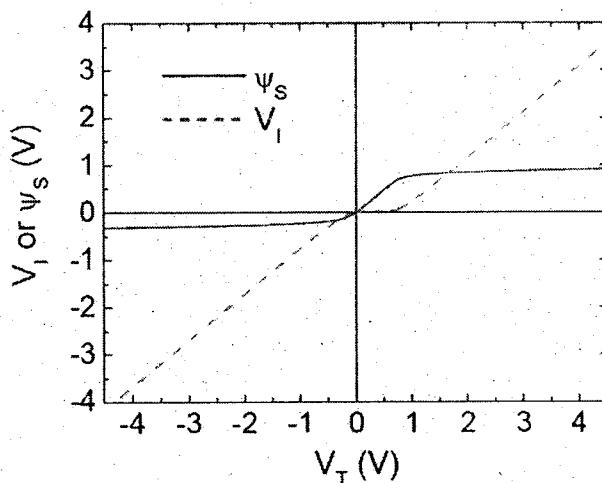


图3-6 绝缘层电压 V_t 和衬底Si表面势 ψ_s 随外加偏压 V_T 的变化

由STO MIS结构的C-V谱线可知，当外加偏置电压增大至4V时，STO/Si界面层电子注入现象开始发生，此时平带电压 $V_{FB} = 0.15V$ 。在理想MIS结构中，外加偏压应对应于 $V_T + V_{FB} = 4.15V$ ，由图3-6中的计算结果可知，此时 $V_t = +3.25V$ 。由界面层形成的讨论可知，STO MIS结构中绝缘层由本征STO层与STO/Si界面层（近似为 SiO_2 ）串联组成，电容满足下式关系：

$$\frac{1}{C_I} = \frac{1}{C_{STO}} + \frac{1}{C_{\text{SiO}_2}} \quad (4-10)$$

代入参数： $d_{\text{SiO}_2} = 2.6\text{nm}$ ； $\epsilon_{\text{SiO}_2} = 3.9$ ； $d_{\text{STO}} = 65\text{nm}$ ； $\epsilon_{\text{STO}} = 77$ ，可计算得出，当绝缘层电压 $V_t = 3.25V$ 时， $V_{int} = 1.43V$ ，将界面层近似为 SiO_2 时，电子注入电场强

度为 5.5 MV/cm 。应当指出，该电场强度为导致电子注入开始的阈值，而不是界面层的击穿电场。研究结果表明， SiO_2 的击穿电场为 $10 \text{ MV/cm}^{[17]}$ ，而 STO/Si 界面层的绝缘性能低于理想 SiO_2 层，因而 $5.5\text{MV}/\text{cm}$ 的电子注入阈值电场是合理的。

电子注入行为还可以通过电位移连续理论来解释^[18]。对于 STO/Si 界面，由电位移 (D) 连续可得： $D = \epsilon_{\text{Si}} E_{\text{Si}} = \epsilon_{\text{SiO}_2} E_{\text{SiO}_2} = \epsilon_{\text{SiO}_2} E_{\text{STO}}$ ，其中 $\epsilon_{\text{Si}} = 11.9$ ， $\epsilon_{\text{SiO}_2} = 3.9$ ， $\epsilon_{\text{STO}} = 77$ 。由于界面层的介电常数最小，电荷注入更易于在该层发生。此外由于界面处分布的电场强度较大，在正向偏压下，电子易于从衬底 Si 向界面层注入。

在界面层电荷注入电场讨论中，无法用精确的分子式描述界面层，为简化计算，假设该界面层为 SiO_2 层进行处理。在实际器件中，界面层介电常数应大于 SiO_2 (3.9)，因而界面层厚度也应当相应增加，导致电子注入阈值电场降低。为进一步 STO/Si 界面电子注入性质，应试图对该界面层化学组成进行精确描述。

3.3 外加偏压下 MIS 结构的反射率研究

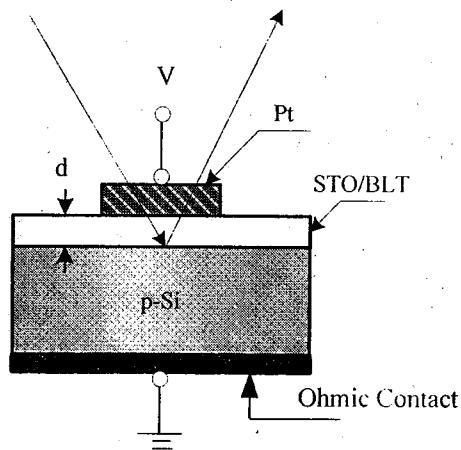


图 3-7 外加偏压下 MIS 结构反射率测量结构示意图

为实现光读出铁电探测器件，需对 MIS 结构的反射率与外加偏压的依赖关系进行研究。如图 3-7 所示，在 MIS 器件结构上、下电极间施加电压，调制 MIS 电容器结构中 Si 表面的电子浓度。可见光入射至 STO/Si 界面，反射率随调制电压而变化。

在反射率研究实验中，样品依然采用实磁控溅射在 p型 Si(100)衬底上淀积(h00)择优取向的 STO 薄膜，厚度约为 65nm。与电子注入研究中的 STO MIS 结构不同，应用于光学测试的样品为保证光学测试的灵敏度，MIS 结构中的上电极 Pt 面积需增大，但过大的电极面积容易导致偏压下 MIS 结构中由缺陷引起的局部击穿。在实验中样品上电极面积采用 $6 \times 6 \text{ mm}^2$ ，与实验装置中的测量光斑大小匹

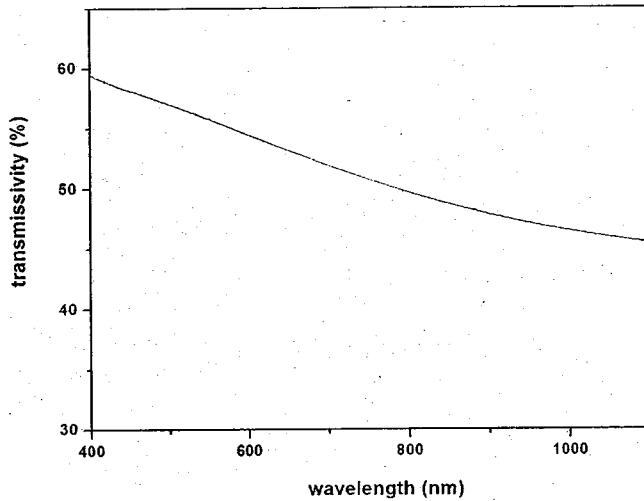


图 3-8 Pt 上电极在 400 nm-1100 nm 的透射率

配。为使读出光路能入射至 MIS 结构中的 Si 表面，Pt 上电极制备为 5nm 的半透半反薄膜，其在可见波段的透射和反射如图 3-8 所示。

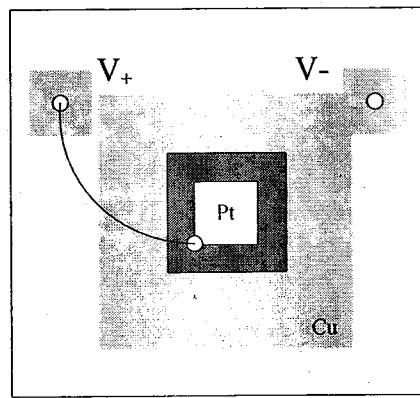


图 3-9 MIS 结构偏压加载样品台

为实现 MIS 结构偏压下反射率的测量，设计了如图 3-9 所示的偏压加载样品

台。样品台采用集成电路板进行制作，板上刻蚀出图中灰色的 Cu 块模型。MIS 器件下表面电极通过导电银胶粘贴至 Cu 块上，并在相连 Cu 块上引出负电压管脚；器件上表面电极通过银胶粘贴引出导线至正电压管脚。该样品台保证了在光学测量过程中，偏置电压加载的稳定性和便利性。

3.3.1 直流偏压下的 MIS 反射率研究

1. 等离子激元（Plasmon）效应

考虑自由载流子的光吸收时，在经典理论中，考虑光频电场作用下自由载流子的运动方程可写为^[19]：

$$m^* \ddot{x} + \frac{m^*}{\tau} \dot{x} = eE \quad (4-11)$$

式中 m^* 为电子有效质量， τ 为弛豫时间， E 为电场。

求解式 (4-11) 得到半导体电导率，进而可得到半导体介电函数。

然而当半导体中载流子浓度足够高时，必须考虑简并载流子气的集合运动，而不再用简单地单粒子运动模式来理解辐射电磁场作用下半导体自由载流子的光学行为^[20]。在 Drude 模型中，当把全体自由载流子考虑为具有相同频率的集合运动，即等离子激元效应（Plasmon），若忽略弛豫项，介电函数可表示为^[21]：

$$\varepsilon(\omega) = \varepsilon_{\infty} \left[1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2} \right] \quad (4-12)$$

式中

$$\omega_p = \left(\frac{Nq^2}{m^* \varepsilon_{\infty}} \right)^{1/2} \quad (4-13)$$

称为等离子体频率，与之对应的电子集合运动激发模式称为等离子激元。 ε_{∞} 和 N 分别是光频介电函数和电子浓度。若计入自由载流子的弛豫 τ ，则有：

$$\varepsilon(\omega) = \varepsilon_{\infty} \left[1 - \frac{\omega_p^2 \tau}{\omega(i + \omega \tau)} \right] \quad (4-14)$$

由于实验中采用的 MIS 结构样品较薄, 约为几十 nm, 外加正偏压将引起 Si 表面处较高浓度的载流子, 可利用等离子激元模型研究 MIS 结构中载流子集合运动的光学行为, 从而分析反射率随外加偏压的变化。

2. 实验结果讨论

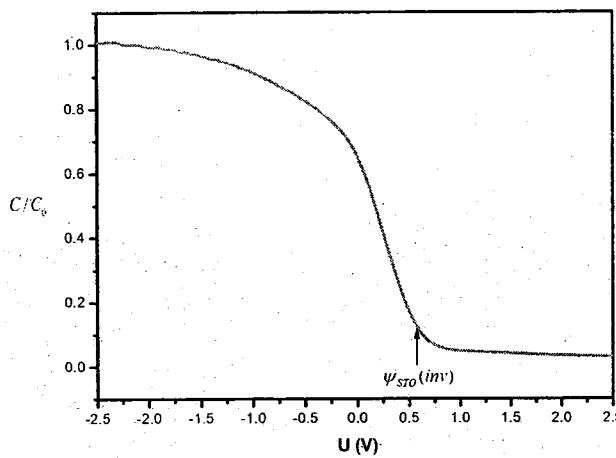


图 3-10 应用于反射率测量的 STO MIS 结构 C-V 特性

图 3-10 为用于光学测量的 STO MIS 样品的 C-V 特性测试结果, 扫描电压为 ± 2.5 V。结合理论计算和 C-V 实验结果, 可得 STO MIS 结构的平带电压为 0.15 V, 达到强反型层时外加偏压约为 0.8 V。

在 MIS 结构偏压下反射率的研究中, 我们首先采用 Perkin Elmer 的 Lambda2S 光谱仪对钛酸镧铋(BLT)MIS 结构在不同外加偏压下的反射率进行了粗略的测试, 结果如图 3-11 所示。图 3-11 (a) 为可见波段 1.12-3.1eV (400-1100 nm) 区域 BLT MIS 结构在偏压下的反射率, 直流偏置电压分别为 0V, 1V, 2V, 3V, 4V。由图可知, 各偏压下的实验曲线线形几乎相同; 偏压下的反射率幅值明显高于无偏压时, 且反射率随偏压增大而增大。需要指出的是, 当偏压由 0 变为 1V 时, 反射率迅速增大; 但当偏压高于 1V 时, 偏压的增大引起的反射率增值减小。图 3-11 (b) 为三个反射率变化显著的波长位置 (662 nm, 550 nm 和 510 nm) 上, MIS 反射率随电压的变化, 偏置电压范围为 0-8V, 间隔为 0.5V。由图中反射率的变化趋势可见, 在 0-1V 时, 反射率急剧增加; 当偏压大于 1V 时, 反射率增速减小, 甚至出

现不规则的往复变化。引起不规则变化的原因主要来源于测量中的误差，如样品的装载粗糙，偏置电源加载的不良接触等。通过对 BLT MIS 结构的研究，我们得到了 MIS 反射率随电压变化的一些定性规律。

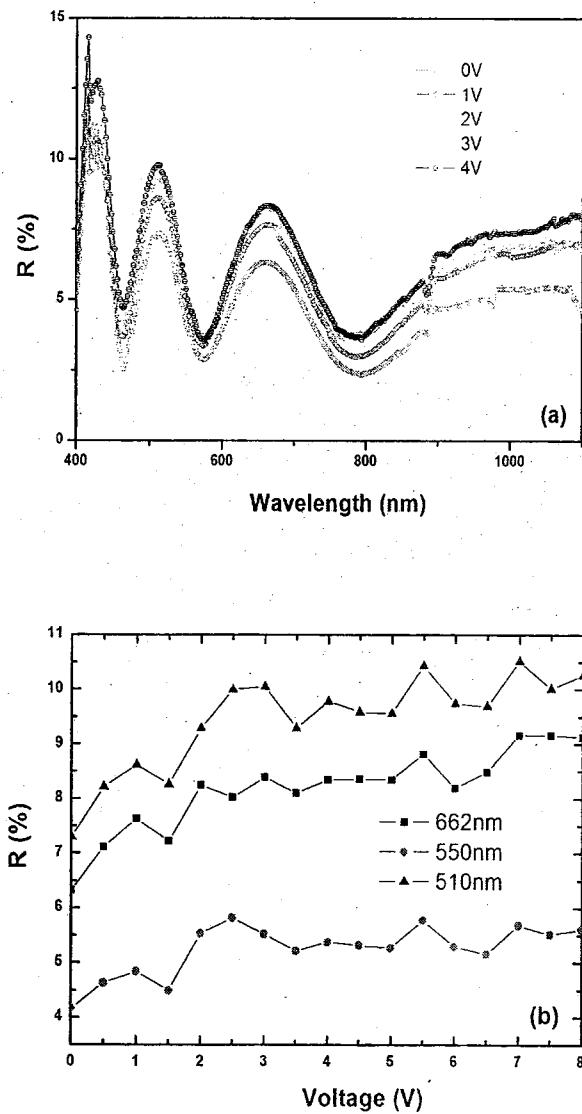


图 3-11 BLT MIS 反射率随外加偏压的变化

(a) 可见光波段中 5 个不同偏压下；(b) 在 662 nm, 550 nm 和 510 nm 三个特定波长下

在对 STO MIS 结构的反射率研究中，采用了如图 3-9 所示的电压加载样品台施加偏压，利用第 2 章设计的双光路双调制光谱仪进行测量，提高测量的准确性。由上一节讨论的 STO/Si 界面电子注入研究可知，在偏置电压小于 3V 时，界面没

有电子注入现象发生，因而外加偏压选择为3V以内。STO MIS结构反射率随外加偏压的变化如图3-12所示，外置偏压分别为0V, 1V, 2V, 3V。

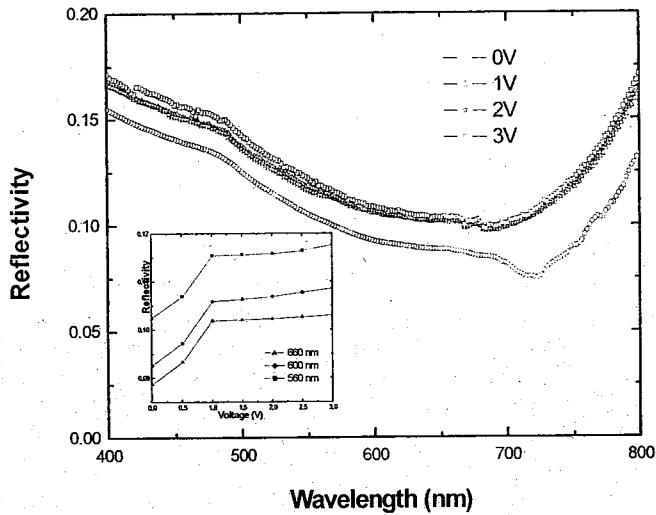


图3-12 各偏压下STO MIS结构在可见光波段400-800 nm中的反射率

插图为在560, 600, 和 660 nm下MIS发射率随偏置电压的变化

由图3-12可知，外加偏压时，反射率明显增大，偏压1V对应的反射率曲线比无偏压时约高2%；当外加偏压高于1V时，反射率随电压的增加幅度明显减小，基本维持在同一水平。为更明确表示MIS反射率随电压的变化，选取了560, 600, 和 660 nm三个灵敏度较高的波长下，反射率随电压的变化，如插图中所示。由固定波长下反射率随电压变化规律更容易看出，在0-1V区间，反射率显著增加，但偏压高于1V时，反射率幅值几乎维持在同一水平。反射率随直流电压的变化规律可以通过偏压下半导体Si表面的表面势分布来解释。通过式(4-7)至(4-9)可计算得出STO MIS结构中Si表面势随外置偏压的分布，如图3-13所示。

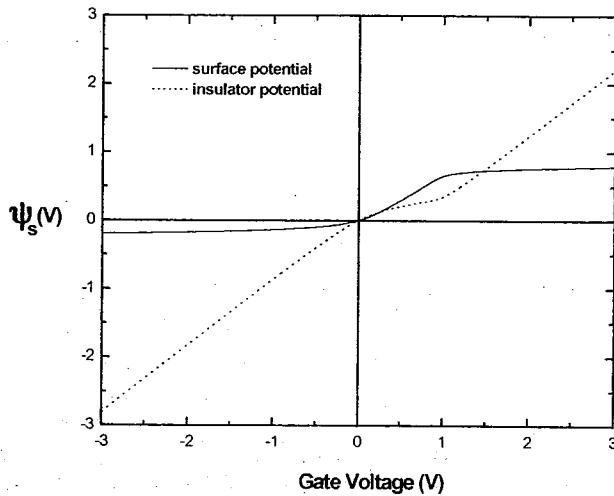


图 3-13 MIS 结构中 Si 表面势 ψ_s 随外加偏压的分布

由图中计算结果可知，外偏电压分布在绝缘层和 Si 表面势上，随着偏压的长大，Si 表面势 ψ_s 逐渐增大。 ψ_s 在偏压为 0-1V 时迅速增大，当偏压大于 1V 时， ψ_s 增速减缓，并接近于饱和值。

在等离子激元模型中，由式 (4-13) 可知，等离子振荡频率与半导体电子浓度相关，而 Si 表面电子浓度 n_s 与表面势 ψ_s 关系为：

$$n_s = n_{p0} \exp\left(\frac{q\psi_s}{kT}\right) \quad (4-15)$$

式中 n_{p0} 为平衡状态下 p 型 Si 衬底中的电子浓度， $n_{p0} = n_i^2 / p_{p0}$ ， $p_{p0} = 2 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ 。可见， n_s 随 ψ_s 增大以指数形式增大。随着偏置电压增大， ψ_s 增大， n_s 增大，等离子频率 ω_p 增大，由式 (4-12) 可知，介电常数实部减小，虚部增大，从而导致反射率增大。表面势 ψ_s 在 0-1V 偏压时迅速增大，因而反射率显著增加；偏压大于 1V 时， ψ_s 增幅减小，趋于饱和，导致反射率几乎维持在同一水平。

如图 3-14 所示，在 560nm、600nm 和 660 nm 三个固定波长下研究了 STO MIS 结构的反射率，偏置电压范围为 0-1V，间隔为 0.1V。

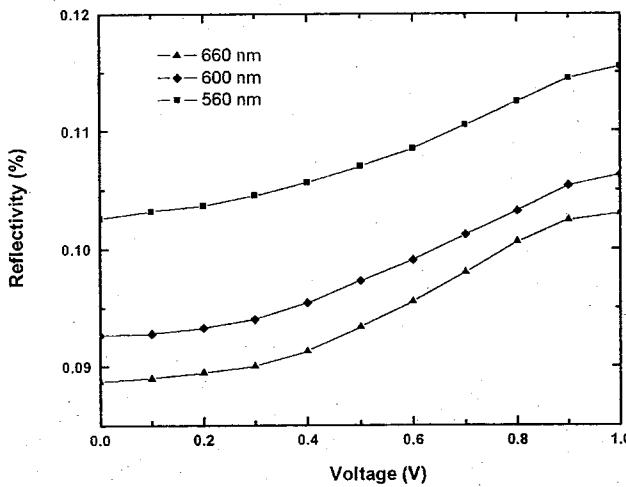


图 3-14 三个波长下的反射率随偏置电压的变化规律

由图 3-14 清晰可知，在 0-1V 偏压范围内，反射率随偏压增大而增大，在 0.6-0.8V 范围时，在 STO MIS 结构的强反型层区域，反射率随偏压的增长速度达到最大，随后增长趋势减缓。

3.3.2 MIS 结构的 ER 反射率研究

为进一步研究 MIS 结构反射率随外加偏压的变化，采用直流偏压加交流小信号激励的方法，在不同外加偏压下对 MIS 结构的调制反射强度进行测量。

1. 弱电场下的 ER 模型

Aspnes 等人^[22,23]提出了弱电场下电反射的三次微分理论模型。在弱电场调制下，相对介电函数变化量可表示为：

$$\Delta\epsilon = \frac{(\hbar\Omega)^3}{3E^2} \frac{\partial^3}{\partial E^3} [E^2 \epsilon(E)] \quad (4-16)$$

式中 E 为电场， $\hbar\Omega$ 称为电光能量，定义为：

$$\hbar\Omega = \left(\frac{q^2 \hbar^2 E^2}{8\mu_{||}} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (4-17)$$

式中 $\mu_{||}$ 为电场方向的电子有效质量， $\hbar\Omega$ 的物理意义是电子在相邻两次散射（碰

撞)之间从电场获得的平均能量。当满足 $|\hbar\Omega| \leq \Gamma/3$ (Γ 为能量展宽) 时，则电调制满足弱电场条件。此时，电调制反射可表示为：

$$\Delta R/R = \text{Re}(C_s C_{ex} C_{in} \Delta \varepsilon) \quad (4-18)$$

式中 Re 代表实部， C_s 代表了塞拉芬系数， C_{ex} 代表了激子近似中的电子空穴的库仑作用， C_{in} 为空间电场的不均匀分布引起的影响因子。

若考虑 C_s 、 C_{ex} 和 C_{in} 为常数，则调制反射可简化为：

$$\Delta R/R = AE_s^2 L(\hbar\omega, \Gamma) \quad (4-19)$$

式中 $L(\hbar\omega, \Gamma)$ 为调制反射谱的线性函数，A 为常数。由式 (4-19) 可知，电调制反射谱线形与电场无关，完全取决于半导体本省的物理特性；电调制反射幅度则与外加电场的平方成正比。

2. 实验结果分析

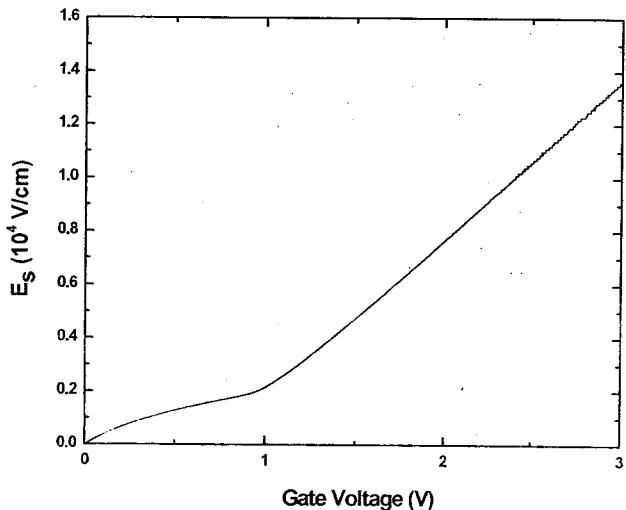


图 3-15 Si 表面电场随外加偏压的变化示意图

由式 (4-17) 可知，当 $E_s \leq [(\Gamma/3)^3 \frac{8\mu}{e^2 \hbar^2}]^{1/2}$ 时，电调制满足弱电场条件。对于

(100) Si 衬底, 取参数 $\Gamma = 53 \text{ meV}$ 和 $\mu = 0.22m_e$, 可计算得到:

$$[(\Gamma/3)^3 \frac{8\mu}{e^2 \hbar^2}]^{1/2} = 1.4 \times 10^5 \text{ V/cm} \quad (4-20)$$

由式(4-5)可计算得出 Si 表面电场随外加偏压的变化, 如图 3-15 所示。由图中计算结果可知, 在偏压为 0-3V 范围内, 始终满足 $E_s \leq 1.4 \times 10^5 \text{ V/cm}$, 因为弱电场条件成立。

由式(4-18)可知, 电调制反射光谱的幅值与 C_s , C_{ex} 和 C_{in} 有关, 在固定波长下, C_s , C_{ex} 可认为是常数, C_{in} 反映了电场在空间的不分布, 可由下式计算^[24]:

$$C_{in} = -2iK \int_{-\infty}^0 dx e^{-2ikx} [E(x)/E_s]^2 \quad (4-21)$$

式中 $K = (2\pi/\lambda)(n+ik)$, n 和 k 分别为折射率和消光系数, 在可见光区域, 取 550nm 下, $n=4.089$, $k=0.044$ 。 x 为距离 Si 表面的垂直距离, $E(x)$ 为距离 Si 表面 x 的电场强度。如图 3-16 所示, 给出了 $|C_{in}|$ 在 0-2V 偏置电压下的理论计算值, 由图

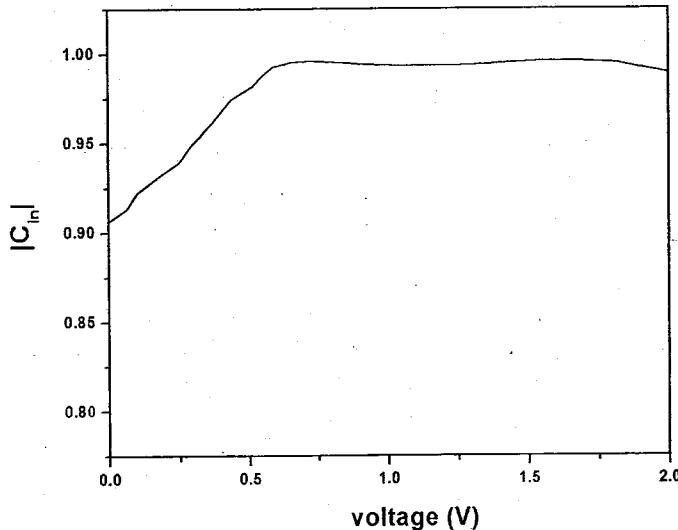


图 3-16 $|C_{in}|$ 随外加偏压的变化示意图

可知, 在 0-2V 偏压下, $|C_{in}|$ 维持在 0.9-1 之间, 对可见波段中的 MIS 电调制反射

强度影响不大。

由 STO MIS 结构的绝对反射率随直流偏压的变化规律中，我们发现，在 560nm、600nm 和 660 nm 三个波长下，反射率变化最为灵敏，并且在偏置电压为 0-1V 时，反射率变化显著。因而，在测量 STO MIS 结构的电调制反射谱 $\Delta R / R$ 实验中，入射波长选取 560nm、600nm 和 660 nm 三个固定波长，设置直流偏压范围为 0-1V，间隔为 0.1V，交流激励小信号幅度为 0.1V，频率设置为 1K Hz。电调制反射实验结果如图 3-17 所示。由图可知，在所选取的三个固定波长下， $\Delta R / R$ 幅度随偏压增大而增大。由于平带电压 $V_{FB} = 0.15$ V，因而当偏置电压为零时， $\Delta R / R$ 不从零值开始。偏压为 0-0.6V 时， $\Delta R / R$ 随电压的增长趋势较缓，灵敏度不高；当偏压达到 0.6-0.8 时，STO MIS 结构达到强反型层条件，此时 $\Delta R / R$ 随电压的增长速率达到最大，即在此区间里 $\Delta R / R$ 随偏压的增长灵敏度最大；随着电压的继续增大， $\Delta R / R$ 增值随之趋缓。

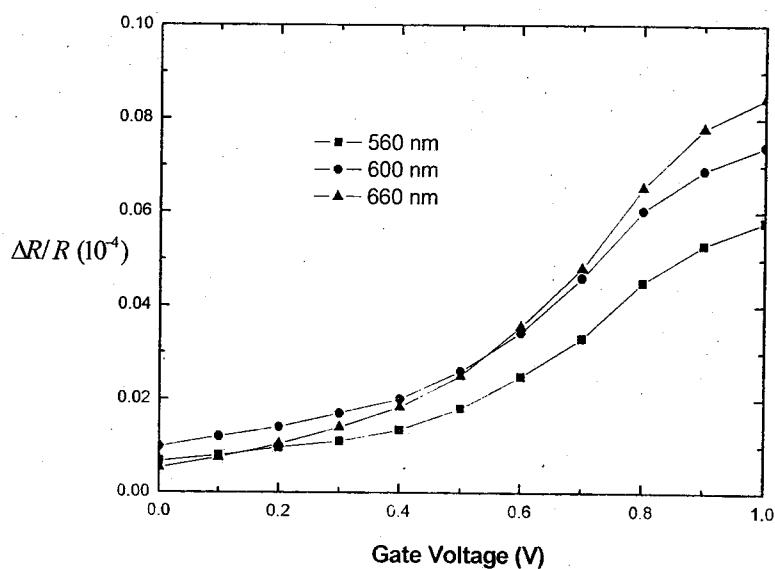


图 3-17 560nm、600nm 和 660nm 下 $\Delta R / R$ 随外置偏压的变化

3.4 MFMIS探测器的响应率分析

考虑4.1节提到的MFMIS光读出铁电探测器模型，当红外辐射到达探测器时，PZT铁电薄膜受辐射后温度升高，材料极化强度发生变化，导致电极两端的束缚电荷密度发生变化。基于底部的光读出MIS部分，通过测量电荷密度变化引起的MIS结构反射率变化，可实现对红外辐射的可见光读出。

采用集总参数模型^[25]来分析MFMIS光读出铁电探测器的探测响应率。假设一束能量为 $W(t)$ ，频率为 ω_0 的正调制红外辐射，即 $W(t)=W_0 \exp(i\omega_0 t)$ ，照射到探测器灵敏元表面（面积为 A_1 ，厚度为 d ），灵敏元温度变化 ΔT 可由下述方程决定：

$$\eta W(t) = C_T d \Delta T / dt + G_T \Delta T \quad (4-22)$$

式中 η 表示探测器吸收率， C_T 为热容， G_T 为向周围环境散热的热导，相应的热时间常数 $\tau_T = C_T / G_T$ 。在稳态条件下，可由(4-22)解的：

$$\Delta T = \frac{\eta W_0}{G_T + i\omega_0 C_T} \exp(i\omega_0 t) \quad (4-23)$$

对于铁电材料，温度引起的束缚电荷密度变化为：

$$\Delta Q_1 = p \Delta T \quad (4-24)$$

式中 p 为材料热释电系数。

对于MIS光读出结构，上电极面积为 A_2 ，假设铁电材料引起的束缚电荷在MIS结构的上电极均匀分布，则红外辐射引起的MIS结构电荷密度变化为：

$$\Delta Q_2 = \frac{A_1}{A_2} \Delta Q_1 = \frac{A_1}{A_2} p \Delta T \quad (4-25)$$

由图3-1所示的器件模型可见， $A_1 < A_2$ ，目的为减小铁电材料引起的束缚电荷密度在MIS结构中的分布，从而减小MIS结构中引起的电场强度，避免过大的电场导致MIS结构中电子注入或击穿现象。

若已知 MIS 结构中电荷密度对应的反射率，即已知 $R-Q_2$ 关系，则探测器光读出响应率可表达为：

$$\alpha = \frac{\Delta R}{W_0} = \frac{\Delta R}{\Delta Q_2} \cdot \frac{\Delta Q_2}{W_0} = \frac{\Delta R}{\Delta Q_2} \cdot \frac{A_1 \eta p}{A_2 G_T (1 + \omega_0^2 \tau_T^2)^{1/2}} \quad (4-26)$$

由 (4-26) 可知，在红外辐射频率一定时，MFMIS 光读出铁电探测器响应率取决于光读出部分的反射率相应于束缚电荷的变化灵敏度 $\Delta R / \Delta Q_2$ 。

MFMIS 结构用采用的铁电薄膜为 PZT ($PbZr0.4Ti0.6O_3$)，其热释电系数为 $1 \times 10^{-8} C \cdot cm^{-2} \cdot K^{-1}$ 。由 MIS 结构反射率随偏置电压的变化规律可导出反射率随电荷密度的变化规律。图 3-18 为 STO MIS 绝对反射率与电荷密度的关系。在响应低频红外辐射时，可利用绝对反射率与电荷密度的关系得到探测器响应率。图 3-19 为 STO MIS 调制反射 $\Delta R / R$ 与电荷密度的关系。响应高频红外辐射时，可通过调制反射强度随电荷密度的变化计算响应率。

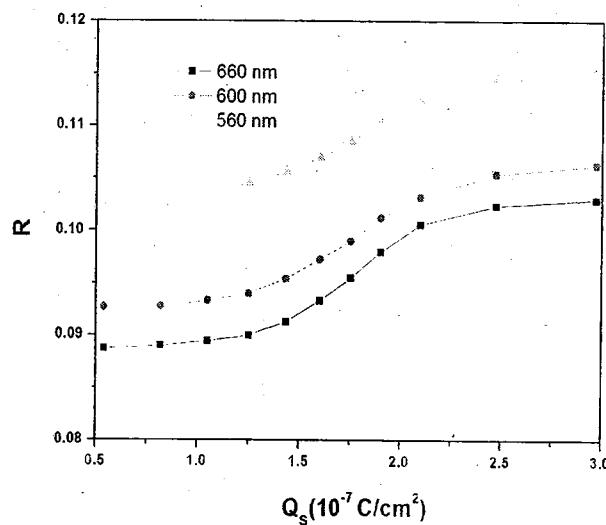
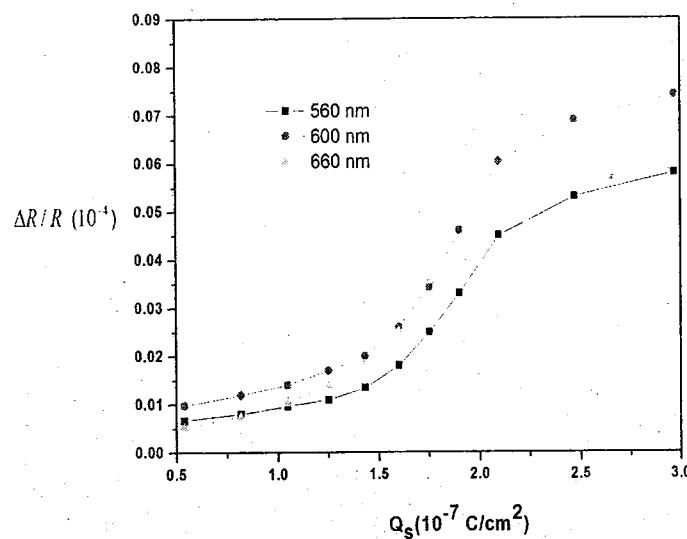


图 3-18 STO MIS 的绝对反射率与电荷密度关系

在 MIS 结构的反射率讨论中指出，在 MIS 结构的强反型偏压出，反射率随电压变化具有最大的灵敏度，因为在实际应用中，可通过偏压控制，使 MIS 结构工作在强反型条件下，此时，光读出探测响应率具有最优值。

图 3-19 STO MIS $\Delta R / R$ 与电荷密度的关系

此外,由式(4-26)可知,探测器响应率还与其绝热结构紧密相关。在单片式非制冷红外焦平面列阵器件中,已实现了 Si_3N_4 微桥,自支撑微桥,多孔二氧化硅热阻挡层三种绝热结构。为了不破坏器件中MIS的光读出结构,可采用在MIS底部镂空形成微桥结构,实现热隔离。

3.5 本章小结

本章提出了一种新型的红外探测结构MFMIS,该探测模型采用MIS结构作为光读出部分,实现对红外辐射的探测。研究了在外加偏压下,STO MIS结构中STO/Si界面层的电子注入现象,并估算了该界面层的电子注入阈值电场。采用等离子振荡激元模型研究了MIS结构绝对反射率随直流偏压的变化规律;采用弱电场下的三次微分电调制反射理论对MIS结构的调制反射随外加偏压的变化进行了分析。最后对MFMIS光读出探测器的响应率进行了讨论。

本章参考文献

- [1] J. H. Qin, J. H. Ma, Z. M. Huang, and J. H. Chu, Proc. SPIE Vol. 6984 (2008)
- [2] Y. Z. Yoo, P. Ahmet, Z. Jin, et al. Appl. Phys. Lett. 82, 4125 (2003)
- [3] K. Eisenbeiser, R. Droopad, Z. Yu, C. Overgaard, et al. J. Electron. Mater. 32, 868(2003)
- [4] B. M. Kim, T. Brintlinger, E. Cobas, et al. Appl. Phys. Lett. 84, 11 (2004)
- [5] R. A. McKee, F. Walker, and M. Chisholm, Phys. Rev. Lett. 81, 3014 (1998)
- [6] I. N. Yakovkin and M. Gutowski, Phys. Rev. B 70, 165319 (2004)
- [7] S. A. Chambers, Y. Liang, Z. Yu, et al. Appl. Phys. Lett. 77, 1662 (2000)
- [8] P. W. Peacock and J. Robertson, Appl. Phys. Lett. 83, 5497 (2003)
- [9] S. M. Sze, Physics of Semiconductor Devices (New York: Wiley), 1981
- [10] 褚君浩, 窄禁带半导体物理学, 北京: 科学出版社, 2005 年
- [11] K. Eisenbeiser, J. M. Finder, et al. Appl. Phys. Lett. 76, 1324 (2000)
- [12] 马建华, 孙璟兰, 孟祥建, 林铁, 石富文, 褚君浩, SrTiO₃ 金属-绝缘体-半导体结构的介电与界面特性, 物理学报, 第 54 卷 3 期, 2005 年 3 月
- [13] S. Matsubara, T. Sakuma, Y. Yamamichi, et al. Materials Research Society, Pittsburgh, 1990
- [14] A. S. Grove, B. E. Deal, E. H. Snow and C. T. Sah, Solid-State Electronics 8, 145 (1965)
- [15] 刘恩科. 半导体物理学 (第 6 版), 北京: 电子工业出版社, 2003
- [16] J. Robertson and C. W. Chen, Appl. Phys. Lett. 74, 1168 (1999)
- [17] Carine Fournet, B. Pinot, Bernard Geenen, et al. Proc. SPIE 1624, 282 (1992)
- [18] J. H. Ma, J. L. Sun, J. H. Qin, Y. H. Gao, T. Lin, H. Shen, APPL. PHYS. LETT. 93, 102903 (2008)

- [19] 沈学础, 半导体光谱和光学性质, 北京: 科学出版社, 2002
- [20] C. Persson, U. Lindefelt, and B. E. Semelius, Phys. Rev. B 60, 24 (1999)
- [21] R. L. Chern, Chien. C. Chang, and C. Chung Chang, Phys. Rev. E 73, 036605 (2006)
- [22] D. E. Aspnes, Surface Sci. 37 (1973), 418
- [23] J. W. Grover and P. Handler, Phys. Rev. B 9, 6, (1974)
- [24] K. Misawa, A. Moritani, Jap. J. Appl. Phys. 15, 7 (1976)
- [25] 于剑, 低维结构铁电材料光电性能和铁电薄膜红外焦平面阵列器件物理研究, 博士论文, 上海技术物理研究所, 2001.

第4章 新型红外探测材料 InSbN 研究

4.1 III-N-V 化合物理论分析

4.1.1 BAC 模型

“能带交互作用”模型 (Band Anticrossing model, BAC)^[1,2]是用于 III-N-V 化合物能带结构研究的重要理论模型，可解释 N 在加入 III-V 后的能带结构变化。该模型认为，在 III-V 化合物中掺入 N 会产生一个由局域态 N 引起的窄能带，这个窄能带与原先的 III-V 导带强烈的交互作用，产生两个新的能带 E_+ 和 E_- ^[3-5]。局域态 N 窄能带与 III-V 导带间的交互作用随 N 的组分增加而增强，所产生的两个新能带的能量差距也相应变大。形成的两个新能带 E_+ 和 E_- 可由下式计算得出：

$$\begin{vmatrix} E(k) - E_C(k) & V_{NC} \\ V_{NC} & E(k) - E_N \end{vmatrix} = 0 \quad (4-1)$$

式中， E_C 为 III-V 半导体导带能量， E_N 为局域态 N 窄能带的能量， V_{NC} 反应了 E_C 和 E_N 能态的相互作用，取决于化合物中 N 组分 x ，由下式决定：

$$V_{NC} = \beta x^{1/2} \quad (4-2)$$

式中 β 为常数，反映了能带交互作用的强度。

由 (4-1) 得出的两个特征值 (E_+ 和 E_-) 中较小的 E_- 作为 III-N-V 化合物的导带边能量，若假设价带顶为能量零点， E_- 即反映了材料的禁带宽度 E_g 。

4.1.2 Modified 10-band k.p 模型

修正的 10-band k.p 模型是基于 BAC 模型和 sp^3s 紧束缚 (tight binding) 哈密顿 (Hamilton) 模型发展起来的理论模型，已成功应用于 $GaAs_{1-x}N_x$ 的能带分析研究中^[6-8]。该模型 10-band k.p 哈密顿函数交互作用可表示为：

$$H = \begin{bmatrix} H_{p\bar{s}} & H_{p\bar{s}-N}^* \\ H_{p\bar{s}-N} & H_N \end{bmatrix} \quad (4-3)$$

式中 $H_{p\bar{s}}$ 为 8-band 哈密顿函数， H_N 为 N 能带哈密顿函数， $H_{p\bar{s}-N}$ 由各能带的哈密顿耦合项^[15,16]。GaAs_{1-x}N_x 中 E_C 和 V_{NC} 与 N 组分的关系为：

$$\begin{cases} E_C = E_0 - \alpha x \\ E_N = E_{N0} - \gamma x \\ V_{NC} = \beta x^{1/2} \end{cases} \quad (4-4)$$

式中 E_0 和 E_{N0} 分别为未微扰的 III-V 半导体导带边和 N 的能带能量， α 、 β 和 γ 为常数， x 为 N 组分。

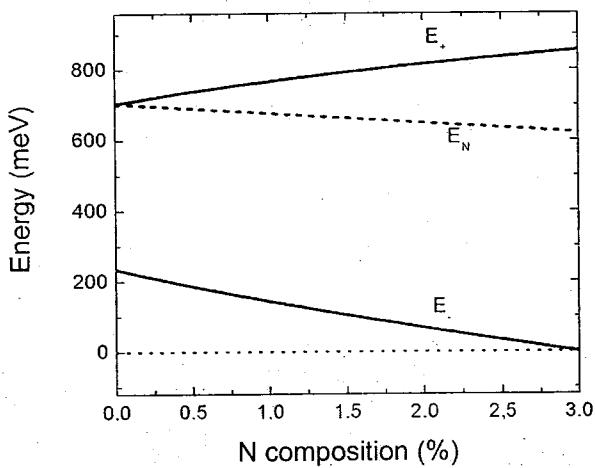
结合式 (4-3) 和 (4-4)，可得到描述 III-V 导带和 N 共振能级交互作用的 2×2 哈密顿矩阵：

$$H_{N,C} = \begin{bmatrix} E_{N0} - \alpha x & \beta \sqrt{x} \\ \beta \sqrt{x} & E_C - \gamma x \end{bmatrix} \quad (4-5)$$

基于 sp³s 紧束缚模型的分析表明，N 在 III-V 化合物中形成局域化 N 能态后，较短的 III-N 键长和 N 的强负电性造成晶格变形，引起了相应的 V_{NC} 能带。此外，N 的强负电性导致电荷从邻近 III 原子向 N 位转移。

4.1.3 InSbN 能带的理论计算

本文中采用应用于 GaAs_{1-x}N_x 修正的 10-band k.p 模型来分析 InSb_{1-x}N_x 的能带结构。对于 InSb_{1-x}N_x 结构，以导带顶为能量零点，计算可得： $E_{N0} = 470 \text{ meV}$ ， $\alpha = 0.77 \text{ eV}$ ， $\beta = 0.77 \text{ eV}$ ， $\gamma = 2.2 \text{ eV}$ ^[19]。由于对 InSb_{1-x}N_x 的光学吸收测量在 30K 实验条件下进行，因而选择 30K 时 $E_C = 0.177 \text{ eV}$ ($5.3 \mu\text{m} @ 30K$) 作为仿真计算的初始值，便于验证实验结果。根据式 (4-5) 对 InSb_{1-x}N_x ($x=0-3\%$) 的能带结构进行了理论计算，如图 4-1 所示。

图 4-1 30K 时 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 中 E_+ 、 E_N 和 E_- 随 N 组分变化的 10-band k.p 理论计算值

计算结果表明, $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 的 E_- (即禁带宽度) 随 N 组分的增大而减小, 当 N 组分为 3% 时, 禁带宽度值接近 0。

4.2 InSbN 的样品制备

近年来的研究成果中, InSbN 的制备方法有分子束外延 (MBE)^[10]、低能离子注入^[3]和金属有机物气相外延 (MOVPE)^[11]等方法。为了提高 N 分布的均匀性, 本研究中的 InSbN 样品采用多次低能离子注入方法生长。

Batch1 (111)	1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-6
N 摻杂浓度	0.2%	0.4%	0.6%	0.7%	1.0%	6.0%
最小剂量(cm^{-2})	8.86E14	1.772E15	2.659E15	3.102E15	4.430E15	2.658E16
注入能量(keV)/	33/2E14	33/4E14	33/5.5E14	33/6.5E14	33/9.5E14	33/5.5E15
剂量(cm^{-2})	150/ 8E14	150/ 1.6E15	150/ 1.4E15	150/ 2.8E15	150/ 4E15	150/ 2.4E16

表 4-1 第一组 InSbN 样品生长参数 (N 注入 InSb (111))

表 4-1 为第一组样品, 采用二次 N^+ 离子注入 InSb (111) 衬底形成 InSbN, N 摻杂浓度和离子注入能量如表中数值所示。第一组样品选择较低的 N 摻杂浓度。

表 4-2 为第二组样品，采用三次 N^+ 离子注入 InSb (100) 衬底制备 InSbN 材料，N 掺杂浓度和离子注入能量在表中给出，第二组样品的 N 掺杂浓度较高。

Batch2 (100)	2-1	2-2	2-3	2-4	2-5	2-6
N 掺杂浓度	4%	5%	6%	7%	8%	20%
最小剂量(cm^{-2})	2.2E16	2.1E16	2.7E16	3.1E16	4.0E16	4.8E16
注入能量(keV) /剂量(cm^{-2})	30/4.0E15 120/1.2E16 500/2.8E16	30/5.0E15 120/1.5E16 500/3.5E16	30/6.0E15 120/1.8E16 500/4.2E16	30/7.0E15 120/2.1E16 500/4.9E16	30/8.0E15 120/2.4E16 500/5.6E16	30/2.0E16 120/6.0E16 500/1.4E17

表 4-2 第二组 InSbN 样品生长参数 (N 注入 InSb (100))

Batch2 (100)	2-7	2-8	2-9
N 掺杂浓度	5%	6%	7%
N 注入能量(keV) /剂量 (cm^{-2})	90/ 8.0E15 180/ 1.8E16 530/ 3.7E16	90/ 9.6E15 180/ 2.2E16 530/ 4.4E16	90/ 10.1E15 180/ 2.5E16 530/ 5.2E16
Mg 注入能量(keV) /剂量(cm^{-2})	40/ 2.0E15	40/ 2.0E15	40/ 2.0E15

表 4-3 第二组 InSbN 样品生长参数 (N、Mg 注入 InSb (100))

对第二组样品中的 2-7、2-8、2-9，采用三次 N^+ 离子和 Mg^+ 离子注入 InSb (111) 衬底，N 掺杂浓度和离子注入能量如表中数值所示。三个样品的 Mg 注入浓度相同，Mg 注入 InSb 中形成 p 型层，与 N 掺杂形成的 n 型层形成 p-n 结，用于 InSbN 二极管的探测性能研究。

4.3 实验装置

对 InSbN 材料的研究中，采用快速热处理 (rapid thermal process, RTP) 对样

品进行退火, X 射线衍射 (X-ray diffraction, XRD) 分析样品的表面完整性, XPS 分析样品中的表面元素组成和百分含量。

为了观测 N 掺入浓度对 InSb 能带的影响, 搭建了光致发光(photoluminescence, PL) 和光电流 (photocurrent) 两套测试系统, 对 InSbN 光学能带结构进行研究。

4.4 退火条件研究

由于 InSbN 样品采用多次 N 离子注入形成, 离子注入将导致晶体的晶格破坏, 造成损伤。高温退火可以消除晶体中的缺陷结构, 恢复晶格的完整性, 并且激活注入的 N 原子。通常较高的退火温度有利于消除晶格缺陷, 但考虑到 InSb 材料的熔化温度为 530°C , 因而我们选择 $400^{\circ}\text{C}-500^{\circ}\text{C}$ 的温度范围研究 InSbN 的最优退火温度。

4.4.1 XRD 研究

掺入 InSb 中的 N 原子以替代位和间隙位形式存在, 激活态 N 原子替代 InSb 中 Sb 原子与 In 形成 In-N 键, 调制 InSb 的能带间隙。由于替代位 N 与被替代原子 (In 或 Sb) 尺寸大小不同及间隙位 N 的存在, 在晶格内部产生应力, 使晶格发生

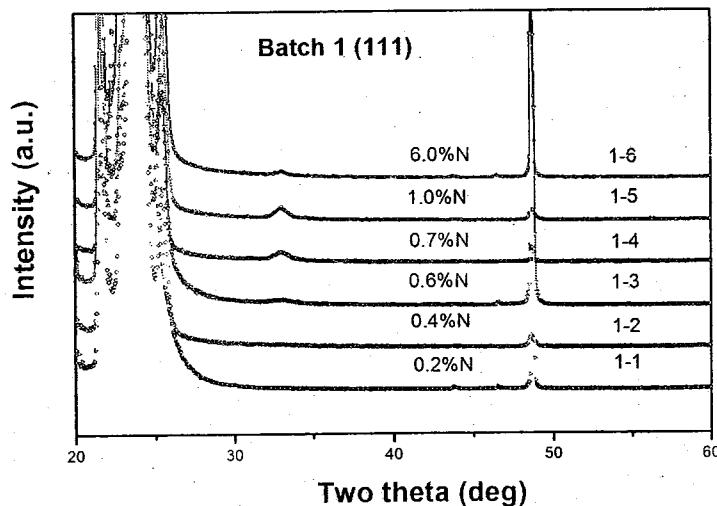


图 4-2 第一组样品 (111) 退火前的 XRD 谱图

一定畸变。在 XRD 谱上，晶格畸变导致 InSb 衍射峰位发生少量偏移，偏移量与 N 的成键数相关。但 N 的掺入不可能改变 InSb 晶体原有的面心立方结构，在 XRD 谱上不会产生新的衍射峰，因而可以用 XRD 检测退火过程中晶格损伤是否消除及是否存在 InSb 的分解挥发。

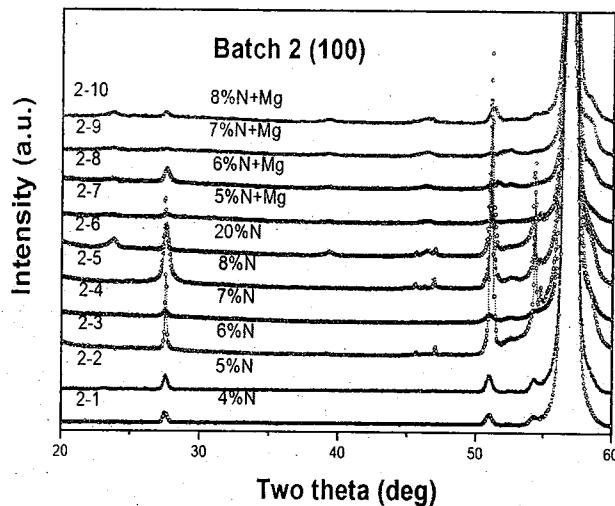


图 4-3 第二组样品 (100) 退火前的 XRD 谱图

图 4-2 和图 4-3 为两组样品退火前的 XRD 谱图，表明了退火前 InSbN 中存在缺陷结构引起的结构峰值，且缺陷结构随 N 注入浓度的增加而增多。

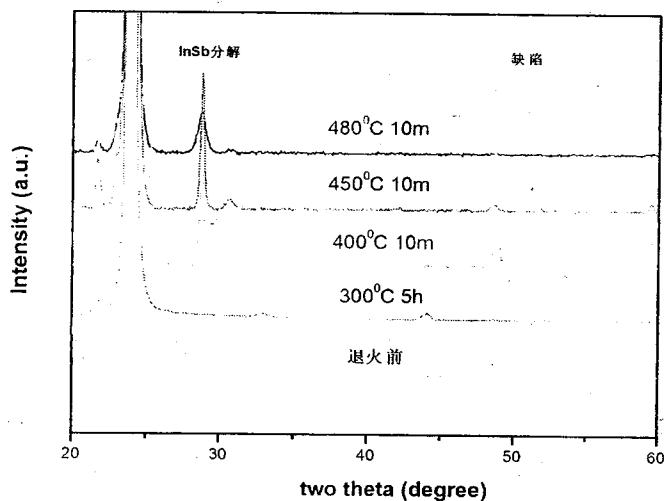


图 4-4 样品 1-2 (0.4% N) 不同退火条件下的 XRD 谱

图4-4为第一组中1-2(0.4% N)样品在不同退火条件下的XRD谱图。图中采用了4种退火条件对样品进行研究，其中在 480°C 、 450°C 和 400°C 下分别进行了10分钟的快速热处理(RTP)退火，在 300°C 下进行了5小时的低温慢退火。由图可知，退火处理大量减少了InSbN中的晶格缺陷。退火温度越高，晶格结构恢复程度越好。实验中观测到，当退火温度高于625K时，InSb分解开始发生，出现了由表面InSb分解形成的弱衍射峰。图4-4表明， 480°C 下10分钟的退火条件可基本消除离子注入引起的晶格损伤，获得性能较好的InSbN样品。

在消除晶格缺陷的同时，退火处理还能激活掺入的N原子，提高N杂质的成键率，通过XRD单峰扫描可研究退火条件对N的激活作用。N原子在InSb晶体中主要以3种形式存在^[3,4]：1) 替位“Sb”形成In-N键；2) 间隙N原子；3) 间隙N-N或N-Sb共价对。由于N原子共价半径远小于In和Sb的成键半径， $R_N(0.75\text{\AA}) < R_{Sb}(1.38\text{\AA}) < R_{In}(1.44\text{\AA})$ ，N替位“Sb”形成In-N键后，导致晶格收缩引起的拉伸应力，产生负的晶格适配，在XRD谱上表现为峰形的“右肩”特征；单个间隙N原子因半径较小，对晶格畸变的贡献较小；间隙N-N或N-Sb共价对引起的晶格失配与样品晶向有关，可通过晶格失配模型计算得出。

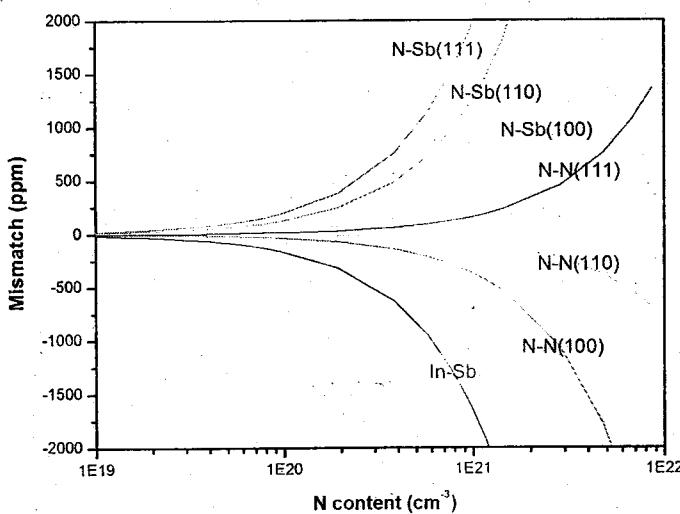


图4-5 不同N掺入浓度下各衬底晶向N-N和N-Sb引起的晶格适配

如图4-5所示，根据半导体器件相关理论公式计算了各晶向上N-N和N-Sb共

价对引起的晶格失配与 N 掺入浓度的对应关系。由图中可知，在 (111) 晶向上，N-N 和 N-Sb 共价对都能引起正的晶格失配，且失配值随 N 掺入浓度增加而增大，在 XRD 谱上变现为峰形的“左肩”特征。

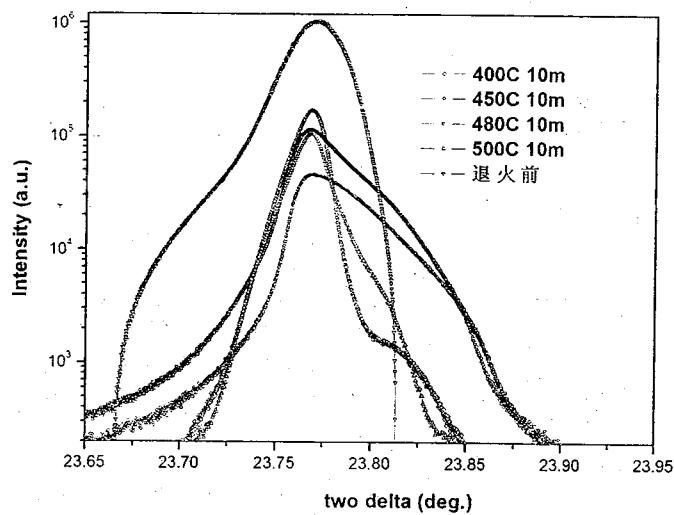


图 4-6 样品 1-2 (0.4% N) XRD 谱的 (111) 峰值

图 4-6 是样品 1-2 (0.4% N) 经退火处理后在 (111) 晶向上的 XRD 单峰衍射图，退火条件分别为 400^0C 、 450^0C 、 480^0C 和 500^0C 下 10 分钟。从图中可清晰看出：退火前峰形的“左肩”结构明显，退火后，“左肩”结构显著减少，“右肩”结构增强；峰形“右肩”特征随退火温度增加而逐渐增强，当退火温度到达 500^0C 时，“右肩”结构减弱。由图中分析可知，退火前，大量掺入 N 元素以间隙态存在，引起正晶格适配。退火处理后，N 被激活以替位方式形成 In-N 键，导致负晶格匹配，N 激活率 (In-N 成键率) 随退火温度升高而增加。退火温度高至 500^0C ，由于 InSb 的分解和 N 的向外扩散等因素，图中“右肩”结构急剧减弱。

晶格失配参数 $\delta a / a$ 与 XRD 谱中峰值偏移角度 θ 关系为^[13]:

$$\delta a / a = - \cot \theta \cdot \delta \theta \quad (4-6)$$

采用高斯多峰拟合对 XRD 单峰衍射图的“左肩”和“右肩”峰值进行标定，并基于式 (4-6) 可计算得出各退火条件下样品晶格失配参数，如表 4-4。表中结果表明，随着退火温度增加，由于 N-In 成键率升高，间隙态 N 数量减少，晶格负失配增大，

正失配减小，在 480°C 下10分钟的退火条件下，负晶格失配最大，且晶格总失配数为负值，即在该退火条件下N激活率最大。

0.4% N (111)	负失配	正失配	总失配
410(10)&450(5)	—	1918	1918
450(10)	-962	1573	611
480(10)	-2552	2401	-151
500(10)	-844	1969	1125

表 4-4 不同退火条件下样品 1-2 (4% N) 晶格失配参数

4.4.2 XPS 研究

为了进一步研究退火条件对于掺入N激活的作用，采用了X射线光电子能谱(XPS)对1-2 (0.4%N)样品进行了表面组分研究。图4-7为样品在经过 480°C 10分钟快速热处理之后的XPS N(1s)谱图，图中只呈现出一个位于400.5 eV的明显峰值，对应于N与C和O的结合能，该结果表明，几乎所有位于样品表面的N元素都被氧化，形成N-C和N-O键。

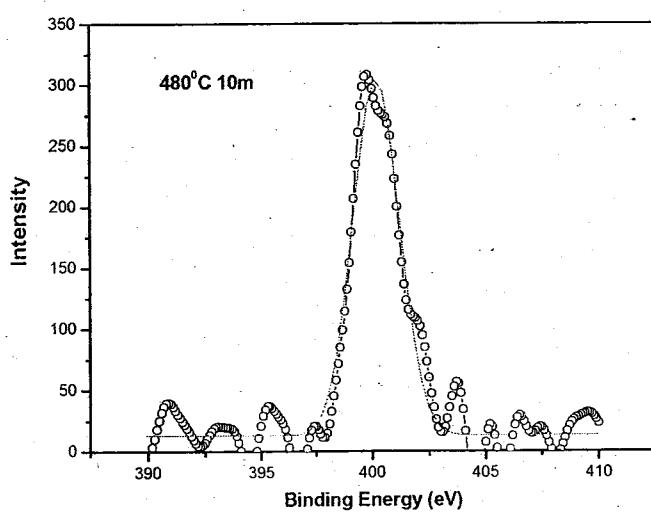


图 4-7 样品 1-2 (4% N) 经 480°C 10分钟退火后的XPS N(1s)谱

为了研究掺入 N 在 InSb 内部的分布，采用感应耦合等离子（ICP）刻蚀方法，以 Ar^+ 离子对样品进行 8 分钟的干法刻蚀，刻蚀深度约为 80 nm，达到去除样品表面 N 氧化层的目的。

图 4-8 为样品经 Ar^+ 刻蚀后的 XPS 谱图，退火条件分别为 (a) 400°C 10 分钟；(b) 450°C 10 分钟；(c) 480°C 10 分钟；(d) 480°C 10 分钟并在退火过程中加 Si 片覆盖。

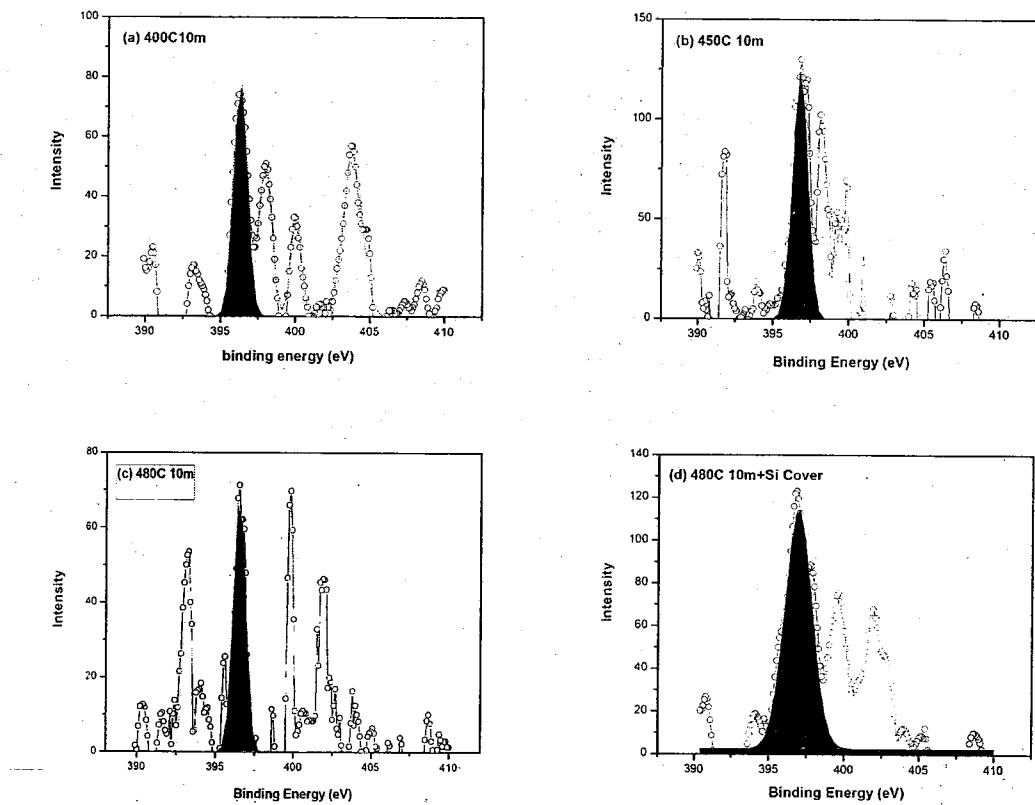


图 4-8 Ar^+ 刻蚀后样品在各退火温度下的 XPS N(1s) 谱图，黑色填充部分为 In-N 峰

从图中 XPS 谱线可知，经 Ar 刻蚀处理后的 XPS 谱上 N 氧化 (400.5eV) 比刻蚀前明显减弱，且 4 个 XPS 图都出现了三个位于 396.9eV 、 399.5eV 和 403eV 的峰值，分别对应于 In-N 键（黑色填充部分），In-Sb 键和间隙 N 原子的结合能^[3,4]。同时，在图 (a) 和图 (b) 中还存在 397.9eV 处的 In-N-Sb 峰值。

InSbN 结构中，只有取代 Sb 原子与 In 形成 In-N 键的 N 元素对能带起调制作用，因而基于 XPS 结果中的 In-N 含量，可计算掺入 N 的激活率。对 XPS 结果进

行峰值拟合后，可计算得出，对应于图 4-8 (a)、(b)、(c)、(d) 的样品中 N 激活率分别为 42.5%，54.1%，59.2%，75%。可见，N 激活率随退火温度升高而增大，在 480⁰C 10 分钟的退火条件下获得最高的 N 激活率，与前述 XRD 的分析结果一致。此外，比较图 (c) 和 (d) 的实验和计算结果可知，由于在退火处理时加入 Si 片覆盖样品，阻止了高温过程中 N 的对外扩散，从而提高了 N 激活率。(c)、(d) 两图的差异也证实了在高温退火过程中存在 N 对外扩散逃逸。

结合 XRD 和 XPS 的分析结果，480⁰C 10 分钟的热处理是较为适宜的退火条件，在退火过程中加入阻挡片可显著提高样品的 N 激活率。在实际操作中，为改善快速热处理后样品表面质量，可采用低温慢退火后再高温快速退火的方法进行处理。

4.5 InSb_{1-x}N_x 的 N 激活率和光电流

如前所述，InSb 中掺入 N 形成 InSb_{1-x}N_x 化合物，将减小 InSb 的禁带宽度，增大响应特征波长。掺入的 N 杂质需被激活形成 In-N 键，才可调制 InSb 的能带间隙，因此 N 杂质的激活率对于 InSb_{1-x}N_x 远红外探测器的响应特征波长具有决定作用。在一定掺杂浓度下，N 激活率越高，响应特征波长越长。

在退火条件分析中已经提到，N 激活率可基于 XPS 组分研究获得。通过光电流测试得到 InSb_{1-x}N_x 样品实际能带变化，即可与相同 N 组分的 InSb_{1-x}N_x 能带理论值进行比较分析。为研究不同掺入浓度的 N 激活率变化，首先对第一组样品进行 XPS 分析计算，得到各样品退火后的相应 N 组分分布，如表 4-5。

Batch 1	N 注入浓度(%)	N 实际浓度(%)	In-N (%)	In-N-Sb (%)	N-Sb (%)	N 组分 x (%)
1-2	0.4	0.39	75.0	25.0	—	0.29
1-3	0.6	0.58	73.0	5.5	21.5	0.42
1-5	1	0.90	69.8	17.2	13.0	0.63
1-6	6	5.87	48.0	42.0	8.0	2.82

表 4-5 第一组样品退火后 N 的组分分布

由表中数值可知，InSb 中的 N 实际浓度略低于注入浓度，可认为是退火过程中 N 对外扩散造成。随着注入浓度的增大，In-N 成键率降低，即 N 激活率降低，但形成 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 的 N 组分仍随 N 注入浓度的增加而增大。

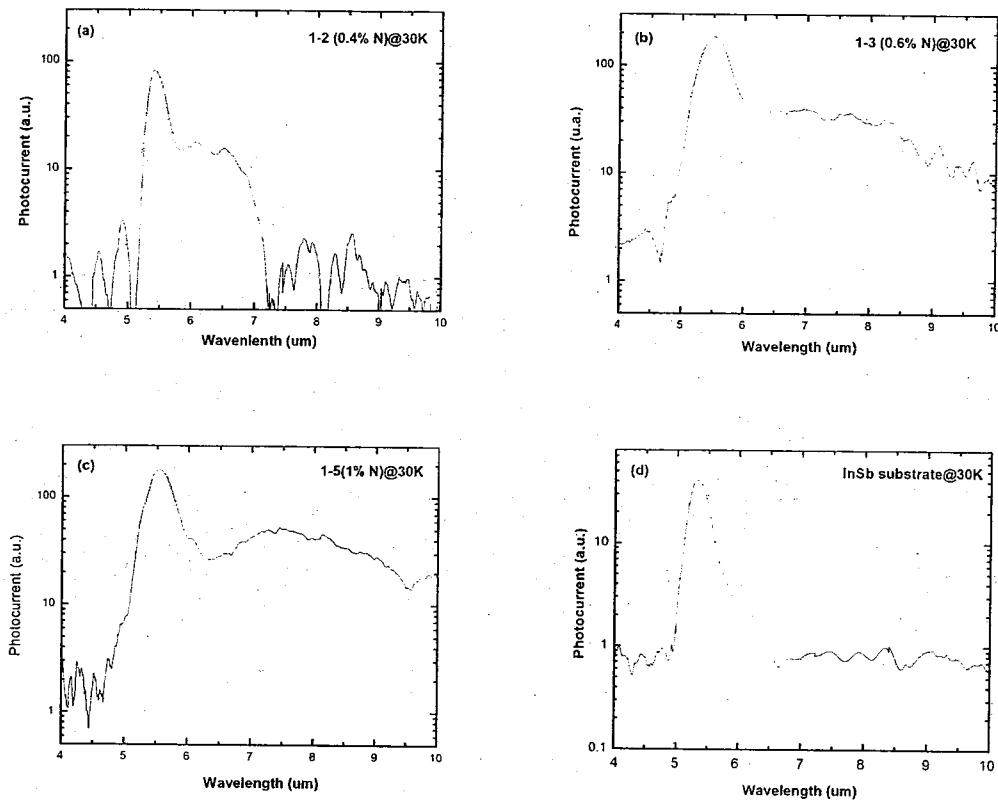


图 4-9 第一组 InSb_xN_x 样品 30K 的光电流测试
(a) 1-2 (0.4% N); (b) 1-3 (0.6% N); (c) 1-5 (1% N); (d) InSb 衬底

图 4-9 为第一组样品在 30K 温度下的光电流测试结果，采用高斯双峰拟合后，图中光电流谱除了 InSb 衬底引起的特征峰 $5.3\mu\text{m}$ @ 30K (234meV) 外，还存在由掺杂 N 组分引起的 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 特征峰值：(a) $6.142\mu\text{m}$ (1-2, $x=0.29\%$)；(b) $6.291\mu\text{m}$ (1-3, $x=0.42\%$)；(c) $7.080\mu\text{m}$ (1-5, $x=0.63\%$)。结合 4-5 中样品 N 组分 x 数值分析，光电流结果中 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 特征峰值与基于式 (4-5) 的理论计算值 (图 4-1) 相符。尽管注入 N 浓度的增大导致 N 激活率降低，但仍然增大了 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 中的 N 组分，使得 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 的响应特征波长向远红外波段 ($8-12\mu\text{m}$) 移动。表 4-5 中，

样品 1-6 (6% N) 的 N 组分 $x=2.82\%$, 理论计算表明, 在该 N 组分下, $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 禁带宽度接近零值, 而实际测量中未能检测出光响应特征峰, 为了弄清高 N 组分 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 的物理机制, 制备了 N 注入浓度更高的第二组样品进行研究。

如表 4-6 所示, 基于 XPS 分析计算了第二组样品退火后 N 的组分分布。由表中数值可知, 高浓度 N 注入引起退火过程中大量 N 向外扩散, 退火后 N 实际浓度明显低于注入浓度; 与低浓度 N 注入的第一组样品相比, 第二组样品中的氮激活率显著降低, 且存在大量间隙位 N 原子及 N-Sb、In-N-Sb 共价对, 表明退火处理不够充分, 需要探寻更优越的退火条件。在上节退火条件讨论中指出, 480°C 是较优的退火温度, 单纯提高退火温度将引起 InSb 的分解挥发, 因此需采用低温和高温结合的分段退火处理使样品充分退火, 消除 N 间隙位和共价对。此外, 可退火前在样品上表面生长阻挡层, 如 Si_3N_4 等, 减少退火过程中的 N 外扩散, 提高 N 激活率, 在退火处理结束后再采用刻蚀方法去除阻挡层。由于 N 的易挥发性, 目前制备高组分的 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 仍然是一个难点。

Batch2	N 注入浓度 (%)	N 实际浓度 (%)	In-N (%)	In-N-Sb (%)	N-Sb (%)	间隙 N 原子 (%)	N 组分 x (%)
2-2	5	4.13	9.2	41.6	39.8	5.3	0.38
2-3	6	5.28	8.9	20.1	43.9	26.1	0.47
2-4	7	5.95	8.6	48.0	23.1	21.3	0.51
2-5	8	7.21	8.6	21.5	46.8	23.0	0.62
2-7	5	3.25	11.1	30.2	40.8	24.7	0.36
2-8	6	3.8	10.5	23.9	44.5	21.9	0.4
2-9	7	4.34	9.9	24.2	45.7	19.8	0.43

表 4-6 第二组样品退火后 N 的组分分布

4.6 InSbN 二极管研究

4.6.1 InSbN 二极管的制备

第二组样品中 2-7、2-8、2-9 在离子注入 N 后，掺入 Mg 在样品表面形成 p 型层，与呈 n 型的 InSbN 层形成 p-n 结，用于 InSbN 二极管性质的研究。

实验中采用图 4-10 所示的 InSbN 二极管结构。该结构的制备过程如下：首先样品经 350°C 30 分钟 + 450°C 5 分钟退火后，置于异丙醇（IPA）中，在 200°C 下煮沸约 15 分钟清洁表面；随后基于 Mask，通过光刻和湿法刻蚀形成圆形台面（mesa），用于形成金属与 N 型衬底欧姆接触，mesa 直径为 $250 \mu\text{m}$ ，高度约为 $2 \mu\text{m}$ ；用盐酸清洗表面后，通过电子束蒸发（e-beam evaporation）形成图 4-10 中的两处电极：Ti（60nm）+Au（200nm）；采用 300°C 10 秒钟的快速热处理形成欧姆接触；将样品用导电银胶粘到具有引出管脚的封装台上，通过 Au 连线（wire bonding）引出两个电极位置。

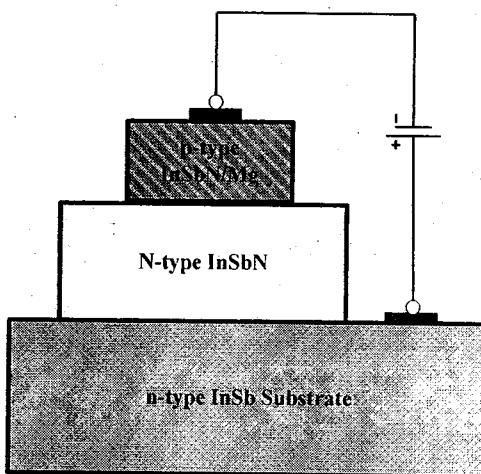


图 4-10 InSbN 二极管结构示意图

4.6.2 I-V 特性研究

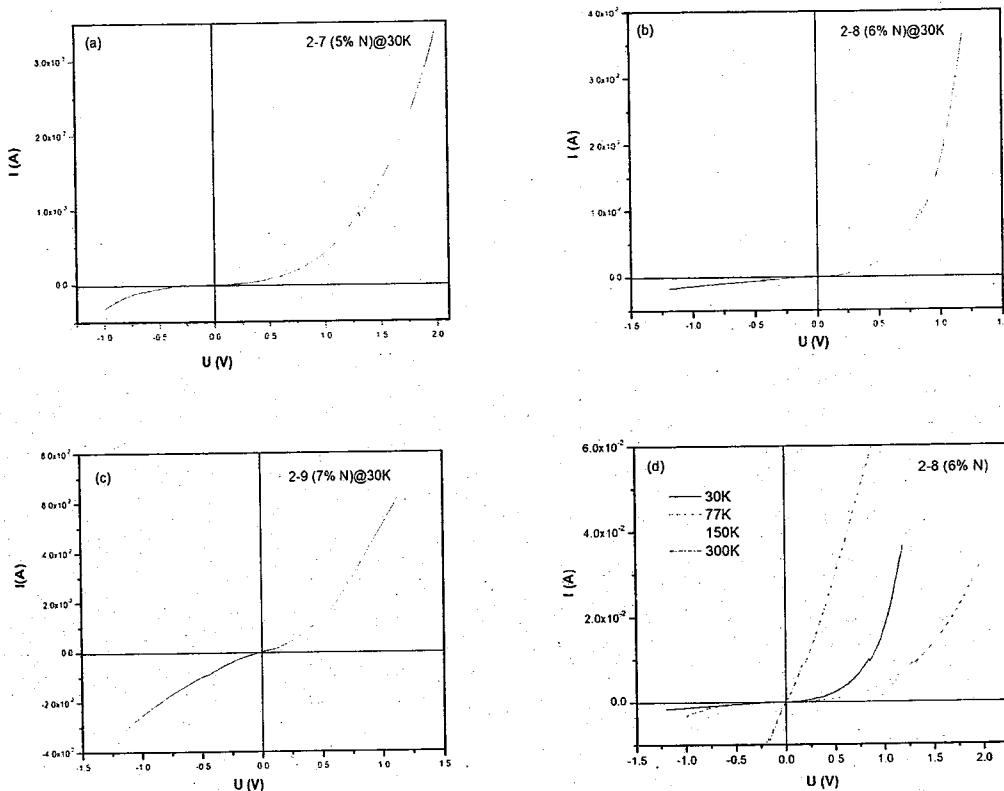


图 4-11 InSbN 二极管的 I-V 特性
 (a) 2-7 @30K; (b) 2-8@30K; (c) 2-9@30K; (d) 变温 2-8

I-V 特性不仅可以反映 InSbN 二极管中的 P-N 结构, 还能提示二极管在反向偏压下的漏电流。InSbN 二极管作为探测器时, 工作在反向偏压状态, 因而 I-V 特性中的反偏漏电流即为二极管探测器工作时的暗电流, 是 InSbN 探测器工作性能的重要参数。

InSbN 二极管的 P-N 结 I-V 特性如图 4-11 所示, 其中图 (a)、(b) 和 (c) 分别为样品 2-7、2-8 和 2-9 在 30K 温度下的测试结果, 图 (d) 为 2-8 样品在不同温度下测得的 I-V 特性。

由图中 I-V 曲线可知, 样品都呈现出 P-N 结的整流特性, 表明样品内部 P-N 结的存在。然而, 30K 下三个样品在 P-N 结反向偏压时都出现较大的暗电流, 在 0.1V 反向偏压时约为 2mA。导致较高暗电流的因素可能有以下诸多方面:

1. 首先窄禁带 InSbN 具有较高的迁移率，300K 时约为 4×10^4 （通过霍尔测试计算），使得电子穿通 P-N 结耗尽区的概率增大；
2. 其次，器件尺寸较大，较低的电阻也会导致暗电流的增大；
3. InSbN 禁带较小，使得样品内部形成的 P-N 结接触势垒较低，假设理想状态下，即掺入 Mg 离子全部激活，取代 InSb 衬底中的 In 原子成为受主，则可计算出 p 型层受主浓度为 $2 \times 10^{20}/\text{cm}^3$ ，取霍尔测试中的电子浓度 ($2 \times 10^{16}/\text{cm}^3$) 为 n 型层施主浓度，InSb 的本征载流子浓度为 $2 \times 10^{16}/\text{cm}^3$ ，可根据 P-N 结理论公式算出接触势垒为 0.21V，可见较低的接触势垒造成 P-N 结反偏时暗电流较大。
4. 暗电流的出现和二极管的工艺也有关系。P-N 结制备过程中，mesa 的形成以 10: 1 的乳酸/硝酸溶液的湿法刻蚀完成，相关研究结果表明^[14]，该方法具有刻蚀速度快等优点，但同时存在侧壁陡坡、底部不平整等缺点，造成严重的 trench 效应。当反向偏压时，mesa 边缘出现较强的电场分布，导致较高的暗电流。解决方法是在湿法刻蚀中降低乳酸/硝酸浓度，延长刻蚀时间来取得性能更好的 mesa 结构。

图 4-11(d)表明，随着温度的升高，在相同偏压下电流值升高；当温度接近室温时，InSbN 二极管特性消失，I-V 特性接近线性电阻特性，这可能因温度升高，样品中 N 激活率提高，能带间隙逐渐减小，更接近于金属的 I-V 特性。

4.6.3 光电流测试

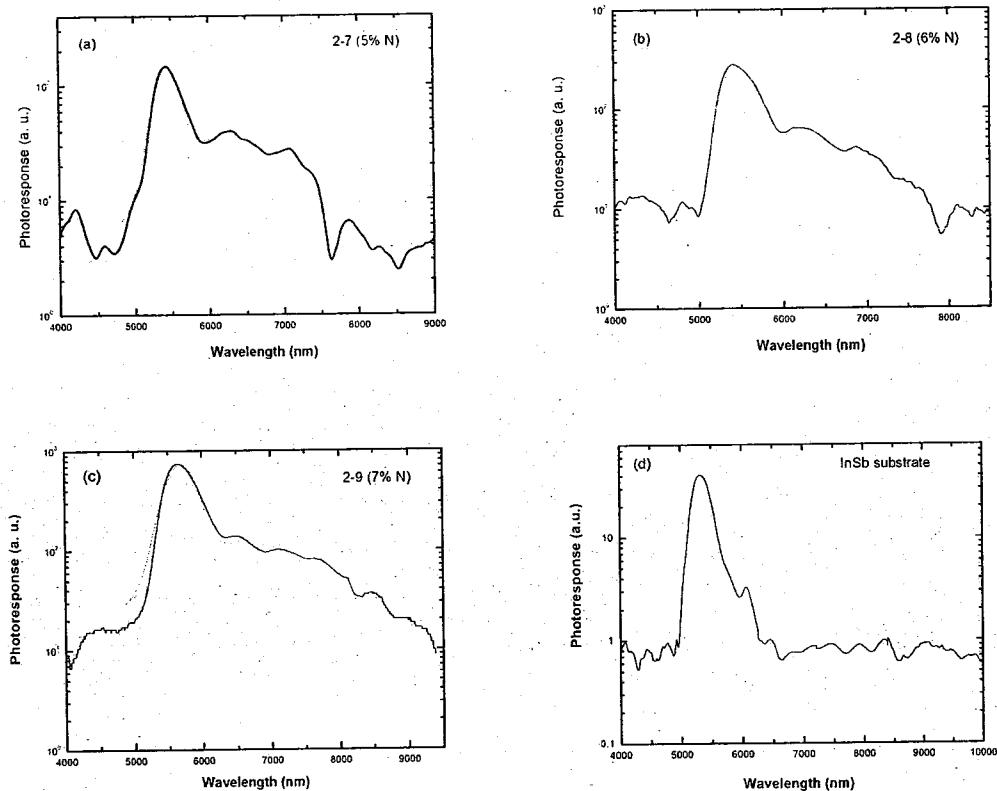


图 4-12 样品 2-7 (a)、2-8 (b) 和 2-9 (c) 在 30K 的光电流谱; (d) 为 InSb 衬底光电流

采用光电流谱仪对 2-7、2-8、2-9 三个 InSbN 二极管进行了测试, 如图 4-12 所示。与第一组样品的测试结果相似, InSbN 二极管的光电流谱上包含 InSb 衬底

Diode	N 组分 x (%)	测量特征波长	测量禁带	理论禁带
2-7	0.36	6305nm	196.7meV	198.1meV
2-8	0.4	6332nm	195.5meV	193.8meV
2-9	0.43	6468nm	191.7meV	192.1meV

表 4-7 光电流谱上 InSbN 二极管的特征波长和能量

的特征峰和 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 特征峰, 通过高斯双峰拟合实验曲线, 可得到各 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 样品与组分 x 对应的特征响应波长 (探测中心波长), 如表 4-7。由表中数据可知, 实验测量到三个 InSbN 二极管特征响应波长分别为 6305、6332 和 6468nm, 对应

的禁带能量与理论计算值非常吻合。实验结果的准确性表明实验制备的 InSbN 二极管具有较好的探测性能， $InSb_{1-x}N_x$ 二极管远红外探测器的实现成为可能，其响应波长可通过 N 组分进行调节。

4.7 本章小结

本章基于 XRD 和 XPS 研究了新型红外探测材料 InSbN 在不同退火条件下的晶格恢复和 N 激活率变化，探寻最佳的退火条件；基于 XPS 分析计算了退火后样品中 N 的组分分布，研究 N 激活率对于不同 N 离子注入浓度的变化规律；基于光电流测试探究 N 掺杂对 InSb 能带的调制作用；为实现 InSbN 远红外探测器，实验室制备了 InSbN 二极管，并对其 I-V 特性和光电流进行了测试和分析。

本章参考文献

- [1] W. Shan, W. Walukiewicz and J. W. Ager, Phys. Rev. Lett. 82, No.6 (1999)
- [2] W. Shan, K. M. Yu, W. Walukiewicz et al. J. Phys: Condens. Matter 16 (2004) S3355-S3372
- [3] J.D. Hecht, F. Frost, D. Hirsch et al. J. Appl. Phys. 90, 6066 (2001)
- [4] T. D. Veal, I. Mahboob, and C. F. McConville, Phys. Rev. Lett. 92, 136801-1 (2004)
- [5] T. Ashley, T. M. Burke, G. J. Pryce, A. R. Adams, et, al. Solid-State Electronics 47, 387 (2003)
- [6] A. Lindsay, E. P. O'Reilly, Solid State Communication 112, 443 (1999)
- [7] E. P. O'Reilly, A. Lindsay, Phys. Status Solidi B 216, 131 (1999)
- [8] E. P. O'Reilly, A. Lindsay, et al. Semicond. Sci. Technol. 17, 870 (2002)
- [9] B. N. Murdin, M. Kamal-Saadi, A. Lindsay, et al. Appl. Phys. Lett. 78, No.11 (2001)
- [10] A. D. Johnson, R. H. Bennett, J. Newey, et al. Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 607, 23 (2000)
- [11] T. Ishiguro, Y. Kobori, Y. Nagawa, Y. Iwamura, S. Yamaguchi, "Progress in Compound Semiconductor Materials III-Electronic and Optoelectronic Applications, Symposium", P45-9, 2004,
- [12] K. Alberi, J. Wu, W. Walukiewicz, K. M. Yu, O. D. Dubon, S. P. Watkins, C. X. Wang, X. Liu, Y.-J. Cho, and J. Furdyna, Phys. Rev. B 75, 045203 (2007)
- [13] 黄新民, 材料研究方法, 哈尔宾: 哈尔滨工业大学出版社, 2008
- [14] K. M. Chang, J. J. Luo, C. D. Chiang and K. C. Liu, Jpn. J. Appl. Phys. 45, 1477, (2006)

- [15] D. H. Zhang, W. Liu, L. Sun, W.J. Fan, S.F. Yoon, S.Z. Wang, and H. C. Liu, J. Appl. Phys., 99 (043514), 1-4, 2006.
- [16] W. Liu, D. H. Zhang, Z. M. Huang, S. Z. Wang, S. F. Yoon, W. J. Fan, C. J. Liu, and A. T. S. Wee, J. Appl. Phys. 101, 103111 (2007).

第5章 总结和展望

5.1 总结

本文研究了新型红外探测结构 MFMIS 和探测材料 InSbN 的一些相关机理，并建立了基于锁相技术的 C-V 特性测试仪、基于 DSP 的双调制反射光谱测试仪和光电流测试仪三套实验系统，取得了以下一些结果：

1. 基于差分电桥和相敏检测建立了一种电容-电压测试方法，可实现电容的绝对测量和相对测量。采用数字锁相放大器 Model 7225 作为测试仪的信号处理核心，可提供高精度、高稳定性的驱动信号和参考信号，完成无延时的相敏检测运算。为实现测试仪器的自动控制，设计了基于 C51 单片机的控制单元，通过 RS232 接口控制 Model 7225 进行信号测试和数据采集。采用 USB 接口实现系统的用户界面交流，完成实验参数的设置和实验结果的实时显示。通过对陶瓷电容、MIS 结构的 C-V 特性及 PZT 的 C-V 特性测试表明，该测试仪具有较高的测试性能。该测试仪为后续的 MIS 结构平带电压，表面势和 STO/Si 界面电子注入研究提供了硬件基础。
2. 设计了一套双光路双调制反射光谱仪，在单色仪光路中引入斩波器与样品电/光调制形成双重调制，降低调制反射测量中的噪声，提高测试性能。提出了一种新型的级联双频率解调算法，解除了传统双锁相串联系统中的时间常数限制，并消除了冗余的 AD 和 DA 转换引入的量化误差。基于 TI TMS320C6701 DSP 芯片和 Xilinx Spartan-3A XC3S400 FPGA 芯片实现级联双解调电路设计。以 DDS 技术提供 0-50 MHz 频率可调的两路外部驱动信号和内部参考序列，分辨率为 0.0116 Hz。DSP 完成数字陷波、FIR 滤波、级联相关解调运算等数字信号处理。设计了双光路样品室，消除测量时由于时间间隔引起的电源波动、光源漂移及电路中的不稳定因素。通过对 GaAs 和 GaSb 的 PR 测试对该系统进行了性能评估，实验结果表明该光谱仪比双锁相串联系统具有更高的信噪比，可应用于可见和近红外波段（ $300\text{nm}-3\mu\text{m}$ ）的调制光谱测试中。该测试仪为 MIS 结构在偏压下的绝对反射

率和调制反射率测量提供了实验平台。

3. 建立了一套光电流测试系统，基于 Jobin Yvon 的 Triax 320 光栅单色仪、Signal Recover Model 7265 锁相放大和 Lakeshore Model 331 温度控制系统可在低温条件下实现 $2\text{-}12 \mu\text{m}$ 波长范围的光电流谱测试，并应用于各 N 掺杂浓度的 InSbN 样品光电流测试中，为研究新型探测材料 InSbN 中 N 掺杂对 InSb 禁带宽度的调制作用提供了有效的实验装置。

4. 提出了一种新型红外探测结构 MFMIS，利用 STO MIS 结构作为光读出部分，铁电薄膜 PZT 作为红外辐射的响应元，实现目标红外辐射的光读出测量。研究了 STO/Si 界面的电荷注入现象，通过 C-V 和 C-F 测试分析发现 STO MIS 结构中绝缘层介电常数(77)远小于 STO 体材料(300)。俄歇电子深度谱表明在 STO/Si 界面处存在由 Si、O、Sr 和 Ti 共同组成的低介电常数界面层。将界面层近似为 SiO_2 进行模拟计算可得界面层厚度约为 2.6 nm。STO MIS 结构的正向、反向 C-V 谱结果表明，当偏置电压为 $\pm 4 \text{ V}$ 时，电子注入现象产生，基于界面层近似为 SiO_2 可估算出界面层电子注入阈值电场约为 5.5 MV/cm。在外加偏压下 MIS 结构的反射率研究中，采用等离子激元模型分析了 MIS 结构绝对反射率随直流偏压的变化规律；采用低场下的三次微分 ER 模型分析了 MIS 结构调制反射强度随偏压的变化规律。实验结果表明，MIS 结构的绝对反射和调制反射强度随外加偏压的增大而增大，最灵敏变化区间发生在 0.6-0.8 的强反型层偏压处。

5. 在新型红外探测材料 InSbN 的研究中，基于 XRD 和 XPS 分析了 InSbN 样品在不同退火条件下的晶格恢复和 N 激活率变化，探寻最佳的退火条件。基于 XPS 分析计算了退火后样品中的 N 组分分布，研究表明，由于 N 外扩散和间隙 N 的存在，N 激活率随 N 离子注入浓度的升高而降低。基于光电流实验装置对不同 N 掺杂浓度的 InSbN 样品进行了测试，测试结果与理论仿真结果较好匹配，反映了 N 掺杂对 InSb 能带的调制作用。实验室制备了 InSbN 二极管器件，其 I-V 测试结果提示了较好的 P-N 结特性，光电流测试表明该二极管的特征响应波长与理论计算值吻合。

5.2 展望

本文工作主要围绕新型红外探测结构 MFMIS 和探测材料 InSbN 的相关机理展开，取得了一些初步结果。有些工作还可以继续延续：

1. 新型红外探测结构 MFMIS 研究中，光读出 MIS 结构随偏压的变化可结合能带计算从理论上总结变化规律，从而获得准确的反射率公式；其次可改变 MIS 结构中的绝缘层材料和 Si 衬底掺杂浓度，研究光读出结构的灵敏度变化；对光读出探测器模型结构和热隔离结构进行进一步优化。
2. 对于 N 离子注入形成的红外探测材料 InSbN，可通过生长覆盖层如 Si_3N_4 等方法，减少样品退火中的 N 外扩散，提高 N 掺杂浓度，从而提高 In-N 的成键浓度；通过 PL 和 PR 测试，进一步明确 N 掺杂对 InSb 禁带的调制作用；优化 InSbN 二极管结构和生长条件，降低暗电流，提高器件性能。