

# 磷化铟单晶衬底的缺陷控制和高质量表面制备

赵有文<sup>†</sup> 董志远 孙文荣 段满龙 杨子祥 吕旭如

(中国科学院半导体研究所, 北京 100083)

**摘要:** 分析研究了一些缺陷对 InP 单晶衬底的影响, 包括团状结构位错的产生及其对晶格完整性的影响, 坑状微缺陷、晶片抛光损伤和残留杂质的清洗腐蚀等. 对这些缺陷的形成原因和抑制途径进行了分析. 在此基础上获得了“开盒即用(EPI-READY)”、具有良好晶格完整性、表面无损伤的 InP 单晶衬底抛光片.

**关键词:** 磷化铟; 缺陷; 衬底; 抛光

**PACC:** 6110C; 8160; 7120

**中图分类号:** TN304.2<sup>+</sup>3

**文献标识码:** A

**文章编号:** 0253-4177(2006)12-2127-07

## 1 引言

InP 单晶抛光片作为衬底已广泛用于生长毫米波微电子器件和光纤通信用光电子器件材料<sup>[1,2]</sup>. 随着器件性能的不断提高和器件尺寸的减小, 对 InP 单晶衬底的质量要求越来越高. 除了要保证晶体的晶格完整性外, 为了满足外延生长工艺的要求, 保证外延生长层材料的质量, 要求 InP 单晶抛光片达到所谓“开盒即用(EPI-READY)”的标准. 这就需要研究控制单晶的生长、晶片的抛光和清洗等工艺技术, 降低并控制晶体中的缺陷密度, 避免抛光过程中表面的损伤, 减小残留杂质浓度等. 然而, 磷化铟材料在生长过程中容易产生杂质沉积、位错团、小角晶界等缺陷, 本身的化学性质不稳定, 材料软且脆, 容易产生加工损伤. 因此, 研究这些缺陷产生的原因将有助于改进生长技术, 降低缺陷浓度, 提高单晶材料和晶片的表面质量. 目前, 文献中缺乏有关 InP 单晶中与生长条件相关的晶格缺陷、晶片的加工损伤以及清洗腐蚀等研究结果的报道. 本文对磷化铟单晶衬底的完整性、抛光片表面缺陷和残留杂质等进行了研究分析. 通过改进单晶制备和晶片抛光工艺技术, 获得了低缺陷密度、表面无损伤的高质量 InP 单晶抛光衬底晶片.

## 2 实验

实验研究所使用的 InP 单晶样品采用高压液封直拉法(LEC)生长, 其中有非掺杂 n 型, 电子浓度为  $(5 \sim 20) \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ , 位错密度  $\text{EPD} \leq 5 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ ; 掺硫 n 型, 电子浓度为  $(1 \sim 6) \times 10^{18}$

$\text{cm}^{-3}$ ,  $\text{EPD} \leq 3 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ ; 掺铁半绝缘型, 电阻率  $\geq 1 \times 10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ ,  $\text{EPD} \leq 5 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ . 晶片的直径为 50 和 75mm. 利用我们自己的机械化学抛光工艺对晶片进行单面抛光后(有关机械化学抛光技术的方法、原理见参考文献[3~7]), 用 OLYMPUS MX40 型干涉显微镜观察分析晶片表面的形貌和缺陷. 利用 JSM-35CF 扫描电镜及 PV9100/75 电子能量色散 X 射线谱(EDX)仪分别观察微缺陷的形貌, 分析微缺陷的组份. 用 Bede D1 型 X 射线衍射仪测量单晶样品的摇摆曲线晶格. 用 ESCALab220I-XL 型 X 射线光电子能谱(XPS)仪分析晶片表面的残留杂质. 用自制的反射差分谱(RDS)仪分析晶片的亚表面损伤情况.

## 3 结果及分析

### 3.1 InP 单晶的完整性

图 1 给出了两种温度场条件下生长的掺硫 InP 单晶样品的 X 射线衍射摇摆曲线和相应的位错腐蚀照片. 一般而言, 当 InP 中的掺硫浓度大于  $3 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  时产生所谓“晶格硬化”杂质效应<sup>[8]</sup>, 能有效提高晶格的屈服应力, 降低位错密度. 而且占据晶格中磷原子位置的硫原子半径与磷原子的半径很接近, 由于原子尺寸差异造成的晶格畸变很小. 图 1(a)所示为 InP 单晶样品的掺 S 浓度达  $(4 \sim 6) \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  时的形貌, 尽管如此, 其平均位错密度仍高达  $6 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ . 由该位错的腐蚀照片可见, 大量的位错聚集成团, 形成高位错区, 这些高位错区沿(110)方向排列, 产生小角晶界. 由 X 射线衍射结果可以看出, 摇摆曲线的衍射强度半峰宽高达  $54^\circ$ , 并

<sup>†</sup> 通信作者. Email: zhaoyw@red.semi.ac.cn

2006-06-06 收到, 2006-07-16 定稿

且产生双峰. 这说明高位错区的小角晶界造成了晶面的倾斜, 产生镶嵌结构. 对该晶体取样用 A-B 腐蚀液腐蚀, 观察杂质条纹表明固-液界面是凹向熔体的. 根据下面的热场分析说明, 这样的生长条件造成了晶体在生长过程中承受很高的热应力, 由此形成的位错结构导致了严重的晶格畸变. 相比之下, 图 1 (b) 所示的 InP 单晶样品的掺 S 浓度仅为  $2 \times 10^{18}$

$\text{cm}^{-3}$ , 其平均位错密度为  $6 \times 10^3 \text{cm}^{-2}$ . 由 X 射线衍射结果可以看出, 摇摆曲线的衍射强度半峰宽为  $12''$ , 衍射峰为单一对称分布, 表明晶体具有很好的完整性. 这个 InP 单晶生长过程中的纵向温度梯度与图 1(a) 所示样品相近 (约为  $120^\circ\text{C}/\text{cm}$ ), 但观察杂质条纹表明其固-液界面略凸向熔体, 较为平坦.

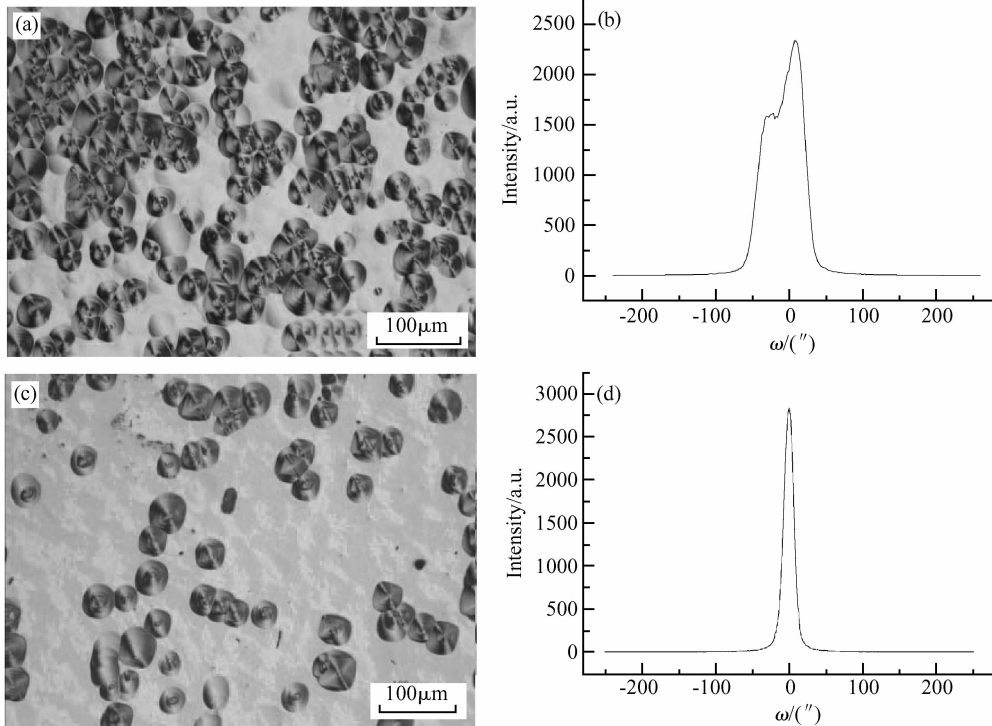


图 1 (a)高位错密度 InP 单晶样品的位错腐蚀显微照片;(b)该样品的 X 射线衍射摇摆曲线;(c)低位错密度 InP 单晶样品的位错腐蚀显微照片;(d)该样品的 X 射线衍射摇摆曲线

Fig.1 (a) Photo of etched dislocation pits of an InP single crystal sample with high dislocation density;(b) X-ray diffraction rocking curve of the InP sample;(c) Photo of etched dislocation pits of an InP single crystal sample with low dislocation density;(d) X-ray diffraction rocking curve of the second InP sample

大量的研究已表明, LEC 法生长 InP 单晶过程中通常存在很高的纵向温度梯度 ( $100 \sim 200^\circ\text{C}/\text{cm}$ ) 和径向温度梯度, 由此造成晶体在生长过程中承受着很高的热应力并引起晶格滑移产生位错<sup>[8~13]</sup>. 根据理论分析给出的公式可以估算晶体所受的热应力<sup>[14]</sup>:  $\sigma = \alpha_T E L^2 (\partial^2 T / \partial z^2) \approx \alpha_T E \delta T^{\text{max}}$ , 其中  $\sigma$  是热应力;  $\alpha_T$  是 InP 的热膨胀系数 (为  $4.60 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ );  $E$  为其杨氏模量 (为  $6.11 \times 10^6 \text{N}/\text{cm}^2$ );  $L$  为特征长度 (约为晶体的直径);  $T$  为温度;  $z$  为给定的坐标 (提拉生长的轴向);  $\delta T^{\text{max}}$  为等温线与线性形状 (光滑平坦) 的容许最大偏离值. 对于 50mm 直径的 InP 单晶, 当等温线与线性形状的偏离值仅为 10K 时, 产生的热应力就达  $2.81 \text{N}/\text{mm}^2$ , 超过 InP 晶格产生滑移的临界剪切应力  $\sigma_{\text{CRSS}}$  ( $1.8 \text{N}/\text{mm}^2$ ).

而实际的生长条件下由于固-液界面的形状不同, 这种温度的偏离值可高达几十 K 以上. 由此可以看出, 必须控制 LEC 法生长 InP 单晶过程中的热传输状态, 降低温度梯度以减小热应力, 从而减少位错的产生. 除了降低纵向温度梯度外, 保持平坦的固-液界面, 即小的径向温度梯度, 对降低热应力也是极为重要的. 根据热传输的原理, 热量传输的方向为等温面的法向. 因此, 为了保持平坦的固-液界面, 需要控制晶体中的热流密度方向为沿生长轴垂直向上最为理想, 尤其要避免沿晶体表面侧向向外的热流传输 (此时固-液界面为凹向熔体). 与其他解解压较低的单晶材料 (如 GaAs, GaSb 等) 的生长过程不同, InP 单晶生长过程需要在炉内保持 4MPa 的压力, 由此造成的强烈气体对流对热传输和温度分布有很大的

影响,因此,LEC 法生长 InP 单晶过程中热传输的控制非常复杂.

上述结果和分析表明,虽然一些杂质(S, Zn 等)具有一定的降低位错的效果,但如果 InP 单晶生长过程中的热应力太高,即使掺杂浓度很高同样会产生高密度的位错,引起严重的晶格畸变.我们通过抑制气体的对流,加强晶体在坩埚上部区域保温,控制热流传输方向和固-液界面的形状,获得了较为理想的生长条件,得到了高质量的 InP 单晶材料.一般掺硫浓度为  $(3\sim 8)\times 10^{18}\text{cm}^{-3}$ , InP 单晶的位错密度为  $500\sim 3000\text{cm}^{-2}$ ,浓度为  $(2\sim 5)\times 10^{18}\text{cm}^{-3}$ ;掺 Zn InP 单晶的位错密度低于  $500\text{cm}^{-2}$ ;非掺杂和掺 Fe 半绝缘 InP 单晶的位错密度为  $(2\sim 5)\times 10^4\text{cm}^{-2}$ .这些晶体的 X 射线衍射摇摆曲线的半峰宽为  $9''\sim 16''$ ,表明晶体的完整性相当好.

### 3.2 InP 抛光晶片的表面缺陷

通常认为,由于 InP 的硬度比 Si, GaAs 等低,抛光过程中容易产生划伤.尽管如此,通过控制合适的压力、抛光液的化学组成等,在抛光过程中避免颗粒的引入和形成,基本可以避免 InP 晶片表面的划伤.我们采用机械化学抛光技术对 InP 单晶片进行抛光的结果如图 2 所示.在干涉显微镜下观察 InP 抛光片的表面光滑、平整、无划痕.在同样的抛光条件下,有时在晶片的表面观察到如图 2(b)所示的坑状缺陷.这样的缺陷在掺铁、掺硫的 InP 单晶中均存在,因此可以认为它与掺杂杂质无直接关系.利用扫描电子显微镜观察这种缺陷的形状和结构的典型结果见图 2(c)和图 2(d),可以看出这类缺陷并无特定的形状.我们对多个缺陷进行了电子能量色散 X 射

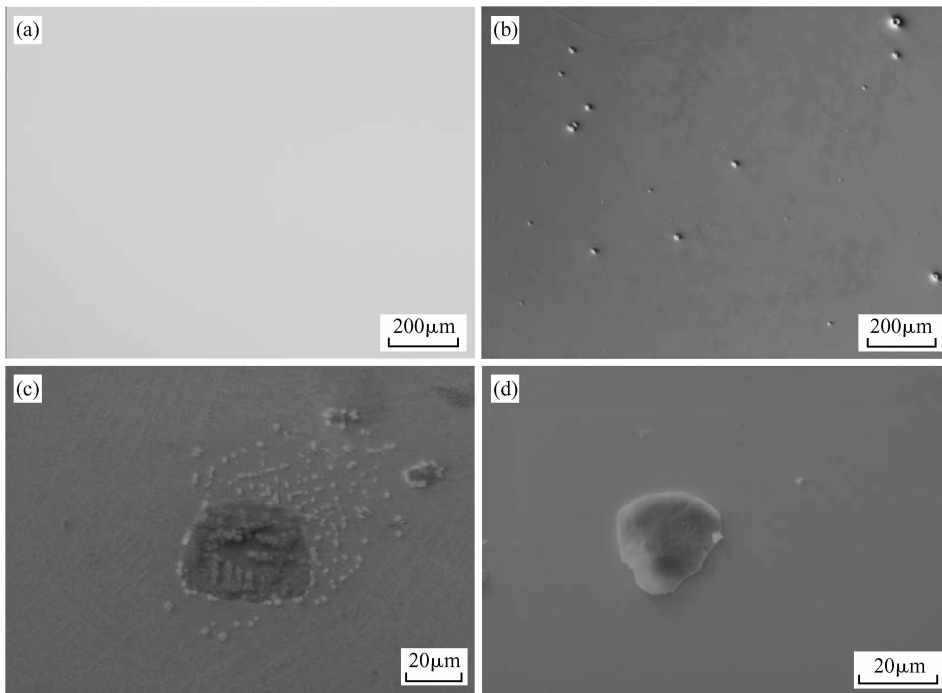


图 2 (a),(b)InP 单晶抛光片表面和微缺陷的干涉显微照片;(c),(d)InP 单晶抛光片微缺陷的扫描电子显微照片  
Fig. 2 (a),(b) Interference contrast optical microscopies of surface morphology and microdefects on InP polished wafers, respectively; (c),(d) SEM images of microdefects on InP polished wafers

线谱(EDX)成份分析,其中的一个结果如图 3 所示.可以看出除 P 和 In 外,还可以测到杂质 Fe, Cl, S, Si, Al 和 Na, 它们的原子浓度归一化值分别为 P 11.395%, In 9.955%, Fe 29%, Cl 3.489%, S 19.372%, Si 7.420%, Al 0.880%, Na 17.894%.从 8 个缺陷的测试结果来看,Cl 和 Fe 是普遍存在的杂质,有些缺陷的杂质含量较少,而其中 P 原子比例普遍较高,最高达到 66.949%.因此,我们认为这

种缺陷的产生与 InP 单晶生长过程中在固-液界面形成的气态磷的聚集和扩散有关.由于 InP 的离解压很高,在晶体生长的过程中总有一定的磷从熔体中向外逸出,在固-液界面处的磷原子容易被俘获与杂质形成化合物.由此,可以预计这种情况易发生在固-液界面为凹向熔体和平坦的情况. Oda 等人<sup>[10~12]</sup>研究发现通过在生长 InP 单晶前保持熔体恒温的时间足够长的方法就可以减少微缺陷的产

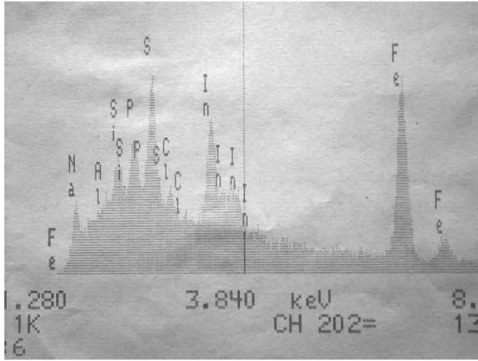


图 3 InP 单晶抛光片表面微缺陷的 EDX 分析结果

Fig. 3 EDX analysis result of microdefects on InP polished wafer surface

生. 他们认为这种缺陷与钢的聚集有关, 熔体长时间的恒温过程中可以使杂质被覆盖剂  $B_2O_3$  吸收, 从而减少这种微缺陷的密度. 经过磷化铁气氛下退火处理我们在获得的非掺杂半绝缘 InP 晶片的表面也发现过此类缺陷. 由于在退火的气氛中含有气态磷和磷化铁, 磷在高温条件下容易与其他杂质反应形成聚合物, 因此, 由这一现象基本可以排除钢的作用. 此外, 我们还发现这种微缺陷容易在位错密度低的晶片上出现, 这意味着它与位错对杂质和缺陷的吸附作用有关. 杂质 Cl, Al 和 Na 有可能是来自抛光过程所用化学试剂的残留杂质, 它们是文献中报道的 InP 抛光片上普遍存在的、浓度高的残留杂质<sup>[18,19]</sup>, 而 EDX 结果反映这些杂质更容易在一些微缺陷处聚集.

### 3.3 晶片表面残留杂质和损伤

对 InP 晶片的机械化学抛光完成后紧接着需要进行清洗, 以便有效去除晶片表面的残留物. 图 4 给出了不同条件下化学处理后 InP 抛光片的 X 射线光电子能量谱 (XPS). 由 XPS 结果可以定性地看出, 经过不同的清洗过程, 表面的残留氧化物和 C 的浓度不同. 经过  $H_2SO_4 : H_2O_2 : H_2O = 5 : 1 : 1$  化学腐蚀液腐蚀清洗后, InP 晶片表面的 C 和 O 的浓度明显降低, 如图 4 中的曲线 2, 3, 5 所示. 抛光 InP 晶片的表面除了残留的有机物外 (如粘片用的蜡等), 在清洗过程中很容易在表面残留颗粒和杂质. 这些颗粒和杂质来自化学试剂、去离子水和周围环境, 通过物理吸附 (范德瓦耳斯力、库仑力相互作用) 和化学吸附 (化学键的作用) 粘附在晶片表面. 针对这些表面残留物的不同性质和吸附作用, 需要采取不同的物理和化学方法和不同的步骤进行去除. 一般来说, 大尺寸的颗粒 (微米以上) 的吸附力较弱, 通过物理机械作用 (如超声清洗等) 的方法可以有效去除. 小尺寸的颗粒 (亚微米) 和杂质与 InP 表面的

吸附力较强 (小尺寸的颗粒受到的机械作用力小, 杂质与 InP 表面通常为化学吸附作用), 机械作用不再有效, 需要用化学腐蚀的方法去除. 每种杂质的性质不同, 需要用不同的试剂分别按步骤进行腐蚀溶解. 按照上述原理, 可以确定一套有效的 InP 抛光片化学清洗腐蚀工艺. 根据经验, 清洗后 InP 晶片表现为良好的亲水性就说明表面已清洗干净.

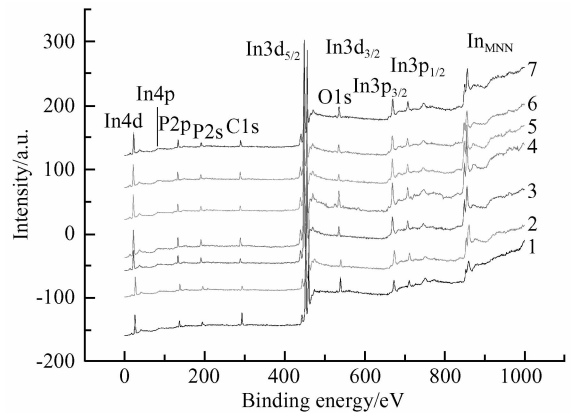


图 4 不同条件下化学处理后 InP 抛光片的 XPS 谱 1: 抛光后未处理; 2: 非掺 InP 片清洗腐蚀处理; 3: 掺 S InP 片清洗腐蚀处理; 4: 掺 S InP 片有机溶剂清洗; 5: 掺 Fe InP 片清洗腐蚀处理; 6: 掺 Fe InP 片有机溶剂清洗; 7: 非掺 InP 片有机溶剂清洗 (曲线作平移以便清楚分辨)

Fig. 4 XPS results of InP polished wafers chemically treated under different conditions 1: As-polished wafer; 2: Undoped InP wafer cleaned and etched; 3: S-doped InP wafer cleaned and etched; 4: S-doped InP wafer cleaned in organic solvents; 5: Fe-doped InP wafer cleaned and etched; 6: Fe-doped InP wafer cleaned in organic solvents; 7: Undoped InP wafer cleaned in organic solvents (The curves have been separated for better clarity.)

研究结果发现在 InP 晶片表面容易残留的非金属杂质有 Si, S, Cl, C 和 O 等, 金属杂质有 Fe, Ni, Cu 和 Cr 等<sup>[13~25]</sup>. 其中的金属杂质由常见的酸即可有效腐蚀溶解, 降低其残留浓度. 但非金属杂质, 特别是 Si, S 和 C 不易被一般腐蚀的方法有效降低浓度. 对于半绝缘 InP 衬底表面, 需要控制外延层中浅施主杂质 Si 和 S 的浓度, 以减小表面漏电对外延材料和器件的影响<sup>[26]</sup>, 而生长光阴极材料所用 InP 衬底, 需要控制和降低其表面的残留 C 的浓度<sup>[18]</sup>. 图 4 给出的结果表明, 通过适当的化学腐蚀处理, 可以有效地降低 InP 晶片表面的残留杂质的浓度.

在腐蚀清洗的过程中, 除不能破坏 InP 片的镜面抛光表面外, 最终要在表面生成起保护作用的氧化层, 这可以防止晶片在保存过程中杂质向内层吸附沾污. 这一氧化层的厚度一般要求在 1nm 以下,

且其组份接近  $\text{InOP}_4$  的化学配比,以保证外延生长时在  $500^\circ\text{C}$  以下能够脱去氧化层<sup>[19,20]</sup>. 这样的 InP 衬底抛光片才能满足所谓“开盒即用(EPI-READY)”的标准. 通过实验研究和分析,我们建立了一套 InP 抛光片的清洗腐蚀工艺技术. 通过不同步骤的腐蚀和清洗,获得了表面洁净的 InP“开盒即用”抛光衬底片,经 MOCVD 和 MBE 外延生长量子阱激光器结构材料,制作器件的成品率在 90% 以上. 相比之下,在外延生长前对抛光片进行腐蚀清洗,用氮气吹干后使用,其成品率在 70% 以下. 造成两种情况差异的原因估计是抛光完成后立即进行清洗更容易去掉晶片表面的杂质和颗粒. 这些结果证明我们的清洗腐蚀效果符合“开盒即用”标准的要求.

Laczik 等人<sup>[27,28]</sup>通过对 InP 抛光片腐蚀一个斜的剖面后,用 PL 谱扫描观察发现在 InP 抛光片光滑无损伤的表面下面存在一层厚度接近百纳米量级的损伤层. 这样的缺陷被称作亚表面损伤,一般认为是由抛光过程中的机械压力造成的. 由于衬底中的亚表面损伤容易向外延层中延伸,产生位错等缺陷<sup>[29~32]</sup>,必须在抛光过程中避免其产生或通过适当的腐蚀去除. 我们的实验结果表明,通过控制抛光的条件以及适当的腐蚀处理,可以有效地去除亚表面损伤. 我们用反射差分谱(RDS)测试了几种 InP 抛光片(原生掺 S、掺 Fe 以及 Si 离子注入和注入后退火的样品,注入能量  $500\text{keV}$ ,剂量  $1 \times 10^{15} \text{cm}^{-2}$ ),结果见图 5. RDS 可以反映出抛光片表面损伤层由缺陷产生的应力等造成的光反射率与材料基体光反射率的差异<sup>[33]</sup>,这种方法曾被用于测量 GaAs 单晶衬底的亚表面损伤<sup>[34]</sup>. 由图 5 的结果可以看出,1 号 n 型掺硫 InP 抛光片和 3 号掺 Fe 半绝缘 InP 抛光片的 RDS 曲线平缓,几乎没有出现发射差分比的变

化,而 Si 离子注入后 InP 抛光片的发射差分比出现很大的变化和极值,说明材料中存在损伤层. 众所周知,离子注入后晶片表面下几百纳米范围内产生损伤. 经过  $700^\circ\text{C}$  快速退火处理后离子注入产生的损伤消除,曲线 2 给出的 RDS 结果也证明了这点. 由此可以确定,我们的 InP 单晶抛光片的亚表面损伤层被有效地消除了. 否则,InP 单晶衬底中的亚表面损伤缺陷会向外延层中延伸<sup>[34~37]</sup>,产生大量位错,必然降低器件的成品率. 因此,用我们制备的单晶衬底进行外延生长获得的器件结果也进一步证明了 InP 单晶抛光片的亚表面损伤层被有效地消除.

## 4 结论

通过控制热场条件和掺杂,生长了低位错密度、晶格完整性好的高质量 InP 单晶材料. 利用机械化学抛光技术获得了无表面损伤和亚表面损伤的 InP 抛光片. 利用化学腐蚀清洗方法,有效地去除了晶片表面的残留杂质、颗粒和有机物,实现了 InP 抛光片的“开盒即用”.

## 参考文献

- [1] Carter A C. Proceedings of the 17th International Conference on InP and Related Materials, New York, 2005; 228
- [2] Lai R, Grundbacher R, Sawdai D, et al. Proceedings of the 17th International Conference on InP and Related Materials, New York, 2005; 227
- [3] Morisawa Y, Kikuma I, Takayama N, et al. Effect of  $\text{SiO}_2$  powder on mirror polishing of InP wafers. *J Electron Mater*, 1997, 26; 34
- [4] Morisawa Y, Kikuma I, Takayama N, et al. Mirror polishing of InP wafer surfaces with NaOCl-citric acid. *Appl Surf Sci*, 1996, 92; 147
- [5] Tuppen C G, Conen B H. Ultra-flat InP substrate produced using achemo-mechanical polishing process. *J Cryst Growth* 1987, 80; 147
- [6] Chin B H, Barlow K L. Bromine/methanol polishing of  $\langle 100 \rangle$  InP substrates. *J Electrochem Soc*, 1988, 135; 3120
- [7] Chin B H, Lee K L. Bromine/methanol polishing of  $\langle 100 \rangle$  InP II: dependence on bromine concentration. *J Electrochem Soc*, 1990, 137; 663
- [8] Watanabe Y S H, Matsui J. Impurity effect on grown-in dislocation density of InP and GaAs crystals. *J Appl Phys*, 1979, 49; 822
- [9] Tower J P, Robin R, Pearah P J, et al. Interface shape and crystallinity in LEC GaAs. *J Cryst Growth*, 1991, 114; 665
- [10] Meduoye G O, Evans K E, Bacon D J. Modelling of the growth of GaAs by the LEC technique II: thermal stress distribution and influence of interface shape. *J Cryst Growth*, 1989, 97; 709
- [11] Lambropoulos J C, Delametter C N. The effect of interface shape on thermal stress during Czochralski crystal growth. *J Cryst Growth*, 1988, 92; 390
- [12] Schvezov C E, Samarasekera I V, Weinberg F. Temperature

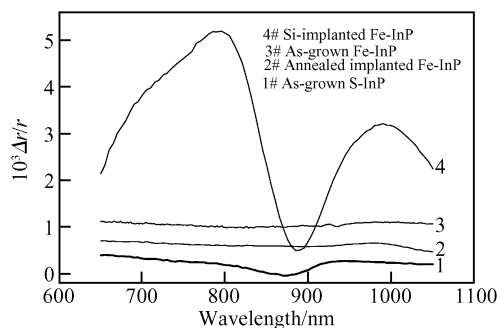


图 5 几种 InP 单晶抛光片的反射差分谱 1: 掺 S InP; 2: Si 离子注入并退火处理的掺 Fe InP; 3: 原生掺 Fe InP; 4: Si 离子注入的掺 Fe InP

Fig. 5 RDS spectra of polished InP single crystal wafers 1: As-grown S-doped InP; 2: Si implanted and annealed Fe-doped InP; 3: As-grown Fe-InP; 4: Si-implanted Fe-doped InP

- and stress field calculation in indium phosphide during LEC growth. *J Cryst Growth*, 1989, 92: 479
- [13] Zou Y F, Wang G X, Zhang H, et al. Macro-segregation, dynamics of interface and stresses in high pressure LEC grown crystals. *J Cryst Growth*, 1997, 180: 524
- [14] Rudolph P, Jurisch M. *Crystal growth technology*. Scheel H J, Fukuda T, ed. John Wiley & Sons, Ltd, 2003: 300
- [15] Hirano R, Kanazawa T, Katsura S. Microdefects in InP crystals grown by the liquid-encapsulated Czochralski method. *J Cryst Growth*, 1993, 134: 81
- [16] Hirano R, Kanazawa T, Nakamura M. Reduction of defect densities of variously doped InP. *The 8th Intern Conf on Indium Phosphide and Related Materials*, 1994: 546
- [17] Kohiro K, Hirano R, Oda O. Study on microscopic defects in Fe-doped InP single crystal. *J Electron Mater*, 1995, 25: 343
- [18] Thomas N, Jacob G, Hardtdegen H. Improvement of the surface quality of InP wafers using TOF-SIMS as characterization. *The 10th Intern Conf on Indium Phosphide and Related Materials*. Tsukuba, Japan, 1998: 96
- [19] Marsan D. TOF-SIMS provides surface quality standard for InP. *III-V reviews*, 1999, 12: 48
- [20] Marsan D. InP act-the indium phosphide specialists. *III-V Reviews*, 1999, 10: 6; Overs A, Jacob G, Besland M P, et al. Evaluation of InP epi-ready wafers for epitaxial growth. *IPRM4*, 1992: 267
- [21] Singh S, Williams R S, Van Uitert L G, et al. Analysis of InP surface prepared by various cleaning methods. *J Electrochem Soc: Solid State Science and Technology*, 1982, 129: 447
- [22] Sun Yun, Liu Zhi, Machuca F, et al. Optimized cleaning method for producing device quality InP (100) surfaces. *J Appl Phys*, 2005, 97: 124902
- [23] Liu Zhi, Sun Yun, Machuca F, et al. Optimization and characterization of III-V surface cleaning. *J Vac Sci Technol B*, 2003, 21: 1953
- [24] Jacob G, Regreny P, Thomas T. Improvement of the surface quality of polished InP wafers. *IPRM9*, 1997: 420
- [25] Gallet D, Gendry M, Hollinger G, et al. Protection of InP epi-ready wafers by controlled oxide growth. *J Electron Mater*, 1991, 20: 963
- [26] Fastenau J M, Lubyshev D, Wu Y, et al. Comparative studies of the epi-readiness of 4 in. InP substrates for molecular-beam epitaxy growth. *J Vac Sci Technol B*, 2005, 23: 1262
- [27] Katsura S, Sugiyama Y, Oda O, et al. Aging-free InP substrates ready for molecular beam epitaxial growth of InAlAs-InGaAs heterostructures. *Appl Phys Lett*, 1993, 62: 1910
- [28] Regreny P, Jacob G, Gendry M, et al. Aging behavior of InP substrates prepared with 2 different epi-ready processes. *IPRM6*, 1992: 130
- [29] Katsura S, Fukui T, Takahashi Y, et al. High quality polishing of InP substrates. *IPRM6*, 1992: 270
- [30] Sun Y, Liu Z, Machuca F, et al. Preparation of clean InP (100) surfaces studied by synchrotron radiation photoemission. *J Vac Sci Technol A*, 2003, 21: 219
- [31] Décobert J, Regreny P, Maher H, et al. Highly resistive FET buffer layers on InP grown by LP-MOVPE. *The 8th intern Conf on Indium Phosphide and Related Materials*, 1994: 74
- [32] Laczik Z, Booker G R, Mowbray A. Assessment of residual subsurface polishing damage in InP wafers by photoluminescence. *J Cryst Growth*, 1996, 158: 37
- [33] Laczik Z, Booker G R, Mowbray A. Residual polishing damage and surface quality of commercial InP wafers: a scanning PL study. *Mater Sci Eng B*, 1996, 42: 217
- [34] Huber A, Grattepain C, Collot P. Process - induced defect characterization in III-V compounds. In: *Defect control in semiconductors*. Sumino K, ed. North-Holland/Elsevier Science Publishers B V, 1990: 1523
- [35] Grattepain C, Huber A M. Fe-doped semi-insulating indium phosphide substrate characterization for device applications. *The 7th Conf on Semi-Insulating Materials*, Ixtapa, Mexico, 1992: 195
- [36] Huber A M, Grattepain C. Crystal quality problems of epitaxial layer growth on indium phosphide. *IPRM5*, 1993: 207
- [37] Huber A M, Grattepain C. Crystal defects study in III-V compound technology. *Materials Science Forum*, 1989, 38~41: 1345
- [38] Lastras-Martínez L F, Balderas-Navarro R E, Lastras-Martínez A, et al. Stress-induced optical anisotropies measured by modulated reflectance. *Semicond Sci Technol*, 2004, 19: R35
- [39] Chen Y H, Wang Z G, Qian J J, et al. Polishing-related optical anisotropy of semi-insulating GaAs studied by reflectance difference spectroscopy. *J Appl Phys*, 2000, 88: 1695

## Defect Control and High Quality Surface Preparation of InP Substrate

Zhao Youwen<sup>†</sup>, Dong Zhiyuan, Sun Wenrong, Duan Manlong, Yang Zixiang, and Lü Xuru

(*Institute of Semiconductors, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100083, China*)

**Abstract:** Defects and their influence on InP single crystal substrate are investigated. Results on cluster dislocation and its deterioration on lattice perfection, pit-like micro-defects, residual damage, and impurities and their removal by cleaning are presented. Formation mechanisms of the defects and approaches to suppressing them are discussed. Finally, epi-ready InP polished single crystal wafer with high lattice perfection, free of surface damage, is obtained.

**Key words:** indium phosphide; defect; substrate; polishing

**PACC:** 6110C; 8160; 7120

**Article ID:** 0253-4177(2006)12-2127-07

---

<sup>†</sup> Corresponding author. Email: zhaoyw@red.semi.ac.cn

Received 06 June 2006, revised manuscript received 16 July 2006