

LEC GaAs 晶片的表面缺陷与晶体缺陷

朱蓉辉[†] 曾一平 卜俊鹏 惠峰 郑红军 赵冀 高永亮

(中国科学院半导体研究所 材料中心, 北京 100083)

摘要: 通过激光散射扫描的宏观检测方法检测非掺杂 LEC 半绝缘 GaAs 晶片(100)晶向的抛光片颗粒度时,意外发现一种源自晶体的微缺陷,该微缺陷在晶体中有四个聚集团,这为认识研究此类缺陷的一些宏观性质开辟了新的道路和方法.同时作者通过定性实验断定这种微缺陷为砷沉淀腐蚀后显示的腐蚀坑,并研究了其在整个晶体中纵向逐步减少和径向具有四个聚集中心的分布规律及其产生原因.

关键词: GaAs; 砷沉淀; 微缺陷; 抛光晶片; 表面缺陷; 光散射

PACC: 7155G

中图分类号: TM23

文献标识码: A

文章编号: 0253-4177(2007)S0-0137-04

1 引言

在制作 LEC 半绝缘抛光 75mm 晶片时,使用 Surf-scan 6220 颗粒度扫描仪检测经过碱性溶液腐蚀后的抛光晶片表面颗粒时发现,一些晶片表面检测到的类颗粒表现状的晶片缺陷存在(如图),尝试改进抛光和清洗工艺却无法有效减少这种缺陷的存在,同时使用高倍率显微镜观察晶片表面未能发现相对应的缺陷的光学影像,我们称这类缺陷为“麻点”.通过多片测试发现:此类“麻点”有比较明确的分布规律,光散射表征尺寸主要在 $0.3\mu\text{m}$ 以下,晶片正面为(100)晶向 $\pm 0.5^\circ$,麻点数量虽然多少不一,但是全部都是在与晶片的主副定位边分别垂直的方向上聚集成“四团”,这是此种缺陷的重要特征,据此基本推断此类缺陷来自于晶体本身,表面检测到的颗粒表征并非实物颗粒而是一种缺陷的光学表现.

2 实验

为了更加清晰地了解这种缺陷的性质以及产生的原因,选择了整个晶体作为研究对象,通过测试这条晶体的晶片来获取一些有用的数据.使用 Surf-scan 6220 颗粒度测试仪测试经过化学机械抛光的半绝缘非掺杂 GaAs 晶片,通过散射光强度对比标准颗粒得到相对颗粒大小的统计结果.

3 结果与讨论

图 1~图 4 为 75mm 半绝缘砷化镓晶体的抛光

晶片表面颗粒度扫描图, M1 为晶体号,后面的数字为晶片的顺序号,扫描图的左侧为各种不同大小颗粒的统计,右侧是颗粒缺陷在晶片上的相对位置图.晶片扫描图像上的黑色点为大于 $0.25\mu\text{m}$ 的颗粒缺陷, $0.2\sim 0.25\mu\text{m}$ 的麻点虽然在左侧统计表里列出,但是在图像中没有显示.可以从数据上看出,这个范围内的麻点数量有类似的降低趋势.

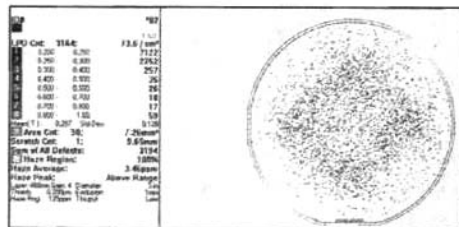


图 1 M1-3 号 75mm GaAs 抛光晶片

Fig. 1 M1-3 75mm GaAs wafer surface defects map

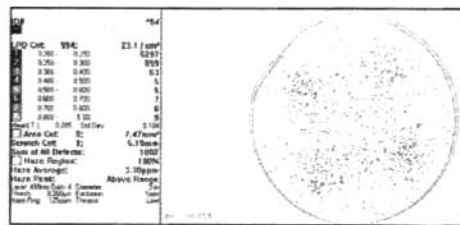


图 2 M1-15 号 75mm GaAs 抛光晶片

Fig. 2 M1-15 75mm GaAs wafer surface defects map

根据测试结果可以看到:“麻点”在晶片表面分布不均匀,有明显的四团聚集现象;四团团晶片的主

[†] 通信作者. Email: googoogle@126.com

2007-01-11 收到, 2007-01-17 定稿

的酸性和碱性腐蚀原比对 GaAs 本身的腐蚀速度如下：

NaOH : H₂O₂ , 0.2 μm/min, 303K^[10]

H₂SO₄ : H₂O₂ : H₂O, 3.5 μm/min, 273K^[11]

为了在定性实验中有更鲜明的对比,清晰地显示出麻点缺陷和分布模式,实验中加大了水的比例,稀释两种配比(摩尔比)溶液到

1# 溶液: 0.5NaOH : H₂O₂ : 40H₂O

2# 溶液: 2H₂SO₄ : H₂O₂ : 40H₂O

并且确定腐蚀时间为秒数量级,根据稀释的程度和腐蚀的时间,可以推断腐蚀的深度在数十纳米左右。

(1)使用一片晶片腐蚀两次,每次用不同的酸碱溶液腐蚀半片,碱溶液中腐蚀的时间为 1s,酸性溶液中为 5s(上半片为碱腐蚀,下半片为酸腐蚀)。晶片腐蚀前后使用 6220 测试表面缺陷,得到了以下结果:

图 5 测试结果说明碱性溶液产生麻点的速度远远大于酸性溶液。

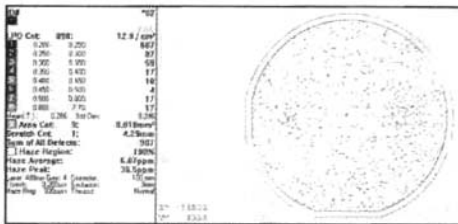


图 5 清洗之后腐蚀之前的晶片表面缺陷图

Fig. 5 Wafer surface defects map before etch

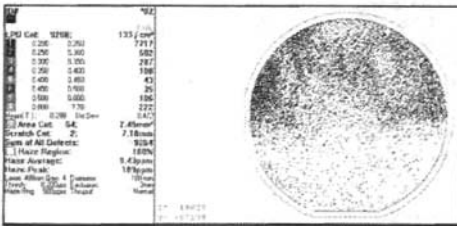


图 6 半片碱性腐蚀液腐蚀之后的表面缺陷图

Fig. 6 Wafer surface defects map after etched by alkalinity agent

(2)继续使用该晶片整片进行酸溶液腐蚀 10s,测试结果见图 7.图 7 测试结果说明酸溶液会使麻点数量继续增加,只是速度较慢,缺陷数增加约为 1000.

(3)最后使用该晶片进行整片的碱溶液腐蚀 1s,测试结果为图 8,总的缺陷数量超过了 3 万.

图 8 的测试结果说明麻点缺陷只是在酸溶液中只是暂时没有被腐蚀出来,晶片表面的缺陷源头在酸溶液中仍然存在,所以在碱溶液中腐蚀时就表现出来了。

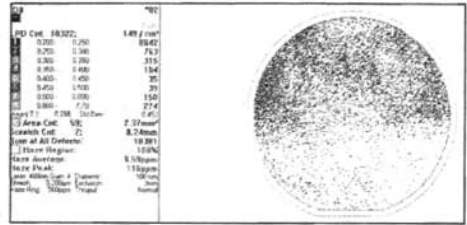


图 7 整片过酸性溶液后缺陷图

Fig. 7 Wafer surface defects map after etched by acid agent

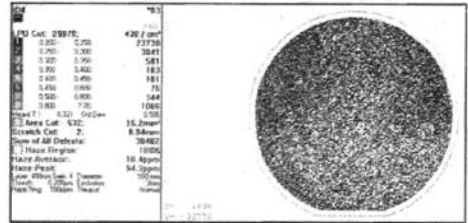


图 8 整片过碱性溶液后缺陷图

Fig. 8 Wafer surface defects map after etched by alkalinity agent

4 结论

基于以上研究结果,作者推测这种微缺陷就是神沉淀被腐蚀后留下的腐蚀坑,原因有:(1)腐蚀坑的尺度范围:非掺杂晶体在普通碱性腐蚀液中能够产生亚微米的宏观缺陷,这种大尺度缺陷的几种可能是 GaAs 多晶粒、镓沉淀、神沉淀,这是晶体的点、线缺陷所不能够产生的。(2)碱性腐蚀液中出现这种缺陷的速度远远大于在酸性腐蚀溶液中出现的速度,这同神沉淀的性质符合。(3)靠近晶体头部的晶片“麻点”多,中部和尾部少甚至没有,这与 LEC 晶体富神控制的方法是吻合的。大直径晶体控制时间长,晶体控制初期神元素相对浓度高一些,由于是富神条件,因而晶体内残留的神沉淀在晶体头部可能就多一些,而晶体中部及尾部由于神的不断损耗,相对浓度不断降低,存在的神沉淀就越来越少。(4)作者在其他尺寸晶体以及其他厂家或者研究单位制作的 LEC 晶体中也发现有相同分布特征的表面麻点缺陷,只是程度有所差别,说明这种现象在 LEC 晶体中存在普遍性。

所以针对 LEC 富砷生长的 GaAs 晶体得到以下结论:

(1) 这种通过激光散射扫描得到的“麻点”缺陷为砷沉淀腐蚀后留下的腐蚀坑的一种表象.

(2) 砷沉淀的分布在整个晶体的纵向分布不均匀, 晶体头部多, 中部及尾部逐步减少.

(3) 对于特定热场生长的晶体, 砷沉淀的分布在晶体的径向截面上分布也不均匀, 有四个相对集中的中心, 主要是相对直径较大的砷沉淀较多.

参考文献

- [1] Ponce F A. Structure of microdefects in semiconducting materials. *Microsc Semicond Mater Conf*, 1985; 25
- [2] Wang Haiyun, Zhang Chunling, Tang Lei. Research on microdefects in SI-GaAs crystal via TEM and EDTA. *Chinese Journal of Rare Metals*, 2004, 28(3); 547 (in Chinese) [王云海, 张春玲, 唐蕾. 半绝缘 GaAs 单晶中的微缺陷的研究. *稀有金属*, 2004, 28(3); 547]
- [3] Xu Yuesheng, Zhang Chunling, Liu Caichi. Crystal defects in semi-insulation gallium arsenide. *Chinese Journal of Semiconductors*, 2003, 24(7); 718 (in Chinese) [徐岳生, 张春玲, 刘彩池. 半绝缘 GaAs 单晶中的晶体缺陷. *半导体学报*, 2003, 24(7); 718]
- [4] Cullis A G, Augustus P D, Stirland D J. Arsenic precipitation at dislocations in GaAs substrate material. *J Appl Phys*, 1980, 51(5); 2556
- [5] Schlossmacher P, Urban K, Rufer H. Dislocations and precipitates in gallium arsenide. *J Appl Phys*, 1992, 71(2); 620
- [6] Stirland D J. The AB etch: a reappraisal. *Inst Phys Conf*, 1977, 33; 150
- [7] Stirland D J, Straughan B W. A review of etching and defect characterisation of gallium arsenide substrate material. *Thin Solid Films*, 1976, 31; 139
- [8] Augustus P D, Stirland D J. Microscopy of semi-insulating gallium arsenide. *J Microsc*, 1980, 118; 111
- [9] Hurler D T J. Revised calculation of point defect equilibria and non-stoichiometry in gallium arsenide. *J Phys Chem Solids*, 1979, 40; 613
- [10] Shiota I, Motoya K, Ohmi T. Auger characterization of chemically etched GaAs surfaces. *J Electrochem Soc*, 1977, 124; 155
- [11] Lida S, Ito K. Crystal structures of the elements of the periodic table and the mechanisms of electrolytic hydrogen evolution. *J Electrochem Soc*, 1971, 118; 118

Surface Defects and Micro Defects in LEC GaAs Crystal

Zhu Ronghui[†], Zeng Yiping, Bu Junpeng, Hui Feng, Zheng Hongjun, Zhao Ji, and Gao Yongliang

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

Abstract: We find a kind of surface defects on polished undoped LEC GaAs wafer(100) by laser light scatter measurement, and prove that kind of defects is coming from micro defects in crystal. And the micro defects has four aggregation centers. Then there is a new way to research the macro property of crystal micro defects. by a serial of qualitative experiment, we get the conclusion that the surface defects we found is the etch pits of arsenide precipitations which exist in the crystal, and we research the distribution regular pattern of arsenide precipitations in crystal along radial and longitudinal direction and the formation principle.

Key words: GaAs; LEC; arsenide precipitation; micro defects; polish wafer; surface defects; light scatter

PACC: 7155G

Article ID: 0253-4177(2007)S0-0137-04

[†] Corresponding author. Email: googoogle@126.com

Received 11 January 2007, revised manuscript received 17 January 2007