



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104485399 B

(45)授权公告日 2017.02.22

(21)申请号 201410720665.X

C30B 29/40(2006.01)

(22)申请日 2014.12.01

H01L 33/32(2010.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104485399 A

(56)对比文件

US 2004/0056258 A1,2004.03.25,

CN 101847673 A,2010.09.29,

CN 103337570 A,2013.10.02,

CN 103824916 A,2014.05.28,

CN 103456852 A,2013.12.18,

(43)申请公布日 2015.04.01

(73)专利权人 西安神光皓瑞光电科技有限公司

地址 710100 陕西省西安市航天基地东长

安街888号

审查员 黄丽娜

(72)发明人 商毅博

(74)专利代理机构 西安智邦专利商标代理有限

公司 61211

代理人 胡乐

(51)Int.Cl.

H01L 33/00(2010.01)

C30B 25/16(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种提高外延晶体质量的外延生长方法

(57)摘要

本发明提供一种提高外延晶体质量的外延生长方法,能有效提升LED外延的晶体质量。该外延生长方法包括以下步骤:1)以锥形PSS作为生长基底,低温生长第一缓冲层;2)高温生长第一U-GaN层,生长厚度应保证第一U-GaN层未完全覆盖PSS图形,即有PSS尖部高出第一U-GaN层表面;3)在NH<sub>3</sub>环境中进行高温退火,然后降至低温,再生长第二缓冲层;4)高温生长第二U-GaN层,生长厚度应保证第二U-GaN层完全覆盖PSS图形;5)依次生长掺杂SiH<sub>4</sub>的n-GaN层、多量子阱有源层、掺杂p型AlGaIn阻挡层、掺杂p型GaIn层,最后在氮气氛围下退火。

1. 一种提高外延晶体质量的外延生长方法,包括以下步骤:

1) 以锥形PSS作为生长基底,低温生长第一缓冲层;

2) 高温生长第一U-GaN层,生长厚度应保证第一U-GaN层未完全覆盖PSS图形,即有PSS尖部高出第一U-GaN层表面;

3) 在NH<sub>3</sub>环境中进行高温退火,退火温度为1000°C-1200°C,时间为1min-10min;然后降至低温,再生长第二缓冲层;

4) 高温生长第二U-GaN层,生长厚度应保证第二U-GaN层完全覆盖PSS图形;

5) 依次生长掺杂SiH<sub>4</sub>的n-GaN层、多量子阱有源层、掺杂p型AlGa<sub>1-x</sub>N阻挡层、掺杂p型Ga<sub>1-x</sub>N层,最后在氮气氛围下退火。

2. 根据权利要求1所述的提高外延晶体质量的外延生长方法,其特征在于:第一U-GaN层厚度为0.5um-2.0um,第二缓冲层厚度为5nm-40nm,第二U-GaN层厚度为1.0um-2.0um。

3. 根据权利要求1所述的提高外延晶体质量的外延生长方法,其特征在于:第一缓冲层和第二缓冲层均为Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N,0≤x≤1。

4. 采用如权利要求1所述方法制得的LED外延片,包括锥形PSS基底、缓冲层、U-GaN层、掺杂SiH<sub>4</sub>的n-GaN层、多量子阱有源层、掺杂p型AlGa<sub>1-x</sub>N阻挡层以及掺杂p型Ga<sub>1-x</sub>N层;其特征在于:所述缓冲层和U-GaN层整体上分为依次生长的第一缓冲层、第一U-GaN层、第二缓冲层以及第二U-GaN层,其中第一U-GaN层未完全覆盖PSS图形,第二U-GaN层完全覆盖PSS图形。

5. 根据权利要求4所述的LED外延片,其特征在于:第一U-GaN层厚度为0.5um-2.0um,第二缓冲层厚度为5nm-40nm,第二U-GaN层厚度为1.0um-2.0um。

6. 根据权利要求4所述的LED外延片,其特征在于:第一缓冲层和第二缓冲层均采用Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N,0≤x≤1。

## 一种提高外延晶体质量的外延生长方法

### 技术领域：

[0001] 本发明属于半导体电子器件制备技术,特别涉及一种新的生长LED外延生长方法。

### 背景技术：

[0002] 作为第三代半导体材料的代表,GaN材料具有禁带宽度大、耐高温等诸多优异性能。因此,GaN半导体器件在光显示、光存储、激光打印、白光照明以及医疗和军事等领域都具有广阔应用。其中最引人注目的是利用GaN基发光二极管(LED)加上荧光粉合成白光实现白光照明。

[0003] 目前大多采用MOCVD设备在蓝宝石衬底上生长GaN,然而,蓝宝石衬底和GaN材料的晶格常数存在较大的失配(16%),导致蓝宝石衬底上生长GaN晶体具有很高的位错密度,晶体质量很差,造成载流子泄漏和非辐射复合中心增多等不良影响,使得器件内量子效率下降。随着工艺的不断改进,人们开始采用图形化衬底技术(PSS),即通过在蓝宝石衬底表面制作具有细微结构的图形,改变GaN的生长过程,人为的在衬底表面制造周期性的成核中心,能有效抑制材料中位错的生成,提高晶体质量,使器件的内量子效率得到提升。

[0004] 例如,先以锥形PSS作为生长基底,低温生长缓冲层;然后高温生长U-GaN层,生长厚度保证U-GaN层完全覆盖PSS图形;再依次生长掺杂SiH<sub>4</sub>的n-GaN层、多量子阱有源层、掺杂p型AlGaN阻挡层、掺杂p型GaN层,最后在氮气氛围下退火。

[0005] 不过,目前人为制造的成核中心虽然一定程度上减少了位错的生成,但在PSS图形之间区域仍存在大量位错(如图1),这是由蓝宝石衬底材料和GaN材料之间的巨大晶格失配造成的。

### 发明内容：

[0006] 本发明提出一种新的LED外延生长方法,能有效提升LED外延的晶体质量。

[0007] 本发明的解决方案如下：

[0008] 该外延生长方法,包括以下步骤：

[0009] 1)以锥形PSS作为生长基底,低温生长第一缓冲层；

[0010] 2)高温生长第一U-GaN层,生长厚度应保证第一U-GaN层未完全覆盖PSS图形,即有PSS尖部高出第一U-GaN层表面；

[0011] 3)在NH<sub>3</sub>环境中进行高温退火,然后降至低温,再生长第二缓冲层；

[0012] 4)高温生长第二U-GaN层,生长厚度应保证第二U-GaN层完全覆盖PSS图形；

[0013] 5)依次生长掺杂SiH<sub>4</sub>的n-GaN层、多量子阱有源层、掺杂p型AlGaN阻挡层、掺杂p型GaN层,最后在氮气氛围下退火。

[0014] 以上所称的“高温”、“低温”在本领域是具有明确意义的技术术语。

[0015] 基于上述方案,本发明还进一步作如下优化限定：

[0016] 第一U-GaN层厚度为0.5um-2.0um,第二缓冲层厚度为5nm-40nm,第二U-GaN层厚度为1.0um-2.0um。

[0017] 步骤3)中退火温度为1000℃-1200℃,时间为1min-10min。

[0018] 第一缓冲层和第二缓冲层均为 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ,  $0 \leq x \leq 1$ 。即 $x=0$ 时,第一缓冲层和第二缓冲层为GaN; $x=1$ 时,缓冲层为AlN; $x$ 在0到1之间时,缓冲层为AlGaN。

[0019] 采用上述外延生长方法制得的LED外延片,包括锥形PSS基底、缓冲层、U-GaN层、掺杂 $\text{SiH}_4$ 的n-GaN层、多量子阱有源层、掺杂p型AlGaN阻挡层以及掺杂p型GaN层;相比现有的LED外延片结构,其特殊之处是:所述缓冲层和U-GaN层整体上分为依次生长的第一缓冲层、第一U-GaN层、第二缓冲层以及第二U-GaN层,其中第一U-GaN层未完全覆盖PSS图形,第二U-GaN层完全覆盖PSS图形。

[0020] 本发明具有以下有益效果:

[0021] 1、生长完U-GaN-1之后在 $\text{NH}_3$ 环境中对样品进行退火,在高温中,U-GaN-1表面界面能较大的晶粒发生解吸附,表面原子出现迁移重组现象,使U-GaN-1的缺陷减少,表面变平整。

[0022] 2、厚度较薄的U-GaN-1保留了部分PSS图形在GaN膜层外,为后续的buffer-2和U-GaN-2外延生长提供周期性的成核中心,提高晶体质量。

[0023] 3、在U-GaN-1层上生长buffer-2层,相比于在蓝宝石衬底上生长的buffer-1层,在GaN材料基底上生长的buffer-2层能提供具有更少缺陷、更小内应力和更少晶体取向差异的晶粒。从而为后续生长的U-GaN-2提供更好的基础,有效减小晶体的缺陷密度,提高晶体质量。

#### 附图说明:

[0024] 图1为现有技术PSS图形之间区域造成大量位错的示意图。

[0025] 图2为本发明的LED的外延整体结构图。

#### 具体实施方式:

[0026] 下面结合附图对本发明的具体实施方式作进一步的描述。

[0027] 本发明采用锥形PSS作为生长基底进行外延生长,首先在蓝宝石衬底上生长一层buffer-1,然后再高温生长一层较薄的无掺杂U-GaN-1,使GaN层未完全覆盖PSS图形,即有PSS尖部高出U-GaN-1平面,之后在 $\text{NH}_3$ 环境中对样品进行高温退火,再降至低温,再生长第二层buffer-2,之后再生长一层无掺杂的高温U-GaN-2,接着再生长一层掺杂 $\text{SiH}_4$ 的n-GaN,之后再生长多量子阱有源层,然后生长掺杂p型AlGaN阻挡层,接着生长一层掺杂p型GaN层。如图2。

[0028] 本发明运用金属有机化合物化学气相沉淀(MOCVD)外延生长技术,采用三甲基镓

[0029] (TMGa),三乙基镓(TEGa),和三甲基铟(TMIIn),三甲基铝(TMAI)和氨气( $\text{NH}_3$ )硅烷( $\text{SiH}_4$ )和二茂镁( $\text{cp}2\text{mg}$ )分别提供生长所需要的镓源,铟源,铝源,和氮源,硅源,镁源。

[0030] 实施例一:本发明LED外延的具体生长过程和较佳参数示例如下:

[0031] 1.将清洗后的蓝宝石衬底放入MOCVD设备中,在1100℃烘烤10分钟。

[0032] 2.降温至620℃生长一层厚度为20nm的低温GaN buffer-1层,一般为 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  ( $0 < x < 1$ )生长压力为500torr。

[0033] 3.升温至1165℃生长一层约厚度1.3 $\mu\text{m}$ 的无掺杂U-GaN-1层,生长压力为200torr。

- [0034] 4. 在 $\text{NH}_3$ 环境中,升温至 $1170^\circ\text{C}$ ,退火5min,压力为200torr。
- [0035] 5. 降温至 $620^\circ\text{C}$ 生长一层厚度为10nm的低温GaN buffer-2层,生长压力为500torr。
- [0036] 6. 再升温至 $1165^\circ\text{C}$ 生长一层约厚度1.0um的无掺杂U-GaN-2层,生长压力为200torr。
- [0037] 7. 升温至 $1170^\circ\text{C}$ ,生长一层厚度为2.0um掺杂硅烷的n-GaN层,生长压力为200torr。
- [0038] 8. 切换载气,由氢气变为氮气,压力为200torr,生长多量子阱层。
- [0039] 9. 切换载气,由氮气变为氢气,温度至 $1185^\circ\text{C}$ ,150torr,生长一层p型AlGaIn层,厚度20nm,生长压力为100torr。
- [0040] 10. 温度 $1080^\circ\text{C}$ ,生长一层厚为150nm掺杂Mg的p型GaIn,生长压力为100torr。
- [0041] 11. 切换气体,由氢气变为氮气,在氮气氛围下 $1200^\circ\text{C}$ 中退火20min。
- [0042] 此生长过程结束。
- [0043] 实施例二(传统方案):
- [0044] 1. 将清洗后的蓝宝石衬底放入MOCVD设备中,在 $1100^\circ\text{C}$ 烘烤10分钟。
- [0045] 2. 降温至 $620^\circ\text{C}$ 生长一层厚度为20nm的低温GaIn buffer-1层,生长压力为500torr。
- [0046] 3. 再升温至 $1165^\circ\text{C}$ 生长一层约厚度2.0um的无掺杂U-GaN-2层,生长压力为200torr。
- [0047] 4. 升温至 $1170^\circ\text{C}$ ,生长一层厚度为2.0um掺杂硅烷的n-GaN层,生长压力为200torr。
- [0048] 5. 切换载气,由氢气变为氮气,压力为200torr,生长多量子阱层。
- [0049] 6. 切换载气,由氮气变为氢气,温度至 $1185^\circ\text{C}$ ,150torr,生长一层p型AlGaIn层,厚度20nm,生长压力为100torr。
- [0050] 7. 温度 $1080^\circ\text{C}$ ,生长一层厚为150nm掺杂Mg的p型GaIn,生长压力位100torr。
- [0051] 8. 切换气体,由氢气变为氮气,在氮气氛围下 $1200^\circ\text{C}$ 中退火20min。
- [0052] 此生长过程结束。
- [0053] 通过XRD可对外延片的晶体质量进行表征,对比本发明外延生长方法(实施例一)与传统外延生长方法制备的外延片(实施例二)的XRD结果,其中002的检测结果分别为274和350(数值越小,代表晶体质量越高),本发明较传统方法,明显提高了LED外延的晶体质量。
- [0054] 以上实施例中给出了能够达到最佳技术效果的具体参数,但这些具体数值不应视为对本发明权利要求保护范围的限制。说明书中阐述了本发明技术改进的原理,本领域技术人员应当能够认识到在基本方案下对各具体参数做适度的调整仍然能够基本实现本发明的目的。

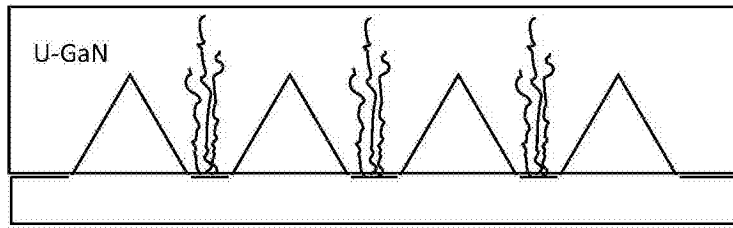


图1

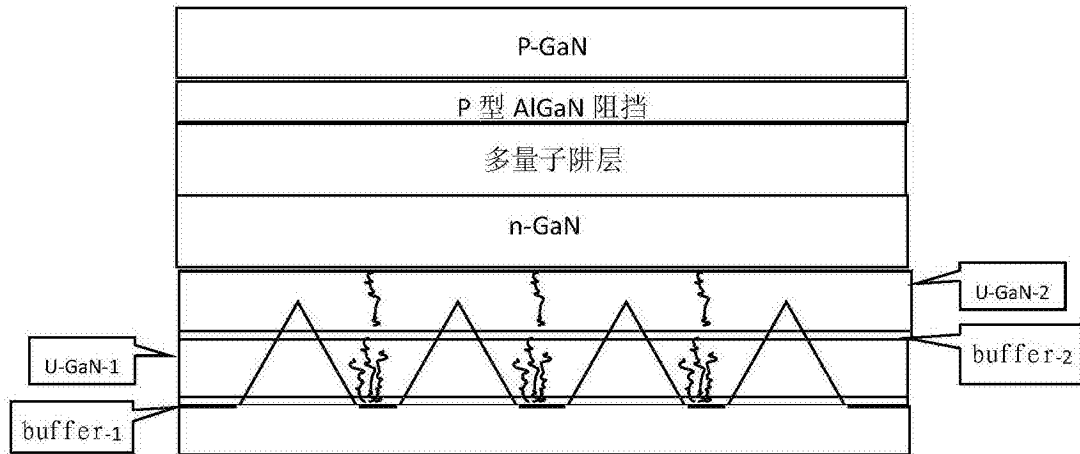


图2