



QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM,  
ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US,  
UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。

- (84) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

本国际公布:

- 包括国际检索报告 (条约第21条(3))。

---

improving the whole crystal quality of the epitaxial structure layer material, and improving the luminance of an ultraviolet LED.

(57) 摘要: 一种紫外发光二极管外延结构及其制备方法, 包括: 提供一衬底 (100); 先生长高温 AlN 层 (101); 然后生长低温 AlN 层 (102); 再生长高温 AlN 层 (101); 生长 n 型 AlGaIn 层 (103); 生长有源层 (104); 生长 p 型 AlGaIn 层 (106)。由于低温 AlN 层 (102) 是三维小岛而不是二维薄膜, 再继续生长高温 AlN 层 (101), 三维小岛会慢慢长大并相互吞并, 在岛与岛吞并过程中, 下层 AlN 层延伸上来的位错会被弯曲, 从而增加位错相互湮灭的几率, 提高上层 AlN 层的晶体质量, 提升外延结构层材料的整体结晶质量, 提升紫外 LED 的发光亮度。

## 发明名称：一种紫外发光二极管外延结构及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于半导体光电子领域，具体涉及一种紫外发光二极管外延结构及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 随着LED应用的发展，紫外LED的市场需求越来越大，发光波长覆盖210~400nm的紫外LED，具有传统的紫外光源无法比拟的优势。紫外LED不仅可以用在照明领域，同时在生物医疗、防伪鉴定、空气，水质净化、生化检测、高密度信息储存等方面都可替代传统含有毒有害物质的紫外汞灯，在目前的LED背景下，紫外光市场前景非常广阔。

[0003] 目前，紫外LED外延生长技术还不够成熟，生长高性能紫外LED的材料制备困难，并且p层掺杂难度大，发光区域发光效率低下等限制，导致紫外LED芯片的发光效率不高，制备成本高，难度大，成品率低。

[0004] 紫外LED芯片市场潜力巨大，应用领域广阔，价格昂贵，因此如何制备结晶质量较好、高功率的紫外LED芯片，是当前亟需解决的问题。

### 技术问题

#### 问题的解决方案

#### 技术解决方案

[0005] 本发明的目的在于：提出一种新的紫外发光二极管外延结构及其制备方法，能够明显改善紫外LED外延生长材料的结晶质量，提升紫外LED的发光亮度。

[0006] 本发明的技术方案包括：一种紫外发光二极管外延结构及其制备方法，包括以下步骤：（1）提供一衬底；（2）先生长高温AlN层；（3）然后生长低温AlN层；（4）再生长高温AlN层；（5）生长n型AlGaIn层；（6）生长有源层；（7）生长p型AlGaIn层。

[0007] 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。

[0008] 基于上述基本方案，本发明还做如下优化限定和改进：

- [0009] 上述步骤(2)或(4)高温AlN层的生长温度为1300°C以上,生长压力为50~200torr,厚度为0.5~3 $\mu\text{m}$ 。
- [0010] 上述步骤(3)低温AlN层的生长温度为600~850°C,生长压力为50~200torr,厚度为0.3~2 $\mu\text{m}$ 。
- [0011] 上述步骤(2)或(4)中高温AlN层的厚度为0.5~3 $\mu\text{m}$ 。
- [0012] 上述步骤(3)中低温AlN层的厚度为0.3~2 $\mu\text{m}$ 。
- [0013] 上述高温AlN层的厚度大于所述低温AlN层的厚度。
- [0014] 上述步骤(6)有源层包括生长若干个周期的 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{Al}_y\text{Ga}_{1-y}\text{N}(x<y)$ 量子阱,每个周期中的阱层 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 和垒层 $\text{Al}_y\text{Ga}_{1-y}\text{N}$ 的厚度分别为4nm和8nm。
- [0015] 相应的,按照上述方法制得的外延片结构,从下至上依次包括:衬底;高温AlN层;低温AlN层;高温AlN层;n型AlGaIn层;有源层以及p型AlGaIn层。
- [0016] 该外延结构也相应作如下优化限定:
- [0017] 上述高温AlN层的厚度为0.5~3 $\mu\text{m}$ ,低温AlN层的厚度为0.3~2 $\mu\text{m}$ ,高温AlN层的厚度大于所述低温AlN层的厚度。
- [0018] 上述有源层包括若干个周期的 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{Al}_y\text{Ga}_{1-y}\text{N}(x<y)$ 量子阱,每个周期中的阱层 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 和垒层 $\text{Al}_y\text{Ga}_{1-y}\text{N}$ 的厚度分别为4nm和8nm。

## 发明的有益效果

### 有益效果

- [0019] 本发明具有以下有益效果:采用先外延生长高温AlN层,然后外延生长低温AlN层,由于低温AlN层是三维小岛而不是二维薄膜,再继续生长高温AlN层,三维小岛会慢慢长大并相互吞并,在岛与岛吞并过程中,底下AlN层延伸上来的位错会被弯曲,从而增加位错相互湮灭的几率,提高上层AlN层的晶体质量,提升紫外LED外延结构层材料的整体结晶质量,提升紫外LED的发光亮度。此外,藉由三维小岛在相互吞并过程中相互挤压,在一定程度上缓解薄膜的张应力,避免薄膜由于张应力过大产生裂纹。

## 对附图的简要说明

### 附图说明

- [0020] 图1为本发明的紫外发光二极管的外延结构示意图。

[0021] 图示说明：100：衬底；101：高温AlN层；102：低温AlN层；103：n型AlGaN层；104：有源层；105：p型AlGaN阻挡层；106：p型AlGaN层；107：p型GaN层。

## 发明实施例

### 本发明的实施方式

[0022] 本发明采用金属有机化合物化学气相沉淀（MOCVD）外延生长技术，以蓝宝石作为生长衬底，进行外延生长，采用三甲基镓（TMGa），三乙基镓（TEGa），和三甲基铟（TMIn），三甲基铝（TMAI）和氨气（NH<sub>3</sub>）硅烷（SiH<sub>4</sub>）和二茂镁（Cp<sub>2</sub>Mg）分别提供生长所需要的镓源，铟源、铝源、和氮源、硅源、镁源。如图1所示，该紫外LED外延结构的生长过程具体如下：

[0023] （1）将蓝宝石作为生长衬底100特殊清洗处理后，放入MOCVD设备在1100°C烘烤10分钟。

[0024] （2）升温到1350°C生长一层厚度1.5μm的高温AlN层101，生长压力为150torr。

[0025] （3）降温到650°C生长一层厚度1μm的低温AlN层102，生长压力为150torr。

[0026] （4）再升温到1350°C生长一层厚度1.5μm的高温AlN层101，生长压力为150torr。

[0027] （5）在温度1060°C生长一层厚度500nm的掺杂硅烷的n型AlGaN层103，生长压力为200torr。

[0028] （6）在氮气氛围250torr，温度1060°C条件下，生长8个周期的Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N/Al<sub>y</sub>Ga<sub>1-y</sub>N（x<y）量子阱作为有源层104，量子阱层Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N层和垒层Al<sub>y</sub>Ga<sub>1-y</sub>N层的厚度分别为4nm和8nm。

[0029] （7）在温度1000°C，生长压力为150torr，生长一层掺杂Mg的p型AlGaN阻挡层105，厚度为10nm。

[0030] （8）在温度900°C，生长压力为200torr，生长一层掺杂Mg的p型AlGaN层106，厚度为20nm。

[0031] （9）在温度850°C，生长压力为300torr，生长一层掺杂Mg的p型GaN层107，厚度为60nm。

[0032] (10) 在氮气氛围下，退火20分钟，外延生长过程结束。

[0033] 本实施例采用先外延生长较厚的高温AIN层，然后外延生长较薄的低温AIN层，由于低温AIN层是三维小岛而不是二维薄膜，再继续生长较厚的高温AIN层，三维小岛会慢慢长大并相互吞并，在岛与岛吞并过程中，下层AIN层延伸上来的位错会被弯曲，从而增加位错相互湮灭的几率，提高上层AIN层的晶体质量，提升外延结构层材料的整体结晶质量。此外，藉由三维小岛在相互吞并过程中相互挤压，在一定程度上缓解外延薄膜的张应力，避免外延结构薄膜由于张应力过大产生裂纹。

[0034] 需要说明的是，以上实施方式仅用于说明本发明，而并非用于限定本发明，本领域的技术人员，在不脱离本发明的精神和范围的情况下，可以对本发明做出各种修饰和变动，因此所有等同的技术方案也属于本发明的范畴，本发明的专利保护范围应视权利要求书范围限定。

## 权利要求书

- [权利要求 1] 一种紫外发光二极管外延结构的制备方法，其特征在于：包括以下步骤：
- (1) 提供一衬底；
  - (2) 先生长高温AlN层；
  - (3) 然后生长低温AlN层；
  - (4) 再生长高温AlN层；
  - (5) 生长n型AlGaIn层；
  - (6) 生长有源层；
  - (7) 生长p型AlGaIn层。
- [权利要求 2] 根据权利要求1所述的紫外发光二极管外延结构的制备方法，其特征在于：所述步骤（2）或（4）中高温AlN层的生长温度为1300°C以上，生长压力为50~200torr。
- [权利要求 3] 根据权利要求1所述的紫外发光二极管外延结构的制备方法，其特征在于：所述步骤（3）中低温AlN层的生长温度为600~850°C，生长压力为50~200torr。
- [权利要求 4] 根据权利要求1所述的紫外发光二极管外延结构的制备方法，其特征在于：所述步骤（2）或（4）中高温AlN层的厚度为0.5~3 $\mu\text{m}$ 。
- [权利要求 5] 根据权利要求1所述的紫外发光二极管外延结构的制备方法，其特征在于：所述步骤（3）中低温AlN层的厚度为0.3~2 $\mu\text{m}$ 。
- [权利要求 6] 根据权利要求1所述的紫外发光二极管外延结构的制备方法，其特征在于：所述高温AlN层的厚度大于所述低温AlN层的厚度。
- [权利要求 7] 一种紫外发光二极管外延结构，其特征在于：从下至上依次包括：衬底；高温AlN层；低温AlN层；高温AlN层；n型AlGaIn层；有源层以及p型AlGaIn层。
- [权利要求 8] 根据权利要求7所述的紫外发光二极管外延结构，其特征在于：所述高温AlN层的厚度为0.5~3 $\mu\text{m}$ 。
- [权利要求 9] 根据权利要求7所述的紫外发光二极管外延结构，其特征在于：所述

低温AlN层的厚度为0.3~2 $\mu\text{m}$ 。

[权利要求 10] 根据权利要求7所述的紫外发光二极管外延结构，其特征在于：所述高温AlN层的厚度大于所述低温AlN层的厚度。



图 1

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

**PCT/CN2016/111667**

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01L 33/00 (2010.01) i; H01L 33/06 (2010.01) i; H01L 33/12 (2010.01) i; H01L 33/32 (2010.01) i  
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

H01L

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CNABS, CNTXT, DWPI, SIPOABS, USTXT: high temperature, aluminium-nitrogen, aluminium nitride, luminescence, warm, led, high, temperature, AIN, diode, light, emitting, ultraviolet, epitaxial

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PX	CN 105762240 A (XIAMEN SAN'AN OPTOELECTRONICS TECHNOLOGY CO., LTD.), 13 July 2016 (13.07.2016), claims 1-10, description, paragraphs [0001]-[0030], and figure 1	1-10
Y	CN 101515618 A (XIDIAN UNIVERSITY), 26 August 2009 (26.08.2009), description, page 5, line 9 to page 6, line 24, and figures 1-2	1-10
Y	CN 101060076 A (WUHAN UNIVERSITY), 24 October 2007 (24.10.2007), description, page 2, lines 22-26, and page 3, line 11 to page 4, line 6, and figure 1	1-10
A	JP 2000-40841 A (TOYODA GOSEI KK et al.), 08 February 2000 (08.02.2000), the whole document	1-10
A	CN 101771121 A (SHANDONG HUAGUANG OPTOELECTRONICS CO., LTD.), 07 July 2010 (07.07.2010), the whole document	1-10
A	US 2009146187 A1 (SHAKUDA), 11 June 2009 (11.06.2009), the whole document	1-10

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

<p>* Special categories of cited documents:</p> <p>“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>“&amp;” document member of the same patent family</p>
---	---

Date of the actual completion of the international search  
20 March 2017 (20.03.2017)

Date of mailing of the international search report  
**07 April 2017 (07.04.2017)**

Name and mailing address of the ISA/CN:  
State Intellectual Property Office of the P. R. China  
No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao  
Haidian District, Beijing 100088, China  
Facsimile No.: (86-10) 62019451

Authorized officer  
**LI, Xiaoming**  
Telephone No.: (86-10) **62089263**

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
Information on patent family members

International application No.  
**PCT/CN2016/111667**

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
CN 105762240 A	13 July 2016	None	
CN 101515618 A	26 August 2009	CN 101515618 B	01 December 2010
CN 101060076 A	24 October 2007	CN 100464393 C	25 February 2009
JP 2000-40841 A	08 February 2000	None	
CN 101771121 A	07 July 2010	None	
US 2009146187 A1	11 June 2009	JP 2009158954 A	16 July 2009

<p>A. 主题的分类</p> <p>H01L 33/00(2010.01)i; H01L 33/06(2010.01)i; H01L 33/12(2010.01)i; H01L 33/32(2010.01)i</p> <p>按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类</p>																							
<p>B. 检索领域</p> <p>检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)</p> <p>H01L</p> <p>包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献</p> <p>在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用))</p> <p>CNABS, CNTXT, DWPI, SIPOABS, USTXT:高温, 铝氮, 氮化铝, 发光, 温, 紫外, 外延, led, high, temperature, AlN, diode, light, emitting, ultraviolet, epitaxial</p>																							
<p>C. 相关文件</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>类型*</th> <th>引用文件, 必要时, 指明相关段落</th> <th>相关的权利要求</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>PX</td> <td>CN 105762240 A (厦门市三安光电科技有限公司) 2016年 7月 13日 (2016 - 07 - 13) 权利要求1-10, 说明书第[0001]段-第[0030]段, 图1</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>CN 101515618 A (西安电子科技大学) 2009年 8月 26日 (2009 - 08 - 26) 说明书第5页第9行-第6页第24行, 图1-图2</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>CN 101060076 A (武汉大学) 2007年 10月 24日 (2007 - 10 - 24) 说明书第2页第22行-第26行、第3页第11行-第4页第6行, 图1</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>JP 2000-40841 A (TOYODA GOSEI KK 等) 2000年 2月 8日 (2000 - 02 - 08) 全文</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>CN 101771121 A (山东华光光电子有限公司) 2010年 7月 7日 (2010 - 07 - 07) 全文</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>US 2009146187 A1 (SHAKUDA) 2009年 6月 11日 (2009 - 06 - 11) 全文</td> <td>1-10</td> </tr> </tbody> </table>			类型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求	PX	CN 105762240 A (厦门市三安光电科技有限公司) 2016年 7月 13日 (2016 - 07 - 13) 权利要求1-10, 说明书第[0001]段-第[0030]段, 图1	1-10	Y	CN 101515618 A (西安电子科技大学) 2009年 8月 26日 (2009 - 08 - 26) 说明书第5页第9行-第6页第24行, 图1-图2	1-10	Y	CN 101060076 A (武汉大学) 2007年 10月 24日 (2007 - 10 - 24) 说明书第2页第22行-第26行、第3页第11行-第4页第6行, 图1	1-10	A	JP 2000-40841 A (TOYODA GOSEI KK 等) 2000年 2月 8日 (2000 - 02 - 08) 全文	1-10	A	CN 101771121 A (山东华光光电子有限公司) 2010年 7月 7日 (2010 - 07 - 07) 全文	1-10	A	US 2009146187 A1 (SHAKUDA) 2009年 6月 11日 (2009 - 06 - 11) 全文	1-10
类型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求																					
PX	CN 105762240 A (厦门市三安光电科技有限公司) 2016年 7月 13日 (2016 - 07 - 13) 权利要求1-10, 说明书第[0001]段-第[0030]段, 图1	1-10																					
Y	CN 101515618 A (西安电子科技大学) 2009年 8月 26日 (2009 - 08 - 26) 说明书第5页第9行-第6页第24行, 图1-图2	1-10																					
Y	CN 101060076 A (武汉大学) 2007年 10月 24日 (2007 - 10 - 24) 说明书第2页第22行-第26行、第3页第11行-第4页第6行, 图1	1-10																					
A	JP 2000-40841 A (TOYODA GOSEI KK 等) 2000年 2月 8日 (2000 - 02 - 08) 全文	1-10																					
A	CN 101771121 A (山东华光光电子有限公司) 2010年 7月 7日 (2010 - 07 - 07) 全文	1-10																					
A	US 2009146187 A1 (SHAKUDA) 2009年 6月 11日 (2009 - 06 - 11) 全文	1-10																					
<p><input type="checkbox"/> 其余文件在C栏的续页中列出。</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> 见同族专利附件。</p>																							
<p>* 引用文件的具体类型:</p> <p>“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件</p> <p>“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利</p> <p>“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件(如具体说明的)</p> <p>“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件</p> <p>“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件</p> <p>“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件</p> <p>“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性</p> <p>“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性</p> <p>“&amp;” 同族专利的文件</p>																							
<p>国际检索实际完成的日期</p> <p>2017年 3月 20日</p>		<p>国际检索报告邮寄日期</p> <p>2017年 4月 7日</p>																					
<p>ISA/CN的名称和邮寄地址</p> <p>中华人民共和国国家知识产权局(ISA/CN) 中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088</p> <p>传真号 (86-10)62019451</p>		<p>受权官员</p> <p>李晓明</p> <p>电话号码 (86-10)62089263</p>																					

国际检索报告  
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2016/111667

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利			公布日 (年/月/日)
CN	105762240	A	2016年 7月 13日	无			
CN	101515618	A	2009年 8月 26日	CN	101515618	B	2010年 12月 1日
CN	101060076	A	2007年 10月 24日	CN	100464393	C	2009年 2月 25日
JP	2000-40841	A	2000年 2月 8日	无			
CN	101771121	A	2010年 7月 7日	无			
US	2009146187	A1	2009年 6月 11日	JP	2009158954	A	2009年 7月 16日