



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105200397 B

(45)授权公告日 2018.07.10

(21)申请号 201510615788.1

C30B 25/02(2006.01)

(22)申请日 2015.09.24

审查员 南林

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105200397 A

(43)申请公布日 2015.12.30

(73)专利权人 南昌大学

地址 330047 江西省南昌市南京东路235号

(72)发明人 方文卿 王小兰 莫春兰 汤绘华

佟金山 朱绪元

(74)专利代理机构 江西省专利事务所 36100

代理人 张文

(51)Int.Cl.

C23C 16/455(2006.01)

C30B 25/14(2006.01)

C23C 16/02(2006.01)

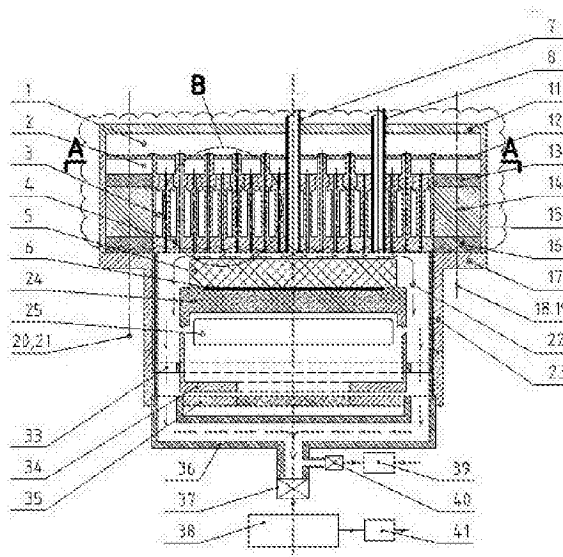
权利要求书1页 说明书10页 附图3页

(54)发明名称

喷头型MOCVD初始状态的稳定方法及耐氯双层喷头与制作方法

(57)摘要

本发明公开了一种喷头型MOCVD初始状态的稳定方法及耐氯双层喷头与制作方法,喷头用电火花直接打出III族源与V族源的喷孔,这些喷孔替代了内表面粗糙的不锈钢毛细管喷管,大幅减少了喷气孔内表面积,从而减少了外延的记忆效应;喷头制作时摒弃了不耐氯腐蚀的不锈钢毛细管真空钎焊工艺,所以喷头能耐受氯气在线清洗,从而可确保每炉外延生长初始状态恒定可控,使近耦合喷头型MOCVD能较完美地用于高铝组分的第三代半导体光电器件的批量生产;喷头的冷却水道及III族源与V族源的喷气孔均电火花加工而成,根除了毛细管壁薄漏水的隐患,能满足半导体行业苛刻的密封要求。



1. 一种为实现喷头型MOCVD初始状态稳定而制作的耐氯双层喷头的制作方法,其特征在于:使用两个垂直方向的线切割加工,合成镭制出众多V族源喷孔的方形小柱,从而完全摒弃不耐氯的真空钎焊工艺,加工时:

A、坯料加工成一个方块,厚度是喷头的厚度,边长为喷头的直径;

B、将方形坯料的一个侧面加工成基准面,称为甲基准面;

C、甲基准面投下,将坯料竖放,按电火线切割的轨迹完成一个方向的所有切割,从而可得到冷却水层的各长方形水道;随后用线切割割出与甲基准面垂直的另一基准面,称为乙基准面;

D、坯料旋转90度竖放,乙基准面投下,再次用电火花线切割,此次加工,只对V族源室所对应的坯料部分进行加工;这样通过两个垂直方向的线切割,就能形成V族源室中众多的方形小柱;

E、将坯料平放,沿着每个方形小柱子的中心轴线用电火花穿孔,得到V族源喷孔;同样用集成电火花穿孔得到众多III族有机源喷孔;

F、用氩弧焊焊堵各水道的工艺缝,使各水道四周封闭,为减少焊接形变,焊前缝中应插入等厚薄金属片,金属片材料型号同坯料材料;

G、对氯通道及光学通道进行打孔焊接;焊接使用氩弧焊;

H、将事先加工好多个方形孔的III族源与V族源之间的隔板与位于V族源室内众多的方形小柱一一配对焊接,焊接方法为氩弧焊;

I、III族源与V族源之间的隔板在圆周上再与喷头上法兰焊接,随后再用氩弧焊焊接挡水板,喷头下法兰、喷头侧板,使之成为总进水水道及总出水水道,并在总进水水道上焊接总进水口,在总出水水道上焊接总出水口;从而得到一种稳定喷头型MOCVD反应管初始状态的耐氯双层喷头。

## 喷头型MOCVD初始状态的稳定方法及耐氯双层喷头与制作方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及金属有机化学气相沉积(MOCVD)方法及设备,尤其是涉及一种喷头型MOCVD初始状态的稳定方法及耐氯双层喷头与制作方法。

### 背景技术

[0002] 金属有机化合物气相沉积生长设备(MOCVD)目前已广泛用于生长氮化物半导体材料,这类材料属第三代半导体材料,目前以此类材料为基础的制作的发光二极管(LED)已为人类社会带来了高效、长寿命、无汞的半导体照明,未来将在能源转换,无线高速互联方面开辟新的、更广阔的天地。

[0003] 喷头型MOCVD在业内归为垂直气流型,目前这种形式的商用MOCVD主要有两款,一款是德国AIXTRON(爱思强)公司生产的近耦合喷头型MOCVD,其喷头离外延衬底的间距通常选约11mm,一种是美国VEECO(维科)生产的远耦合喷头型MOCVD,其喷头离外延衬底的间距通常选约70mm。这两款共同特征是III族有机源与V族源是从两层气室分开输运进反应管喷头,然后垂直喷向外延衬底,所以,业内称为垂直气流型反应管。这两种垂直气流型反应管,目前均不带氯(指氯气或氯化氢,下同)在线清洗功能。相对于垂直气流型,AIXTRON公司还生产一款水平气流型MOCVD反应管,此款已带氯在线清洗功能,后面还会涉及。

[0004] 由于MOCVD是一炉炉地进行晶体材料生长,是原子一层层的排列,所以,每炉生长前的反应管状态特别重要。通俗来讲,生长半导体材料好比炒菜,每次炒菜前至少应把“锅”洗干净!但是,由于是晶体生长,按行业习惯,开始生长前的种子很重要,即“籽晶”很重要;为了得到一些特定的“籽晶”,一些氮化物材料外延工程师还有意不洗“锅”,弄得氮化物外延工艺非常神秘,居然把一门“技术”变成一门“艺术”;这样带来的直接后果就是外延批量生产不稳定,产线合格率上不去,一些厂甚至因此关门。由此可见,这种不洗“锅”的思维方式离本发明的保持反应管初始状态恒定的先进理念还差得太远。

[0005] 近耦合喷头型MOCVD由于喷头离外延衬底很近,所以,生长后的喷头下表面会有淀积物,当然,承载外延衬底的石墨盘表面会有更多淀积物。目前外延制程炉与炉之间的生产步骤通常是这样的:(1)用机械手取下装有生长好外延片的石墨盘,此时露出加热器;(2)手工用防尘罩罩住加热器及法兰面,然后用毛刷机械清理喷头表面;(3)拿开保护罩,用机械手换上已装好待生长衬底的干净石墨盘;(4)开始下一炉生长,并将“脏”的石墨盘送MOCVD之外的高温炉烘烤干净备用;(5)每生长20炉要清理一下反应管壁的隔热圈。

[0006] 一些崇尚“籽晶”概念的外延工程师甚至每炉结束后,只取下外延片,放上新衬底,接着凭经验调整些参数又开始生长,若实在生长不好,就让MOCVD反应管升温空烧清理一次。总之,即便设备型号相同,工艺步骤也各有“奥妙”不同,只是一年下来,就是不见合格率上升。这种近耦合MOCVD虽然变数多,但有以下几个优点不可替代:(1)喷头离外延衬底近,所以预反应少,生长氮化铝之类的材料有优势;(2)喷头离外延衬底近,所以当尾气中的纳米灰尘要扩散到外延衬底表面时,容易被载气分子碰撞回去,也即喷头表面与外延衬底越

近,尾气中的灰尘对外延影响就越小;(3)其石墨盘转速慢(100转/分),所以不会将反应管侧壁上的灰搅到外延衬底表面上来。

[0007] VEECO公司的远耦合喷头型MOCVD由于喷头离外延衬底很近,所以,生长后的喷头下表面很少会有淀积物,当然,石墨盘表面还是会有。其目前的炉与炉之间的生产步骤通常是这样的:(1)用机械手取下装有生长好外延片的石墨盘;(2)用机械手换上装好待生长衬底的干净石墨盘;(3)开始下一炉生长,并将“脏”的石墨盘送MOCVD之外的高温炉烘烤干净备用;(4)每生长一百炉要拆开反应管大清理一次。VEECO的这种生长模式简洁,已彻底抛弃了“籽晶”的概念,目前取得了巨大的成功。但是这种MOCVD也有以下几个弱点:(1)喷头离外延衬底远,所以预反应大,生长氮化铝之类的材料没优势(2)喷头离外延衬底远,所以尾气中的纳米灰尘易扩散到外延衬底表面,不容易被载气分子挡回去,即尾气影响大,原理上无法保持反应管初始状态恒定;(3)其石墨盘转速快(700转/分),所以会将反应管侧壁上的灰搅到外延衬底上来,原理上无法保持反应管初始状态恒定。

[0008] 上面两种MOCVD在生长高铝组分材料如铝镓氮时,共同遇到的问题是,由于这种材料熔点高,生长过后的石墨盘即便拿到真空高温炉烘烤,也无法清除干净,当用这些石墨盘再次生长时,反应管的初始状态已发生了变化,所以,使用垂直气流型MOCVD生长时,目前氮化物电子器件的批量生产,总是无法稳定。

[0009] 总结上面两种垂直气流型MOCVD,无论是近耦合的,还是远耦合的,都没有从根本上解决反应管初始状态恒定的问题(即便是VEECO的,也还要100炉清理一次,这100炉的反应管初始状态是在渐变的!),一些外延工程师还没意识到此问题的重要性,甚至还在反其道而行之,追求某种不确定的“籽晶”效果。

[0010] 那么,如何来保证垂直气流型反应管初始状态恒定?答案是像AIXTRON那款水平流MOCVD那样,在每炉生长后,引进氯气或氯化氢在线清洗(后面简称氯清洗)!此时炉与炉之间的生产步骤通常是这样的:(1)用机械手取下装有生长好外延片的石墨盘;(2)用机械手换上另外一套“脏”的空石墨盘,并将MOCVD升温到860度,充氯清理反应管及这套石墨盘;(3)降温后,用机械手将装满衬底的另一套干净石墨盘送进反应管进行下一炉生长(4)开始下一炉生后,手工放置待生长的衬底到刚用氯清理的那套石墨盘上备用。AIXTRON公司的这款MOCVD原则上能保证反应管初始状态恒定,也能及时清理高铝组分材料生长后石墨盘上的难熔物质,但因预反应大,这款水平流MOCVD不大适合生长高铝组分材料。说到这里,人们不禁要问,AIXTRON的近耦合喷头型MOCVD为何不加氯清洗功能?原因是:类似图1-3所示,其喷头是由一根壁厚仅0.5mm的不锈钢毛细管与三块圆板钎焊而形成Ⅲ族有机源喷孔(9)及V族源喷孔(10)(还请注意这些毛细管均浸没在有压冷却水中,易漏有隐患!),不锈钢材料虽然耐氯腐蚀,但钎焊料却无法抵抗氯的腐蚀,所以,无法用氯清洗。

[0011] VEECO生产的远耦合喷头型MOCVD,虽然其喷头加工过程中,没有用到钎焊工艺,也就是讲,这种喷头原则上是可用氯清洗的,但因为以下原因:(1)其喷头不容易脏,已是矮子中的高个子,用户相对来讲还算满意;(2)生长含铝组分材料时,预反应大,人们不大愿选择这种MOCVD,所以问题也没有充分暴露;(3)其喷头及管壁温度低,用氯清理效果也不会好。这些原因共同决定VEECO公司可能还没有意识到保持反应管初始状态恒定的重要性。

[0012] 由上面对相关背景技术的描述可以看到,本发明的认识层次已不再停留在反应管干净不干净这个问题上,而是上升到如何保证反应管初始状态恒定这一物理本质问题上;

分析了粉尘扩散的过程,认为即便是VEECO的远耦合MOCVD喷头,也存在反应管初始状态不恒定问题。氯在线清理手段在半导体行业常见,为加强氯清理效果,需要增加氯腐蚀的温度,不利的是,垂直气流型的喷头是水冷的,是冷壁,热传导到喷头表面的方式主要是气体的对流,不象AIXTRON 水平流MOCVD,其待清理的“天花板”非水冷,是热壁,所以,垂直气流型的喷头清理要困难得多。另外,半导体行业氯清洗时,还有使用灯管群加热石墨基座的,灯光群的光当然也会照到待清理的表面,所以氯清理也相对容易。

## 发明内容

[0013] 本发明的第一个目的是提供一种喷头型MOCVD反应管初始状态的稳定方法,它通过稳定反应管的初始状态,能从根本上改善外延生长炉与炉间的重复性。

[0014] 本发明的第二个目的是提供一种稳定喷头型MOCVD反应管初始状态的耐氯双层喷头,它能真正使反应管的初始状态得到稳定控制,从而极大地提高近耦合喷头型MOCVD在高铝组分氮化物材料生长时的竞争力。

[0015] 本发明的第三个目的是提供一种稳定喷头型MOCVD反应管初始状态的耐氯双层喷头的制作方法。

[0016] 本发明的第一个目的是这样实现的:

[0017] 一种喷头型MOCVD反应管初始状态的稳定方法,具体步骤如下:

[0018] A、每次完成一炉外延生长后,打开反应管,用卡钳取出装满外延衬底的石墨盘;

[0019] B换上上一炉未清理的“脏”石墨盘;

[0020] C、在“脏”石墨盘的表面放置多孔导热板,氯可通过多孔导热板上的多个小孔向下扩散到石墨盘的表面,从而保证石墨盘表面清理干净,热量则通过导热板向上传导到待清理的喷头下表面;若不使用多孔导热板,则须机械拉近喷头表面与石墨表面间的距离以增加喷头表面氯腐蚀的温度;

[0021] D、从氯通道充入1%--100%浓度的干燥氯进反应管进行在线清洗,清洗时石墨盘表面的温度设置在700--1000℃,充氯时间1--60分钟;III族有机源及V族源喷孔均喷出氮气或氦气或氢气,以免喷头的内部受氯污染;清理过程也对石墨盘之下的反应管尾气系统进行了氯清洗,即:不仅清洗了喷头主体的下表面及石墨盘的上表面,还清洗了石墨盘表面之下到尾气总阀之前的尾气气路,从而本质上稳定了喷头型MOCVD反应管的初始状态;

[0022] E、氯清洗后,换上一盘装满外延衬底的石墨盘,进行新的一炉外延生长。

[0023] 本发明的第二个目的是这样实现的:

[0024] 一种稳定喷头型MOCVD反应管初始状态的耐氯双层喷头,包括:III族有机源室、V族源室、冷却水层、喷头主体、光学通道、III族有机源喷孔、V族源喷孔、喷头上盖、III族源与V族源之间的隔板、喷头上法兰、两块挡水板、喷头侧板、喷头下法兰、总进水水道、总出水水道;III族源快接头、光学窗口吹扫气快接头、V族源快接头、氯快接头;其特征在于:增设了氯通道及氯快接头;喷头主体是由一整块坯料电火花加工的喷头主体;喷头主体尤其是其与氯接触的下表面使用的是抗氯腐蚀的材料;III族有机源喷孔及V族源喷孔由电火花直接穿孔而成;用V族源室内众多的电火花整体加工的小柱替代了现有技术的不锈钢喷管;冷却水层由众多平行、直线贯通的小水道组成,各小水道中的水流方向相互平行并垂直于III族有机源喷孔与V族源喷孔中的气流方向。

[0025] 喷头在材料上选耐氯材料；在结构上将Ⅲ族有机源喷孔、V族源喷孔、冷却水层、V族源室这四部分整合成一个多孔、多层部件，此部件即电火花加工的喷头主体，此喷头主体出自一整块耐氯的坯料，不像现有技术的喷头由三块不锈钢圆板、两种长度的多根不锈钢毛细管通过真空钎焊连接成双层喷头；电火花加工的喷头主体还增设了氯通道；具体来讲，这种耐氯双层喷头包括：Ⅲ族有机源室、V族源室、冷却水层、电火花加工的喷头主体、氯通道、光学通道、Ⅲ族有机源喷孔、V族源喷孔、喷头上盖、Ⅲ族源与V族源之间的隔板、喷头上法兰、两块挡水板、喷头侧板、喷头下法兰、总进水水道、总出水水道、Ⅲ族源快接头、光学窗口吹扫气快接头、V族源快接头、氯快接头；喷头上盖、Ⅲ族源与V族源之间的隔板这两者组成Ⅲ族有机源室；Ⅲ族源与V族源之间的隔板、喷头上法兰、电火花加工的喷头主体这三者组成V族源室；两块挡水板将圆周的水道分成了两半圆，形成总进水水道与总出水水道；喷头上法兰、喷头侧板、喷头下法兰、电火花加工的喷头主体这四部分围成了圆周上的水道；反应管法兰和喷头下法兰之间使用“O”圈密封，两者分开后露出反应室内的石墨盘及外延衬底等，从而可上下料及维护反应室内的零部件；Ⅲ族源快接头负责将Ⅲ族气体从反应管法兰，穿过喷头下法兰、圆周水道及喷头上法兰引至Ⅲ族有机源室，反应管法兰与喷头下法兰开/合时，Ⅲ族源快接头自动通/断；光学窗口吹扫气快接头负责将光学窗口吹扫气体从反应管法兰，穿过喷头下法兰、圆周水道及喷头上法兰引至光学通道，反应管法兰与喷头下法兰开/合时，光学窗口吹扫气快接头自动通/断；V族源快接头负责将V族源气体从反应管法兰，穿过喷头下法兰、圆周水道及喷头上法兰引至V族源室，反应管法兰与喷头下法兰开/合时，V族源快接头自动通/断；氯快接头负责将氯从反应管法兰，穿过喷头下法兰、圆周水道及喷头上法兰引至氯通道，反应管法兰与喷头下法兰开/合时，氯快接头自动通/断；氯通道位于喷头中心，通过管道和氯快接头在喷头上盖的上方相连；Ⅲ族有机源室、V族源室、冷却水层这三者间彼此相互独立，互不相通；光学通道用于在线光学监测，顶端设石英玻璃密封窗，光学探测器安装于喷头上盖的上方，透过光学通道的石英窗监测外延衬底的生长情况；喷头冷却水从总进水口流入，然后通过总进水水道将冷却水均分到冷却水层，随后通过总出水水道，从总出水口流出；与氯接触的喷头主体下表面禁止任何不耐氯的钎焊工艺，然后用电火花穿孔机分别穿出多个直径0.3-1.0mm的Ⅲ族有机源喷孔及V族源喷孔；为使水道密封，各水道切缝用氩弧焊堵上；加工好多个方形孔的Ⅲ族源与V族源之间的隔板焊接在电火花加工的喷头主体的各小柱上，从而隔成两独立的Ⅲ族有机源室及V族源室，焊接优选用氩弧焊；由于此位置不与氯直接接触，钎焊连接也是正确的选择；以喷头下法兰的表面为界，位于喷头下法兰之下的反应管法兰、多孔导热板、外延衬底、反应管侧壁、石墨盘、加热器均属喷头之外的反应管部件，其中反应管法兰焊接在反应管侧壁上，加热器对石墨盘进行加热；生长时外延衬底放置于石墨盘的表面，在线清洗时，则是多孔导热板放置于石墨盘的表面；生长及清理时，石墨盘绕中心轴旋转。

[0026] 喷头主体的材料为抗氯腐蚀并能用氩弧焊焊接的材料，牌号为316L的不锈钢材料或哈氏合金，选择条件是抗氯腐蚀并适合氩弧焊焊接。

[0027] 本发明的第三个目的是这样实现的：

[0028] 一种稳定喷头型MOCVD反应管初始状态的耐氯双层喷头的制作方法，具体步骤如下：

[0029] A、坯料加工成一个方块，厚度是喷头的厚度，边长为喷头的直径；

[0030] B、方形坯料的一个侧面(即方形的一个边)整个精加工出一个定位面(称为a面)；

[0031] C、定位面投下,将坯料竖放,按电火线切割的轨迹(30)完成一个方向的所有切割,从而可得到冷却水层的各长方形水道;随后用线切割割出与a定位面垂直的另一定位面(称为b定位面)；

[0032] D、坯料旋转90度竖放,b定位面投下,再次用电火花线切割,此次加工,只对V族源室所对应的坯料部分进行加工;这样通过两个垂直方向的线切割,就能形成V族源室中众多的方形小柱(这些方形小柱相当AIXTRON公司喷头上众多的不锈钢毛细管,那些毛细管用真空钎焊固定,钎焊料不抗氯腐蚀)；

[0033] E、将坯料平放,沿着众多的方形小柱子的中心轴线用电火花穿孔,得到众多V族源喷孔;同样用电火花穿孔得到众多III族有机源喷孔；

[0034] F、用氩弧焊或激光焊堵各水道的工艺缝,使各水道四周封闭,为减少焊接形变,焊前缝中应插入等厚薄金属片,其材料等同坯料材料；

[0035] G、对氯通道及光学通道进行打孔焊接;光学通道的焊接及连接方式同目前AIXTRON的垂直气流型MOCVD设备,属业内常用方式;增加的氯通道的焊接连接方式同光学通道；

[0036] H、将事先加工好多个方形孔的III族源与V族源之间的隔板与位于V族源室内众多的方形小柱一一配对焊接,焊接方法为氩弧焊;若方形小柱加工成圆柱形小柱,则III族源与V族源之间的隔板上众多的孔也相应为圆孔,并可套入圆形小柱,总之,不管小柱是何形状,均应能一一配对焊接；

[0037] I、III族源与V族源之间的隔板在圆周上再与喷头上法兰焊接,随后再用氩弧焊焊接挡水板,喷头下法兰、喷头侧板,使之成为总进水水道及总出水水道,并在总进水水道上焊接总进水口,在总出水水道上焊接总出水口;从而得到一种稳定喷头型MOCVD反应管初始状态的耐氯双层喷头。

[0038] 本发明的工作原理：

[0039] 外延衬底位于石墨盘上,加热器对石墨盘进行加热;外延生长前,升起反应管喷头,即喷头下法兰与反应管法兰分开,四个快接头也各自分开,露出反应管内部的石墨盘等;取出多孔导热板,放置外延衬底,随后开始外延生长;外延生长时,三甲基镓之类的有机源从III族有机源室通过III族有机源喷孔喷向外延衬底的表面,氨气之类的V族源通过V族源孔也喷向外延衬底表面,这样在外延衬底的表面进行氮化镓之类的第三代半导体材料的晶体生长;生长过程中,通过光学通道对生长温度、外延层的厚度及外延层的应力进行实时监测;生长完成并取出外延片后,在石墨盘的表面、电火花加工的喷头主体的下表面及反应管侧壁的表面均会沉积一些颗粒物,这些颗粒物如不清理干净,就会使下一炉生长的初始状态发生变化,从而导致每炉生长的外延片的晶体质量无法稳定如一;为此,本发明在完成一炉生长后,将多孔导热板置于石墨盘表面;多孔导热板的作用是为了将石墨盘的热量以热传导的方式导向多孔导热板的表面,再通过热辐射与对流的方式将热量传导到电火花加工的喷头主体的下表面,此时,高温气体氯才可将电火花加工的喷头主体的下表面清理干净;氯从氯通道引入,然后按氯流线流动,氯可通过多孔导热板的密布小孔扩散到石墨盘的表面,由于石墨盘表面的温度可达到设置的氯腐蚀温度,所以,石墨盘表面易清除干净;借助多孔导热板压缩氯流线的通道,从而增强了氯对电火花加工的喷头主体的下表面的清理效

果;由于电火花加工的喷头主体的下表面和氯接触了,因此,下表面必须能抗氯腐蚀;本发明的III族有机源喷孔、V族源喷孔均是在整板上由电火花穿孔而成,因此,具备和喷头本体材料一样的抗氯腐蚀能力;本体材料应是抗氯腐蚀的材料,牌号为316L的不锈钢材料或哈氏合金或其它抗氯腐蚀的金属材料,另一筛选条件是能用氩弧焊焊接。

[0040] 为摒弃不抗氯的真空钎焊工艺,电火花加工的喷头主体是本发明的核心。加工时,将电火花加工的喷头主体的坯料竖放,按电火线切割的轨迹30完成一个方向的所有切割,从而可得到冷却水层的各长方形水道;接着将电火花加工的喷头主体的坯料旋转90度竖放,再次用电火花线切割,此次加工,只对V族源室所对应的坯料部分进行加工;这样通过两个垂直方向的线切割,就能形成V族源室中众多的方形小柱(这些方形小柱相当AIXTRON公司喷头上众多的不锈钢毛细管,那些毛细管用真空钎焊固定,可惜钎焊料不抗氯腐蚀);随后,将电火花加工的喷头主体平放,沿着这些方形小柱子的中心轴线用电火花穿孔,得到众多V族源喷孔;同样用电火花穿孔得到众多III族有机源喷孔;为确保冷却水层与V族源室相互隔离,工艺上不得不增加的众多水道切割缝在完成使命后须焊接堵上;随后完成氯通道及光学通道的打孔焊接;在这些工序完成后,将事先加工好多个孔的III族源与V族源之间的隔板与位于V族源室内众多的方形小柱焊接,焊点即氩弧焊点31,这样就形成气密的V族源室;III族源与V族源之间的隔板上的小孔形状及位置应与V族源室内众多的小柱的形状及位置相匹配;小柱或为方形,或为圆形,或为多边形。

[0041] 本发明的电火花加工的喷头主体的整个厚度越厚,喷孔的长度就越长,各孔的气体分配就越均匀,得到的外延生长材料越均匀;只是喷孔越深,则电火花穿孔越慢。

[0042] 本发明的氯清理方法为增强氯清理效果,会增加一中间物----多孔导热板,或机械拉近喷头与石墨间的间距,目的是增加导热。当然,喷头必须耐氯腐蚀,且为耐氯,需巧妙地加工出来。

[0043] 本发明的优点是:

[0044] 申请人一年前还申请了另一种可用氯在线清洗的单层分区域喷头,名称是《可用氯气在线清洗的非钎焊MOCVD喷头》(申请号是201410189925.5),那种喷头完全不同于AIXTRON的喷头形式,比AIXTRON少一层,但多了一区。那种喷头理念上更先进灵活,功能强大,但因过于超前,不易推广。本发明的喷头的气室层数同AIXTRON的一款垂直气流型MOCVD,都是二层气室,所以,更容易被市场接受。本发明的喷头在行业内也属近耦合垂直气流型,但因喷头结构上摒弃了真空钎焊的不锈钢毛细管喷孔,从而使喷头新增了对产业化至关重要的在线清洗的功能;当然,和AIXTRON喷头明显不同的还有:(1)喷头上还增加了氯气(或氯化氢)气路。(2)AIXTRON的不锈钢毛细管的原始壁厚只有0.5mm,钎焊过程中,壁厚还会给钎焊料“吃掉”一个厚度,变得更薄;成千上万根这样的毛细管的外壁是整个柱面被有压冷却水包围,在实际使用过程中,经常发现个别毛细管有漏水现象,从而难以长好材料,微漏时更难以发现。本发明的水道与气道间只在一根几何线上存在最薄厚度,且此厚度设计大于0.8mm,并可检测,所以,本发明的喷头可靠耐用。

[0045] 本发明彻底解决了近耦合垂直气流型MOCVD反应管的致命问题,通过制作方法的根本革新,能让这种反应管的喷头抗氯腐蚀,从而实现反应管在线清洗,确保每炉生长的初始状态恒定,提高合格率,增强了这种反应管在涉及高铝组分半导体材料时的竞争力;为GaN-on-Si器件及第三代半导体器件的批量生产,扫清了道路;采用这种喷头,MOCVD技术变

得可控,变得“傻瓜”化了。

[0046] 电火花加工的孔天然去除了孔内壁的毛刺,内孔表面积比机械拉制的不锈钢毛细管内孔表面积要小得多,因而,按行业内的专业术语,使用本发明的MOCVD反应管的记忆效应小,能让外延材料各层界面更陡峭,从而提高第三代半导体材料器件的性能。

[0047] 最近,行业专家组在国家发展规划起草报告中称:预计到2030年,第三代半导体材料产业可拉动器件及模组产业规模超过7800亿元人民币。进而带动半导体照明、电力电子、移动通信设备、消费类电子等相关应用产业规模突破7万亿元人民币。因此,本发明意义重大。

[0048] 附图说明:

[0049] 图1为本发明实施例的剖面图;

[0050] 图2为本发明实施例A-A向剖视图;

[0051] 图3为本发明实施例B部分局部放大图;

[0052] 其中:1—Ⅲ族有机源室(如三甲基镓),2—V族源室(如氨气),3—冷却水层,4—电火花加工的喷头主体,5—多孔导热板,6—外延衬底,7—氯通道,8—光学通道,9—Ⅲ族有机源喷孔,10—V族源喷孔,11—喷头上盖,12—Ⅲ族源与V族源之间的隔板,13—喷头上法兰,14—挡水板,15—喷头侧板,16—喷头下法兰,17—反应管法兰,18—Ⅲ族源快接头,19—光学窗口吹扫气快接头,20—V族源快接头,21—氯快接头,22—氯流线,23—反应管侧壁,24—石墨盘,25—加热器,26—总进水口,27—总进水水道,28—总出水水道,29—总出水口,30—电火花线切割轨迹,31—氩弧焊点,32—水道切缝,33—尾气均流圈,34—石墨盘旋转架,35—反应管底板,36—Y形尾气管,37—尾气总阀,38—尾气主过滤器,39—耐氯泵,40—氯清洗尾气阀,41—主泵。

### 具体实施方式

[0053] 实施例1:近耦合喷头型MOCVD反应管初始状态的稳定方法及耐氯双层喷头及制作方法

[0054] 一种近耦合喷头型MOCVD反应管初始状态的稳定方法如下(以手工操作为例):

[0055] A、每次完成一炉外延生长后,打开反应管,即喷头下法兰16与反应管法兰17脱开,用随机配置的卡钳取出装满外延衬底6的石墨盘24;

[0056] B、换上上一炉未清理的“脏”石墨盘24;在“脏”石墨盘24的表面放置多孔导热板5,在本实施例中,板的材料为石墨,氯可通过多个孔扩散到石墨盘24的表面上来,从而保证石墨盘24表面清理干净;

[0057] C、从氯通道7充入5%浓度的干燥氯进反应管进行在线清洗,总充入摩尔量取决于沉积层的厚度及面积大小,当然也取决于清洗温度;以达到干净但略过头为准;清洗时石墨盘24表面的温度约860℃,充氯时间共15分钟,若连同反应管升降温时间计算在内,此步共约45分钟;氯清理时,尾气总阀37关闭、Ⅲ族有机源喷孔9及V族源喷孔10均喷出氮气或氢气,以免喷头内部、尾气过滤器38及主泵41受到氯的污染;氯是通过氯清洗尾气阀40及耐氯泵39这条清洗尾气通道流动的,氯流动轨迹如氯流线22所示;氯穿过尾气均流圈32,进入Y形尾气管36,这一过程也对石墨盘24之下的反应管尾气系统进行了氯清洗,也即不仅清洗了喷头主体4的下表面及石墨盘24的上表面,还清洗了石墨盘24表面之下到尾气总阀37之

前的尾气气路,从而做到稳定了近耦合喷头型MOCVD反应管的初始状态;清理时,石墨盘旋转架34带动石墨盘24旋转,从而保证清洗均匀干净。

[0058] D、氯清洗后,换上一盘装满外延衬底6的石墨盘24,进行新的一炉外延生长,所以,从提高生产效率来讲,至少要有三个石墨盘24才能正常生产:一个刚取出但还未取出外延片(装卸外延片耗工时、机时),一个脏的送进反应管去氯清洗,还有一个慢慢装上新衬底备用;若不考虑占用设备的机时,只需一个石墨盘也能正常生产,即这个石墨装上后,一直不取下来,在线清理,在线上下料;

[0059] 以上是为稳定近耦合喷头型MOCVD初始状态而提出的氯在线清洗工艺,显然,这种喷头必须抗氯腐蚀,下面是这种喷头的结构及制作方法:

[0060] 一种可用氯在线清洗的MOCVD反应管双层耐氯喷头,包括:

[0061] III族有机源室1、V族源室2、冷却水层3、电火花加工的喷头主体4、氯通道7、光学通道8、III族有机源喷孔9、V族源喷孔10、喷头上盖11、III族源与V族源之间的隔板12、喷头上法兰13、两块挡水板14、喷头侧板15、喷头下法兰16、总进水水道27、总出水水道28;III族源快接头18、光学窗口吹扫气快接头19、V族源快接头20、氯快接头21;喷头上盖11与III族源与V族源之间的隔板12两者组成III族有机源室1;III族源与V族源之间的隔板12、喷头上法兰13、电火花加工的喷头主体4这三者组成V族源室2;两块挡水板14将圆周的水道分成了两半圆,形成总进水水道27与总出水水道28;喷头上法兰13、喷头侧板15、喷头下法兰16、电火花加工的喷头主体4这四部分围成了圆周上的水道;反应管法兰17和喷头下法兰16之间使用“O”圈密封,两者分开后露出反应室内的石墨盘24及外延衬底6等,从而可上下料及维护反应室内的零部件;III族源快接头18负责将III族气体从反应管法兰17,穿过喷头下法兰16、圆周水道27及喷头上法兰13引至III族有机源室1,反应管法兰17与下法兰16开/合时,III族源快接头18自动通/断;光学窗口吹扫气快接头19负责将光学窗口吹扫气体从反应管法兰17,穿过喷头下法兰16、圆周水道28及喷头上法兰13引至光学通道8,反应管法兰17与喷头下法兰16开/合时,光学窗口吹扫气快接头19自动通/断;V族源快接头20负责将V族源气体从反应管法兰17,穿过喷头下法兰16、圆周水道27及喷头上法兰13引至V族源室2,反应管法兰17与下法兰16开/合时,V族源快接头20自动通/断;氯快接头21负责将氯从反应管法兰17,穿过喷头下法兰16、圆周水道28及喷头上法兰13引至氯通道7,反应管法兰17与喷头下法兰16开/合时,氯快接头21自动通/断;氯通道7位于喷头中心,通过管道和氯快接头21在喷头上盖11的上方相连;III族有机源室1、V族源室2、冷却水层3这三者间彼此相互独立,互不相通;光学通道8用于在线光学监测,顶端设石英玻璃密封窗,光学探测器安装于喷头上盖11的上方,透过光学通道8的石英窗监测外延衬底6的生长情况;喷头冷却水从总进水口26流入,然后通过总进水水道27将冷却水均分到冷却水层3,随后通过总出水水道28,从总出水口29流出;喷头主体4按电火花线切割轨迹30整体切割完成,然后用电火花穿孔机分别穿出多个直径0.7mm的III族有机源喷孔9及V族源喷孔10;为使水道密封,各水道切缝32用氩弧焊堵上;加工好多个方形孔的III族源与V族源之间的隔板12焊接在电火花加工的喷头主体4的各小柱上,从而隔成两独立的III族有机源室1及V族源室2,焊点如氩弧焊点31所示;以喷头下法兰16的下表面为界,位于其下面的反应管法兰17、多孔导热板5、外延衬底6、反应管侧壁23、石墨盘24、加热器25均属喷头之外的反应管部件,列于此处就为了说明喷头在反应管中的位置关系及功能关系,其中法兰17焊接在反应管侧壁23上,加热器25对石墨

盘24进行加热;生长时外延衬底放置于石墨盘24的表面,在线清洗时,则是多孔导热板5放置于石墨盘24的表面;生长及清理时,石墨盘24绕中心轴旋转。

[0062] 喷头主体4的材料为抗氯腐蚀并能用氩弧焊焊接的材料,牌号为316L的不锈钢材料或哈氏合金。

[0063] 本实施例的工作原理:

[0064] 外延衬底6位于石墨盘24上,加热器25对石墨盘24进行加热,外延生长前,升起反应管喷头,即喷头下法兰16与反应管法兰17分开,四个快接头18、19、20、21也各自分开,露出反应管内部的石墨盘24等,取出多孔导热板5,放置外延衬底6,随后开始外延生长;外延生长时,三甲基镓之类的有机源从Ⅲ族有机源室1通过Ⅲ族有机源喷孔9喷向外延衬底6的表面,氨气之类的V族源通过V族源孔10也喷向外延衬底表面,这样在外延衬底6的表面进行氮化镓之类的第三代半导体材料的晶体生长;生长过程中,通过光学通道8对生长温度、外延层的厚度及外延层的应力进行实时监测;生长完成并取出外延片后,在石墨盘24的表面、电火花加工的喷头主体4的下表面及反应管侧壁23的表面均会沉积一些颗粒物,这些颗粒物如不清理干净,就会使下一炉生长的初始状态发生变化,从而导致每炉生长的外延片的晶体质量无法稳定如一;为此,本实施例在完成一炉生长后,将多孔导热板5置于石墨盘24表面;多孔导热板5的作用是为了将石墨盘24的热量以热传导的方式导向多孔导热板5的表面,再通过热辐射与对流的方式将热量传导到电火花加工的喷头主体4的下表面,此时,高温气体氯才可将电火花加工的喷头主体4的下表面清理干净;氯从氯通道7引入,然后按氯流线22流动,氯可通过多孔导热板5的密布小孔扩散到石墨盘24的表面,由于石墨盘24表面的温度可达到设置的氯腐蚀温度,所以,石墨盘24表面易清除干净;借助多孔导热板5压缩氯流线22的通道,从而增强了氯对电火花加工的喷头主体4的下表面的清理效果;由于电火花加工的喷头主体4的下表面和氯接触了,因此,下表面必须能抗氯腐蚀;本实施例的Ⅲ族有机源喷孔9、V族源喷孔10均是在整板上由电火花穿孔而成,因此,具备和喷头本体材料一样的抗氯腐蚀能力;本体材料应是抗氯腐蚀的材料,选牌号为316L的不锈钢材料及哈氏合金等,另一筛选条件是能用氩弧焊焊接。

[0065] 为摒弃不抗氯的真空钎焊工艺,电火花加工的喷头主体4是本实施例的核心。加工时,将电火花加工的喷头主体4的坯料竖放,按电火线切割的轨迹30完成一个方向的所有切割,从而可得到冷却水层3的各长方形水道。接着将电火花加工的喷头主体4的坯料旋转90度竖放,再次用电火花线切割,此次加工,只对V族源室2所对应的坯料部分进行加工;这样通过两个垂直方向的线切割,就能形成V族源室2中众多的方形小柱(这些方形小柱相当AIXTRON公司喷头上众多的不锈钢毛细管,那些毛细管用真空钎焊固定,可惜钎焊料不抗氯腐蚀!);随后,将电火花加工的喷头主体4平放,沿着这些方形小柱子的中心轴线上用电火花穿孔,得到众多V族源喷孔10;同样用电火花穿孔得到众多Ⅲ族有机源喷孔9;为确保冷却水层3与V族源室2相互隔离,工艺上不得不增加的众多水道切割缝32在完成使命后须焊接堵上;随后完成氯通道7及光学通道8的打孔焊接;在这些工序完成后,将多孔的Ⅲ族源与V族源之间的隔板12与位于V族源室2区域内众多的方形小柱焊接,焊点即氩弧焊点31,这样就形成气密的V族源室2。

[0066] 本实施例的电火花加工的喷头主体4的整个厚度优选30mm,也即Ⅲ族有机源喷孔9的长度是30mm;喷孔的长度越长,各孔的气体分配就越均匀,得到的外延生长材料越均匀;

Ⅲ族有机源喷孔9在本实施例中的间距优选9mm × 6mm, V族源喷孔10的间距同样优选9mm × 6mm, 孔间距选密些利于Ⅲ族气与V族气混合均匀, 但加工更难; 喷头主体4的下表面与外延衬底6之间的间距在2-24mm之间, 优选12mm, 在此间距范围业内称为“近耦合”; Ⅲ族有机源喷孔9与V族源喷孔10的直径优选0.7mm; 由于生长时, 石墨盘24载着外延衬底6绕石墨盘24中心旋转, 故在外延衬底6表面能得到均匀晶体生长; 氯通道7的位置优选设置于喷头的中心, 这样喷出的氯能从中心均匀沿径向由内向外扩散; 为减少氯残留对半导体材料质量的影响, 氯通道7优选独立于V族源室2单独设置; 为紧凑, Ⅲ族源快接头18、光学窗口吹扫气快接头19、V族源快接头20、氯气快接头21这四个快接头均优选设置穿过冷却水道27或28; 为确保冷却水层3的水不漏进Ⅲ族有机源喷孔9或V族源喷孔10, 水气之间最薄的壁厚优选设计为0.85mm, 远厚于现有技术中的不锈钢毛细管0.5mm的初始壁厚。

[0067] 实施例2:

[0068] 实施例2与实施例1的结构基本相同, 不同之处在于:

[0069] 一种近耦合喷头型MOCVD反应管初始状态的稳定方法, 使用机械手操作:

[0070] (1) 每次完成一炉外延生长后, 机械手取出装满外延衬底6的石墨盘24;

[0071] (2) 机械手换上上一炉未清理的“脏”石墨盘24, 其表面已放置石墨盘多孔导热板5;

[0072] (3) 从氯通道7充入5%浓度的干燥氯化氢进反应管在线清洗, 总充入量取决于氯的摩尔浓度、沉积层的厚度及面积大小, 当然也取决于清洗温度, 以达到干净但略过头为准; 清洗时石墨盘24表面的温度约700-1000℃; 氯清理时, 尾气总阀37打开, 氯清洗阀40关闭, 也即尾气主过滤器38、主泵41均通氯清洗; 为保护主泵41, 其后面须配用干法尾气处理装置对尾气作无害处理, 同时, 也确保大气中的水气不扩散到主泵41中, 从而保证主泵的寿命; 为维持整个尾气系统干燥, 尾气系统的管壁需加热到60℃以上。

[0073] (4) 氯清洗后, 机械手换上一盘装满外延衬底6的石墨盘24, 进行新的一炉外延生长。

[0074] 为方便, Ⅲ族源快接头18、光学窗口吹扫气快接头19、V族源快接头20、氯气快接头21这四个快接头组成一个快接头模块, 优选独立设置在反应管法兰17的外侧, 四个快接头的四个输出头与喷头相应的管/室相连, 四个快接头的四个输入头固定在反应管法兰17的外侧; 当喷头下法兰16与应管法兰17合上时, 四个快接头接通, 反之侧分开。

[0075] 实施例3:

[0076] 实施例3与实施例1的结构基本相同, 不同之处在于:

[0077] 在充氯清洗前, 取消多孔导热板5; 此时工作原理是, 直接用机械方法拉近石墨盘基座24与喷头主体4下表面之间的距离, 清理完后, 又用机械方法复位到生长状态;

[0078] Ⅲ族源与V族源之间的隔板12与V族源室2内众多方形小柱之间的焊接采用钎焊, 因为这些钎焊料不直接与氯接触, 所以允许用钎焊; 水道切缝32选择位于电火花加工的喷头主体4的下表面开口, 此时优点是用氩弧焊方法堵这些缝不受V族源室2内众多方形小柱的阻碍, 焊接更方便, 缺点是焊缝焊深不够, 会影响喷头的长久抗氯腐蚀性能。

[0079] 应当说明的是, 上述实施例只是对本发明的说明而不是对本发明的限制, 任何不超过本发明实质精神范围内的非实质性替换或修改的发明创造均落入本发明保护范围之内。

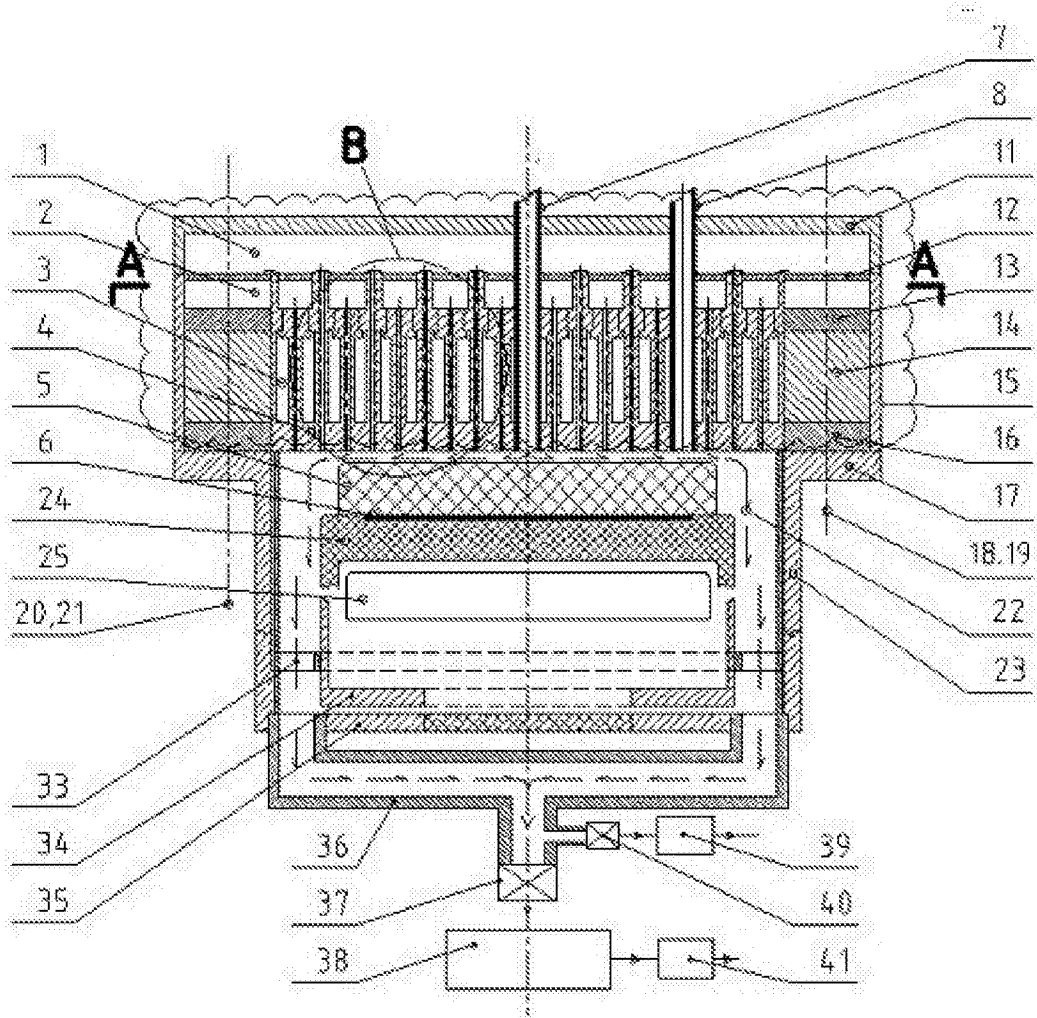


图1

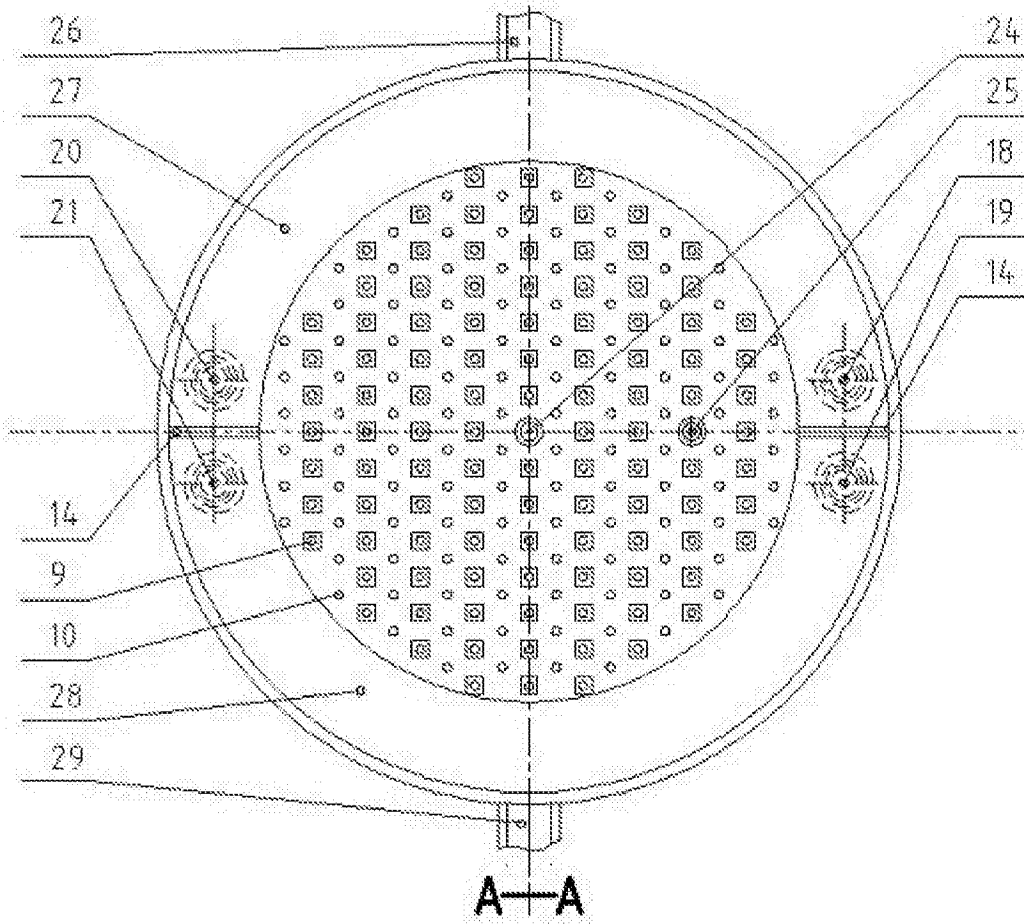


图2

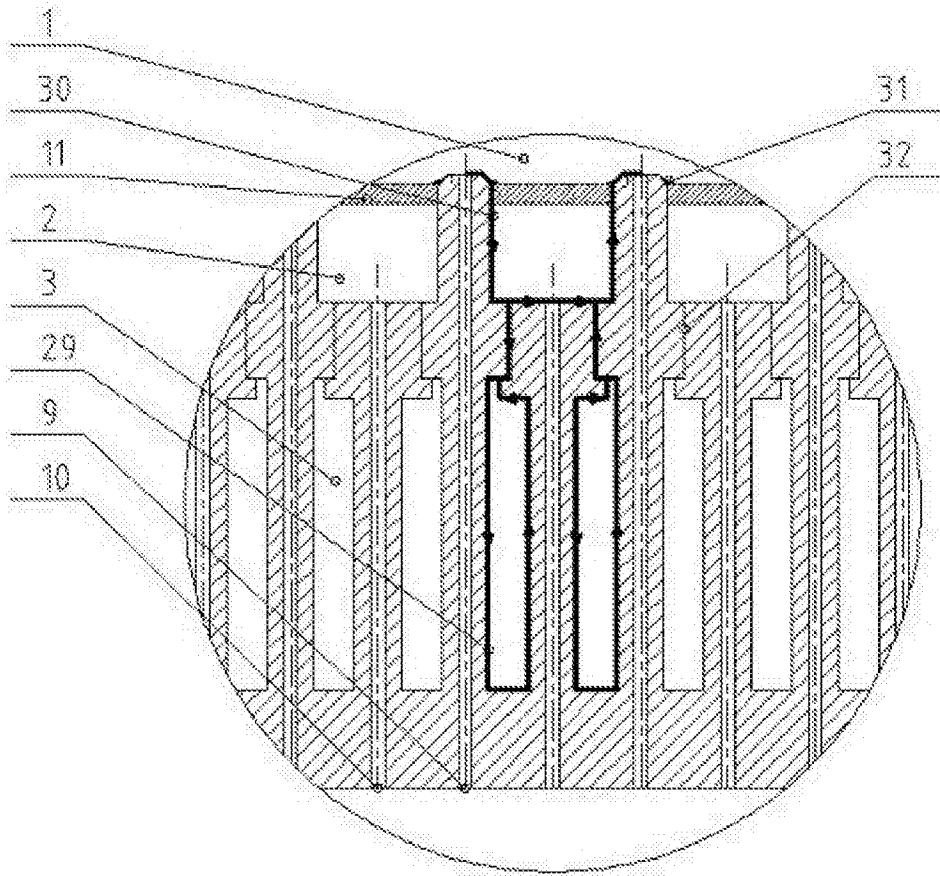


图3