

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges
Eigentum

Internationales Büro

(43) Internationales
Veröffentlichungsdatum
27. August 2015 (27.08.2015)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2015/124495 A1

- (51) Internationale Patentklassifikation:
C30B 29/38 (2006.01) **H01L 21/02** (2006.01)
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2015/053004
- (22) Internationales Anmeldedatum:
12. Februar 2015 (12.02.2015)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität:
102014102039.1 18. Februar 2014 (18.02.2014) DE
- (71) Anmelder: **OSRAM OPTO SEMICONDUCTORS GMBH** [DE/DE]; Leibnizstr. 4, 93055 Regensburg (DE).
- (72) Erfinder: **OFF, Jürgen**; Messerschmittstr. 15, 93049 Regensburg (DE). **PETER, Matthias**; Diepenbrockstr. 1, 93055 Regensburg (DE). **LEHNHARDT, Thomas**; Sommestr. 12, 93053 Regensburg (DE). **BERGBAUER, Werner**; Sandweg 1, 94336 Windberg (DE).
- (74) Anwalt: **EPPING HERMANN FISCHER PATENTANWALTSGESELLSCHAFT MBH**; Schloßschmidstr. 5, 80639 München (DE).
- (81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,

AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, 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) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europäisches (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).

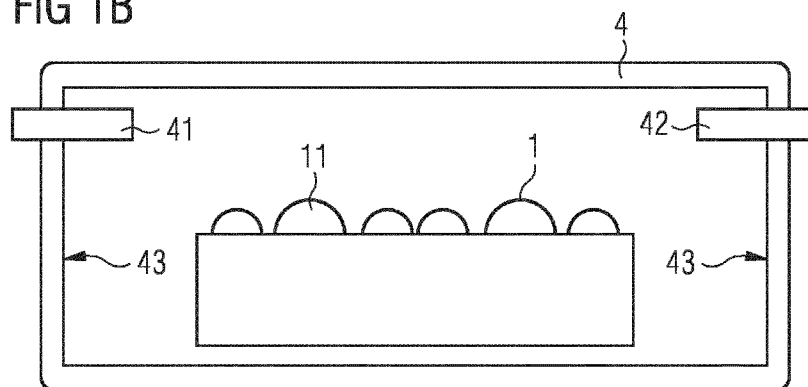
Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)

(54) Title: METHOD FOR THE PRODUCTION OF A NITRIDE COMPOUND SEMICONDUCTOR LAYER

(54) Bezeichnung : VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINER NITRID-VERBINDUNGSHALBLEITERSCHICHT

FIG 1B



(57) Abstract: Described is a method for producing a nitride compound semiconductor layer, involving the steps of: - depositing a first seed layer (1) comprising a nitride compound semiconductor material on a substrate (10); - desorbing at least some of the nitride compound semiconductor material in the first seed layer from the substrate (10); - depositing a second seed layer (2) comprising a nitride compound semiconductor material; and - growing the nitride compound semiconductor layer (3) containing a nitride compound semiconductor material onto the second seed layer (2).

(57) Zusammenfassung: Es wird ein Verfahren zur Herstellung einer Nitrid- Verbindungshalbleiterschicht beschrieben, umfassend die Schritte: - Abscheiden einer ersten Keimschicht (1), die ein Nitrid- Verbindungshalbleitermaterial umfasst, auf ein Substrat (10), - zumindest teilweises Desorbieren des Nitrid- Verbindungshalbleitermaterials der ersten Keimschicht von dem Substrat (10), - Abscheiden einer zweiten Keimschicht (2), die ein Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial umfasst, und - Aufwachsen der Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht (3), die ein Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial aufweist, auf die zweite Keimschicht (2).



WO 2015/124495 A1

Beschreibung

Verfahren zur Herstellung einer Nitrid-
Verbindungshalbleiterschicht

5

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht, insbesondere einer Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht aus dem Materialsystem $\text{Al}_x\text{In}_y\text{Ga}_{1-x-y}\text{N}$ mit $0 \leq x \leq 1$, $0 \leq y \leq 1$ und $x + y \leq 1$.

10

Diese Patentanmeldung beansprucht die Priorität der deutschen Patentanmeldung 102014102039.1, deren Offenbarungsgehalt hiermit durch Rückbezug aufgenommen wird.

15 Nitrid-Verbindungshalbleiterschichten werden insbesondere in elektronischen und optoelektronischen Bauelementen eingesetzt, beispielsweise in LEDs oder Halbleiterlasern. Zur Erzielung einer hohen Effizienz und einer guten
Langzeitstabilität von Halbleiterbauelementen auf der Basis
20 von Nitrid-Verbindungshalbleitermaterialien ist es wünschenswert, Nitrid-Verbindungshalbleiterschichten mit einer besonders geringen Versetzungsdichte herzustellen.

Eine zu lösende Aufgabe besteht darin, ein verbessertes
25 Verfahren zur Herstellung einer Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht anzugeben, mit dem eine Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht mit besonders geringer Versetzungsdichte hergestellt werden kann.

30 Diese Aufgabe wird durch ein Verfahren zur Herstellung einer Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht gemäß dem unabhängigen Patentanspruch gelöst. Vorteilhafte Ausgestaltungen und

Weiterbildungen der Erfindung sind Gegenstand der abhängigen Ansprüche.

Gemäß zumindest einer Ausführungsform wird bei dem Verfahren
5 zur Herstellung eine Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht eine
erste Keimschicht, die ein Nitrid-
Verbindungshalbleitermaterial umfasst, auf ein Substrat
abgeschieden. Nachfolgend wird das Nitrid-
Verbindungshalbleitermaterial der ersten Keimschicht
10 zumindest teilweise von dem Substrat desorbiert. Mit anderen
Worten verbleibt das Material der ersten Keimschicht nicht
vollständig auf dem Substrat, sondern verlässt das Substrat
ganz oder teilweise wieder.

15 Gemäß zumindest einer Ausführungsform wird in einem weiteren
Verfahrensschritt eine zweite Keimschicht, die ein Nitrid-
Verbindungshalbleitermaterial umfasst, abgeschieden.
Nachfolgend wird eine Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht,
die ein Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial aufweist, auf
20 die zweite Keimschicht aufgewachsen.

Das Verfahren zeichnet sich insbesondere dadurch aus, dass
anstelle des einmaligen Aufwachsens einer Keimschicht und des
anschließenden Aufwachsens der Nitrid-
25 Verbindungshalbleiterschicht zunächst die erste Keimschicht
auf dem Substrat abgeschieden wird, die anschließend
zumindest teilweise von dem Substrat desorbiert wird, und
dass nachfolgend eine zweite Keimschicht abgeschieden wird,
auf die in einem weiteren Schritt das Nitrid-
30 Verbindungshalbleitermaterial der Nitrid-
Verbindungshalbleiterschicht epitaktisch aufgewachsen wird.

Es hat sich herausgestellt, dass sich die auf diese Weise hergestellte Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht durch eine besonders geringe Versetzungsdichte auszeichnet, wobei die Versetzungsdichte vorteilhaft um mindestens einen Faktor 2 oder sogar um mindestens einen Faktor 4 geringer sein kann als die Versetzungsdichte einer Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht, die in herkömmlicher Weise mit einer in einem einzigen Verfahrensschritt hergestellten Keimschicht aufgewachsen wurde. Die mit dem Verfahren erreichbare geringe Versetzungsdichte hat den Vorteil, dass ein mit der Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht hergestelltes Halbleiterbauelement eine hohe Effizienz und eine verbesserte Temperaturstabilität aufweist. Insbesondere kann bei optoelektronischen Bauelementen wie beispielsweise LEDs oder Halbleiterlasern eine Verbesserung der Lichtausbeute erzielt werden. Dies kann beispielsweise darauf beruhen, dass an Versetzungen möglicherweise nicht strahlende Rekombinationen von Ladungsträgern stattfinden, welche die Effizienz des optoelektronischen Bauelements vermindern würden.

Gemäß zumindest einer Ausführungsform ist das Substrat ein Saphirsubstrat. Alternativ ist es aber auch denkbar, dass das Substrat ein anderes zum Aufwachsen eines Nitrid-Verbindungshalbleiters geeignetes Material aufweist, wie beispielsweise SiC, GaN oder Silizium.

Das Substrat ist gemäß einer bevorzugten Ausführungsform ein vorstrukturiertes Substrat. Das vorstrukturierte Substrat weist bei dieser Ausgestaltung eine Oberflächenstruktur auf, die beispielsweise durch eine zweidimensionale, insbesondere periodische, Anordnung von Erhebungen und/oder Vertiefungen in der Substratoberfläche gebildet ist. Solche vorstrukturierten Substrate, die für das Aufwachsen von

Nitrid-Verbindungshalbleiterschichten geeignet sind, sind an sich bekannt und werden daher nicht näher im Detail erläutert.

5

Die hierin beschriebene Abscheidung einer ersten Keimschicht und das anschließende zumindest teilweise Desorbieren des Nitrid-Verbindungshalbleitermaterials der ersten Keimschicht verbessert bei der Verwendung von vorstrukturierten

10

Substraten die Nukleation des Nitrid-Verbindungshalbleitermaterials und wirkt sich vorteilhaft positiv auf die Stabilität eines mit einer solchen Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht hergestellten optoelektronischen Bauelements wie beispielsweise einer LED aus. Weiterhin hat

15

sich herausgestellt, dass der Aufwand zur Anpassung der Prozessparameter an die Eigenschaften verschiedenartig vorstrukturierter Substrate bei der Verwendung des hierin beschriebenen Verfahrens vergleichsweise gering ist. Es können daher beispielsweise Substrate verschiedener

20

Substrathersteller, die sich in der Art ihrer Oberflächenvorbehandlung und/oder Oberflächenstrukturierung voneinander unterscheiden, mit einem vergleichsweise geringen Aufwand für die Anpassung der Prozessparameter verwendet werden.

25

Ein weiterer Vorteil des Verfahrens bei der Verwendung vorstrukturierter Substrate besteht darin, dass die Nukleation auf ebenen Teilbereichen gegenüber der Nukleation auf dreidimensionalen Strukturen der Substratoberfläche verstärkt wird. Mit anderen Worten wird die Selektivität des Wachstums erhöht.

30

Das Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial der ersten Keimschicht, das Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial der zweiten Keimschicht und/oder das Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial der Nitrid-

- 5 Verbindungshalbleiterschicht weisen bevorzugt jeweils $\text{Al}_x\text{In}_y\text{Ga}_{1-x-y}\text{N}$ mit $0 \leq x \leq 1$, $0 \leq y \leq 1$ und $x + y \leq 1$ auf. Das Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial muss nicht zwingend eine mathematisch exakte Zusammensetzung nach obiger Formel aufweisen. Vielmehr kann es einen oder mehrere Dotierstoffe
- 10 sowie zusätzliche Bestandteile aufweisen, die die charakteristischen physikalischen Eigenschaften des $\text{Al}_x\text{In}_y\text{Ga}_{1-x-y}\text{N}$ -Materials im Wesentlichen nicht ändern. Der Einfachheit halber beinhaltet obige Formel jedoch nur die wesentlichen Bestandteile des Kristallgitters (Al, In, Ga,
- 15 N), auch wenn diese teilweise durch geringe Mengen weiterer Stoffe ersetzt sein können.

- Es ist möglich, dass die erste Keimschicht, die zweite
- 20 Keimschicht und die Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht jeweils das gleiche Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial aufweisen. Alternativ ist es aber auch möglich, dass sich die Nitrid-Verbindungshalbleitermaterialien der ersten Keimschicht, der zweiten Keimschicht und/oder der Nitrid-
- 25 Verbindungshalbleiterschicht voneinander unterscheiden. Die erste Keimschicht, die zweite Keimschicht und/oder die Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht können jeweils einen oder mehrere Dotierstoffe aufweisen, zum Beispiel einen p-Dotierstoff wie beispielsweise Mg oder einen n-Dotierstoff
- 30 wie beispielsweise Si.

Bei dem Verfahren können das Abscheiden der ersten Keimschicht, der zweiten Keimschicht und/oder der Nitrid-

Verbindungshalbleiterschicht durch epitaktische Abscheidung aus der Gasphase erfolgen. Insbesondere kann die Abscheidung durch MOVPE, CVD, MBE oder HVPE erfolgen.

- 5 Bei einer Ausgestaltung wird das Verfahren in einer Beschichtungsanlage, insbesondere in einem Epitaxiereaktor, durchgeführt. Bei einer Ausführungsform des Verfahrens wird beim Abscheiden der ersten Keimschicht das Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial von mindestens einer Komponente
10 der Beschichtungsanlage desorbiert und auf dem Substrat abgeschieden. Bei dieser Ausgestaltung ist es möglich, dass zum Abscheiden der ersten Keimschicht das Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial nicht durch für die epitaktische Abscheidung vorgesehene Quellen zugeführt wird,
15 sondern auf einer Komponente der Beschichtungsanlage angelagertes Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial desorbiert und auf dem Substrat abgeschieden wird. Dies ist insbesondere dann möglich, wenn die Beschichtungsanlage vor der Durchführung des Verfahrens bereits zur Abscheidung von
20 Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial genutzt wurde, so dass in der Beschichtungsanlage oder zumindest einer Komponente davon bereits Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial abgeschieden ist.
- 25 Das Desorbieren des Nitrid-Verbindungshalbleitermaterials von mindestens einer Komponente der Beschichtungsanlage kann insbesondere dadurch erreicht werden, dass in der Beschichtungsanlage mindestens einer der Parameter Druck, Temperatur und/oder Gasfluss verändert wird. Beispielsweise
30 kann eine Erhöhung des Drucks in der Beschichtungsanlage dazu führen, dass auf einer Komponente wie beispielsweise den Wänden angelagertes Material desorbiert und auf diese Weise insbesondere auf dem Substrat abgeschieden werden kann.

Weiterhin kann beispielsweise der Gasfluss in der Beschichtungsanlage verändert werden. Zum Beispiel werden bei der Abscheidung mittels MOVPE die Komponenten des Nitrid-Verbindungshalbleitermaterials typischerweise in Form von gasförmigen Verbindungen der Beschichtungsanlage zugeführt. Hierbei wird in der Regel eine laminare Strömung angestrebt. Eine Veränderung dieser Strömung, beispielsweise eine Erzeugung von Wirbeln, kann eine Desorption von in der Beschichtungsanlage enthaltenen Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial bewirken.

Bei einer bevorzugten Ausführungsform wird mindestens eine Komponente der Beschichtungsanlage aufgeheizt, um eine Desorption von Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial von der Komponente zu bewirken. Bei dieser Ausgestaltung wird die mindestens eine Komponente der Beschichtungsanlage bevorzugt auf eine Temperatur von mindestens 900 °C aufgeheizt.

Die mindestens eine Komponente der Beschichtungsanlage, von der das Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial beim Aufwachsen der ersten Keimschicht desorbiert wird, kann insbesondere eine Wand der Beschichtungsanlage sein. Da Beschichtungsanlagen zur Herstellung epitaktischer Schichten in der Regel für eine Vielzahl aufeinander folgender Beschichtungsvorgänge genutzt werden, lagert sich mit zunehmender Nutzungsdauer zunehmend Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial insbesondere auf den Wänden der Vakuumbeschichtungskammer an, bis es beispielsweise in einem Reinigungsprozess wieder entfernt wird. Das hierin beschriebene Verfahren macht sich bei einer Ausgestaltung zunutze, dass bereits auf den Wänden und/oder einer anderen Komponente der Vakuumbeschichtungskammer abgeschiedenes Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial zur Abscheidung der

ersten Keimschicht genutzt werden kann. Bei dieser Ausgestaltung werden Epitaxiequellen, welche die Vakuumbeschichtungskammer aufweist, beim Aufwachsen der ersten Keimschicht vorzugsweise nicht betrieben. Insbesondere
5 hat sich herausgestellt, dass auf diese Weise ähnlich gute Ergebnisse erzielt werden können, wie bei einer Abscheidung der ersten Keimschicht durch gezielte Zufuhr der Komponenten des Nitrid-Verbindungshalbleitermaterials durch in der Beschichtungsanlage vorhandene Epitaxiequellen.

10

Der Schritt des Desorbierens des Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial der ersten Keimschicht von dem Substrat kann insbesondere unter Wärmeeinwirkung erfolgen. Bei einer bevorzugten Ausgestaltung wird das Substrat zum
15 Desorbieren des Materials der ersten Keimschicht auf eine Temperatur von mindestens 950°C aufgeheizt.

20

Das Abscheiden der zweiten Keimschicht erfolgt bei dem Verfahren bevorzugt bei einer Substrattemperatur zwischen einschließlich 450°C und einschließlich 850°C. Da dies für
das epitaktische Aufwachsen einer Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht eine vergleichsweise geringe Temperatur ist, handelt es sich beim Abscheiden der zweiten Keimschicht um eine Niedertemperaturbekeimung.

25

Das Aufwachsen der Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht auf die zweite Keimschicht erfolgt vorzugsweise bei einer Substrattemperatur von mindestens 950°C. Anders als die zweite Keimschicht wird die Nitrid-
30 Verbindungshalbleiterschicht also durch ein Hochtemperaturwachstum erzeugt.

Die Erfindung wird im Folgenden anhand von Ausführungsbeispielen im Zusammenhang mit den Figuren 1 und 2 näher erläutert.

5 Es zeigen:

Figuren 1A bis 1E eine schematische Darstellung eines Ausführungsbeispiels des Verfahrens anhand von schematisch dargestellten Zwischenschritten, und

10

Figur 2 eine grafische Darstellung der Halbwertsbreite (FWHM) eines Röntgenbeugungs-Reflexes der hergestellten Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht in Abhängigkeit einer Ortskoordinate x des Substrats bei vier verschiedenen

15

Ausführungsbeispielen des Verfahrens.

Gleiche oder gleich wirkende Bestandteile sind in den Figuren jeweils mit den gleichen Bezugszeichen versehen. Die dargestellten Bestandteile sowie die Größenverhältnisse der Bestandteile untereinander sind nicht als maßstabsgerecht anzusehen.

20

Wie in Figur 1A dargestellt, wird bei dem Verfahren ein Substrat 10 bereitgestellt, das eine zum Aufwachsen eines Nitrid-Verbindungshalbleitermaterials geeignete Gitterstruktur aufweist. Bevorzugt ist das Substrat 10 ein Saphir-Substrat. Alternativ wäre es möglich, dass das Substrat beispielsweise SiC, GaN oder Silizium aufweist.

25

30

Das Substrat 10 kann ein Substrat mit einer ebenen Oberfläche oder alternativ ein vorstrukturiertes Substrat sein, das zum Beispiel periodisch angeordnete dreidimensionale Strukturen

aufweist, die beim Aufwachsen der Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht überwachsen werden.

Bei dem in Figur 1B dargestellten Zwischenschritt des Verfahrens ist eine erste Keimschicht 1 auf das Substrat 10 aufgebracht worden. Die erste Keimschicht 1 weist ein Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial, insbesondere $\text{Al}_x\text{In}_y\text{Ga}_{1-x-y}\text{N}$ mit $0 \leq x \leq 1$, $0 \leq y \leq 1$ und $x + y \leq 1$ auf. Beispielsweise kann die erste Keimschicht 1 GaN oder AlN aufweisen.

10

Wie in Figur 1B zu sehen ist, ist die erste Keimschicht 1 bei dem Ausführungsbeispiel noch nicht zu einer geschlossenen Schicht zusammengewachsen, sondern weist eine Vielzahl von Inseln 11 auf, welche über die Oberfläche des Substrats 10 verteilt sind. Ein solches inselförmiges Wachstum erfolgt in der Regel im Anfangsstadium des epitaktischen Wachstums, wenn die Schichtdicke noch sehr gering ist und eine gleichmäßige Bekeimung energetisch ungünstig ist. Die erste Keimschicht 1 kann beispielsweise eine Dicke zwischen 5 nm und 50 nm aufweisen.

20

Das Abscheiden der ersten Keimschicht 1 erfolgt bei einer Ausgestaltung des Verfahrens durch epitaktische Abscheidung aus der Gasphase in einer Beschichtungsanlage 4. Das Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial oder die Komponenten des Nitrid-Verbindungshalbleitermaterials werden in diesem Fall durch geeignete Epitaxiequellen 41, 42 der Beschichtungsanlage 4 zugeführt. Geeignete Epitaxieverfahren sind beispielsweise MOVPE, CVD, MBE oder HVPE. Die Epitaxiequellen 41, 42 können insbesondere Gaseinlässe sein, durch die Gase, welche Komponenten des Nitrid-Verbindungshalbleitermaterials enthalten, in die Beschichtungsanlage 4 eingelassen werden.

30

Bei einer alternativen Ausgestaltung des Verfahrens wird das Material zur Abscheidung der ersten Keimschicht 1 nicht aus Epitaxiequellen zugeführt, sondern von mindestens einer

5 Komponente 43 der Beschichtungsanlage 4, in der das Verfahren durchgeführt wird, desorbiert. Bei der mindestens einen Komponente 43 kann es sich beispielsweise um die Wände der Beschichtungsanlage 4 handeln.

10 Beispielsweise kann das Material der ersten Keimschicht 1 von Wänden 43 der Beschichtungsanlage 4 desorbiert werden. Dies kann insbesondere dadurch bewirkt werden, dass das zu desorbierende Material an den Wänden 43 auf eine Temperatur von mindestens 900°C aufgeheizt wird. Alternativ oder
15 zusätzlich ist es möglich, dass die Desorption durch Änderung eines anderen Prozessparameters, insbesondere des Drucks oder der Strömungsverhältnisse in der Beschichtungsanlage 4, bewirkt wird. Zum Beispiel kann eine Erhöhung des Drucks oder eine Änderung der Gasströmung, durch die beispielsweise
20 Wirbel erzeugt werden, eine verstärkte Desorption von Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial von der mindestens einen Komponente 43 der Beschichtungsanlage 4 bewirken.

Bei dem in Figur 1C dargestellten Zwischenschritt wird das
25 Nitrid-Verbindungsmaterial der ersten Keimschicht 1 zumindest teilweise von dem Substrat 10 desorbiert. Auf dem Substrat 10 verbleiben nach der Desorption des Nitrid-Verbindungshalbleitermaterials nur noch Reste 12 des Nitrid-Verbindungshalbleitermaterials oder Bestandteile davon, wie
30 beispielsweise GaN- oder Ga-Restinseln. Es ist weiterhin auch möglich, dass bei der Desorption des Nitrid-Verbindungshalbleitermaterials Bestandteile des Substratmaterials aus der Oberfläche des Substrats 10

herausgelöst werden. Dies kann dadurch bedingt sein, dass das Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial zuvor chemisch mit dem Substratmaterial reagiert hat, beispielsweise in einer Reaktion von GaN mit Al_2O_3 des Saphirsubstrats. Dies kann
5 eine Aufräuhung oder die Ausbildung von Defekten 13 an der Oberfläche des Substrats 10 bewirken.

Die Desorption des Nitrid-Verbindungshalbleitermaterials der ersten Keimschicht 1 von dem Substrat 10 kann bei einer
10 Ausführungsform dadurch bewirkt werden, dass zur Herstellung der ersten Keimschicht verwendete Epitaxiequellen 41, 42 abgeschaltet werden. In diesem Fall kann aufgrund der fehlenden Zufuhr von den Komponenten zur Bildung des Nitrid-Verbindungshalbleitermaterials unter den gegebenen
15 Prozessbedingungen ein Teil des schon auf der Oberfläche vorhandenen Nitrid-Verbindungshalbleitermaterials wieder von der Oberfläche desorbiert. Alternativ oder zusätzlich ist es auch möglich, dass das Substrat 10 zum zumindest teilweisen Desorbieren des Nitrid-Verbindungshalbleitermaterials der
20 ersten Keimschicht 1 aufgeheizt wird, bevorzugt auf eine Temperatur von mindestens 950°C .

Bei einem nachfolgenden in Figur 1D dargestellten Zwischenschritt des Verfahrens wird eine zweite Keimschicht 2
25 abgeschieden. Die zweite Keimschicht 2 kann im Fall einer vollständigen Desorption der zuvor abgeschiedenen ersten Keimschicht auf die Oberfläche des Substrats 10 oder im Fall einer nicht vollständigen Desorption der ersten Keimschicht auf die Reste der ersten Keimschicht und die Oberfläche des
30 Substrats 10 abgeschieden werden. Die Abscheidung der zweiten Keimschicht 2 erfolgt durch eine epitaktische Abscheidung, insbesondere mittels MOVPE, CVD, MBE oder HVPE. Die Abscheidung der zweiten Keimschicht erfolgt vorzugsweise bei

einer Temperatur zwischen 450°C und 850°C, das heißt es erfolgt eine Niedertemperatur-Bekeimung. Die zweite Keimschicht 2 wird vorzugsweise mit einer Dicke zwischen 2 nm und 100 nm abgeschieden. Wie die zuvor aufgebraute erste Keimschicht 1 kann auch die zweite Keimschicht 2 nach dem Abscheiden eine inselförmige Schicht sein, die noch nicht zu einer geschlossenen Schicht zusammengewachsene Inseln 22 aufweist. Die zweite Keimschicht 2 weist vorzugsweise ein Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial mit der Zusammensetzung $\text{Al}_x\text{In}_y\text{Ga}_{1-x-y}\text{N}$ mit $0 \leq x \leq 1$, $0 \leq y \leq 1$ und $x + y \leq 1$ auf und kann gegebenenfalls mit einem p-Dotierstoff oder einem n-Dotierstoff dotiert sein.

In einem nachfolgenden in Figur 1E dargestellten Verfahrensschritt wird eine Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht 3 auf die zweite Keimschicht 2 aufgewachsen. Die Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht 3 wird bevorzugt bei einer Substrattemperatur von mindestens 1050°C aufgewachsen. Wie die erste Keimschicht 1 und die zweite Keimschicht 2 weist die Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht 3 ein Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial mit der Zusammensetzung $\text{Al}_x\text{In}_y\text{Ga}_{1-x-y}\text{N}$ mit $0 \leq x \leq 1$, $0 \leq y \leq 1$ und $x + y \leq 1$ auf, wobei die Nitrid-Verbindungshalbleitermaterialien der ersten Keimschicht, zweiten Keimschicht und Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht nicht notwendigerweise identisch sein müssen. Die Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht 3 kann mit einem p-Dotierstoff wie beispielsweise Magnesium oder einem n-Dotierstoff wie beispielsweise Silizium dotiert sein.

Die Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht 3 kann vorteilhaft als Pufferschicht zum Aufwachsen einer Epitaxieschichtenfolge für ein Halbleiterbauelement, insbesondere ein optoelektronisches Bauelement wie beispielsweise eine LED

oder ein Halbleiterlaser, verwendet werden. Dadurch, dass mit dem hierin beschriebenen Verfahren eine besonders geringe Versetzungsdichte der Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht 3 erzielt wird, kann eine verbesserte Qualität nachfolgend aufgewachsener Halbleiterschichten, insbesondere der Halbleiterschichten für ein optoelektronisches Bauelement, erreicht werden. Die Effizienz und die Langzeitstabilität des optoelektronischen Bauelements können auf diese Weise vorteilhaft verbessert werden.

In Figur 2 ist die volle Halbwertsbreite FWHM des (102)-Röntgenreflexes einer Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht in Abhängigkeit von einer Ortskoordinate x auf dem Substrat dargestellt, wobei die Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht gemäß verschiedenen Ausführungsbeispielen des Verfahrens hergestellt wurde.

Bei der Kurve 5 ist die erste Keimschicht durch eine sehr geringe Desorption des Nitrid-Verbindungshalbleitermaterials von den Wänden der Beschichtungsanlage hergestellt worden, bei Kurve 6 mit einer stärkeren Desorption, bei Kurve 7 mit einer noch stärkeren Desorption und bei Kurve 8 durch eine gezielte Abscheidung des Nitrid-Verbindungshalbleitermaterials aus Epitaxiequellen.

Die verschieden starke Desorption des Nitrid-Verbindungshalbleitermaterials bei der Herstellung der ersten Keimschicht ist bei den Ausführungsbeispielen der Kurven 6, 7 und 8 durch eine unterschiedliche Anzahl von zuvor in der Beschichtungsanlage durchgeführten Beschichtungsvorgängen bedingt. Da sich jedem Beschichtungsvorgang Nitridverbindungshalbleitermaterial auch auf den Wänden der Beschichtungsanlage ablagert, erhöht sich die Desorption von

den Wänden mit zunehmender Anzahl von Beschichtungsvorgängen, bis die Beschichtungsanlage gereinigt wird.

Ein Vergleich der Kurven 5, 6 und 7 zeigt, dass die volle
5 Halbwertsbreite des (102)-Röntgenreflexes mit zunehmender
Desorptionsrate von den Wänden der Beschichtungsanlage bei
der Herstellung der ersten Keimschicht abnimmt und sich somit
die Schichtqualität verbessert. Die volle Halbwertsbreite
FWHM des (102)-Röntgenreflexes ist in etwa proportional zur
10 Wurzel aus der Versetzungsdichte. Durch eine gezielte
Abscheidung der ersten Keimschicht aus Epitaxiequellen (Kurve
8) lassen sich ähnlich geringe Versetzungsdichten der darauf
abgeschiedenen Nitrid-Verbindungshalbleiterschichten
erreichen wie durch die starke Desorption von den Wänden der
15 Beschichtungsanlage (Kurve 7).

Die Erfindung ist nicht durch die Beschreibung anhand der
Ausführungsbeispiele beschränkt. Vielmehr umfasst die
Erfindung jedes neue Merkmal sowie jede Kombination von
20 Merkmalen, was insbesondere jede Kombination von Merkmalen in
den Patentansprüchen beinhaltet, auch wenn dieses Merkmal
oder diese Kombination selbst nicht explizit in den
Patentansprüchen oder Ausführungsbeispielen angegeben ist.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer Nitrid-
Verbindungshalbleiterschicht, umfassend die Schritte:
 - 5 - Abscheiden einer ersten Keimschicht (1), die ein
Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial umfasst, auf ein
Substrat (10),
 - zumindest teilweises Desorbieren des Nitrid-
Verbindungshalbleitermaterials der ersten Keimschicht
10 von dem Substrat (10),
 - Abscheiden einer zweiten Keimschicht (2), die ein
Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial umfasst, und
 - Aufwachsen der Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht
(3), die ein Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial
15 aufweist, auf die zweite Keimschicht (2).
2. Verfahren nach Anspruch 1,
wobei das Substrat (10) ein Saphirsubstrat ist.
- 20 3. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
wobei das Substrat (10) ein vorstrukturiertes Substrat
ist.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
25 wobei das Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial der
ersten Keimschicht (1) $\text{Al}_x\text{In}_y\text{Ga}_{1-x-y}\text{N}$ mit $0 \leq x \leq 1$, $0 \leq y \leq 1$ und $x + y \leq 1$ aufweist.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
30 wobei das Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial der
zweiten Keimschicht (2) $\text{Al}_x\text{In}_y\text{Ga}_{1-x-y}\text{N}$ mit $0 \leq x \leq 1$, $0 \leq y \leq 1$ und $x + y \leq 1$ aufweist.

6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial der Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht (3) $\text{Al}_x\text{In}_y\text{Ga}_{1-x-y}\text{N}$ mit $0 \leq x \leq 1$, $0 \leq y \leq 1$ und $x + y \leq 1$ aufweist.

5

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Abscheiden der ersten Keimschicht (1), der zweiten Keimschicht (2) und/oder der Nitrid-Verbindungshalbleiterschicht (3) durch Abscheidung aus der Gasphase erfolgt.

10

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Verfahren in einer Beschichtungsanlage (4) durchgeführt wird, und wobei beim Abscheiden der ersten Keimschicht (1) das Nitrid-Verbindungshalbleitermaterial von mindestens einer Komponente (43) der Beschichtungsanlage (4) desorbiert und auf dem Substrat (10) abgeschieden wird.

15

9. Verfahren nach Anspruch 8, wobei zum Desorbieren des Nitrid-Verbindungshalbleitermaterials von der mindestens einen Komponente (43) mindestens einer der Parameter Druck, Temperatur oder Gasfluss in der Beschichtungsanlage (4) verändert wird.

20

25

10. Verfahren nach Anspruch 8 oder 9, wobei die mindestens eine Komponente (43) der Beschichtungsanlage (4) aufgeheizt wird.

30

11. Verfahren nach Anspruch 10, wobei mindestens die Komponente (43) auf eine Temperatur

von mindestens 900°C aufgeheizt wird.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 11,
wobei die mindestens eine Komponente (43) mindestens
5 eine Wand der Beschichtungsanlage (4) umfasst.
13. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 12,
wobei die Beschichtungsanlage Epitaxiequellen (41, 42)
aufweist, und die Epitaxiequellen (41, 42) beim
10 Aufwachsen der ersten Keimschicht (1) nicht betrieben
werden.
14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
wobei das Substrat (10) zum Desorbieren des Nitrid-
15 Verbindungshalbleitermaterials der ersten Keimschicht
(1) auf eine Temperatur von mindestens 950°C aufgeheizt
wird.
15. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
20 wobei das Abscheiden der zweiten Keimschicht (2) bei
einer Substrattemperatur zwischen einschließlich 450°C
und 850°C erfolgt.

FIG 1A



FIG 1B

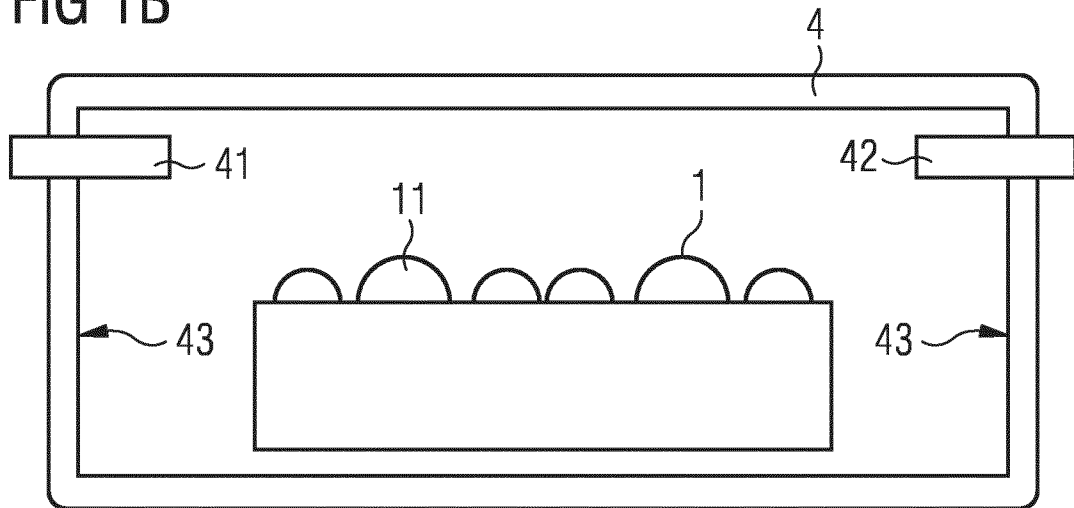


FIG 1C

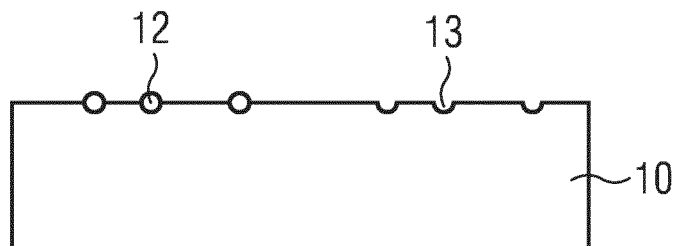


FIG 1D

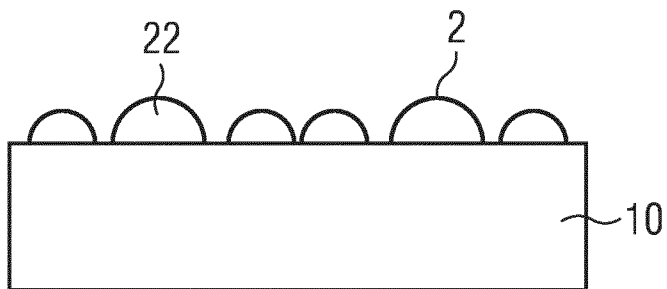


FIG 1E

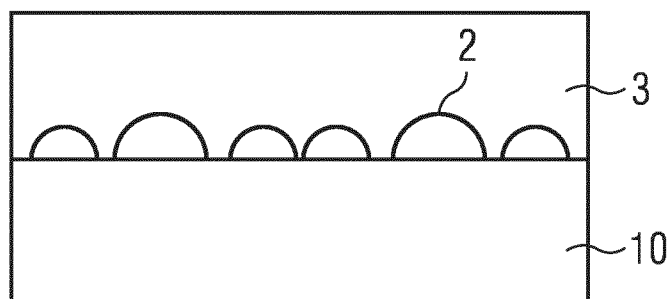
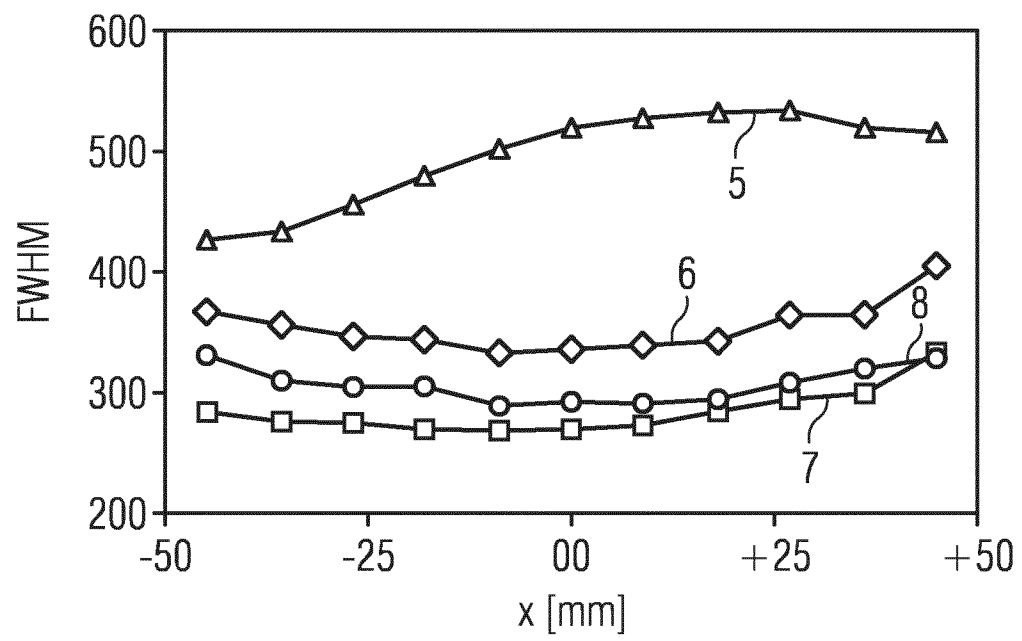


FIG 2



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2015/053004

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. C30B29/38 H01L21/02
ADD.

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)
C30B 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)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	KOBLMÜLLER G ET AL: "Delayed nucleation during molecular-beam epitaxial growth of GaN observed by line-of-sight quadrupole mass spectrometry", APPLIED PHYSICS LETTERS, AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS, US, vol. 80, no. 13, 1 April 2002 (2002-04-01), pages 2281-2283, XP012030432, ISSN: 0003-6951, DOI: 10.1063/1.1465530 page 2281 - page 2283; figures 1-3 ----- -/--	1-15



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"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)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"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

"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

"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

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

14 April 2015

Date of mailing of the international search report

04/05/2015

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Norga, Gerd

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2015/053004

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	CHEN J J ET AL: "Enhanced Output Power of GaN-Based LEDs With Nano-Patterned Sapphire Substrates", IEEE PHOTONICS TECHNOLOGY LETTERS, IEEE SERVICE CENTER, PISCATAWAY, NJ, US, vol. 20, no. 13, 1 July 2008 (2008-07-01), pages 1193-1195, XP011216441, ISSN: 1041-1135 * Zusammenfassung; Abbildungen 1 und 2 * -----	1-15
A	KIM J-H ET AL: "EFFECTS OF INITIAL THERMAL CLEANING TREATMENT OF A SAPPHIRE SUBSTRATE SURFACE ON THE GAN EPILAYER", JAPANESE JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, JAPAN SOCIETY OF APPLIED PHYSICS, JP, vol. 38, no. 5A, 1 May 1999 (1999-05-01), pages 2721-2724, XP000906250, ISSN: 0021-4922, DOI: 10.1143/JJAP.38.2721 the whole document -----	1-15

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2015/053004

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
INV. C30B29/38 H01L21/02
ADD.

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
C30B H01L

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	KOBLMÜLLER G ET AL: "Delayed nucleation during molecular-beam epitaxial growth of GaN observed by line-of-sight quadrupole mass spectrometry", APPLIED PHYSICS LETTERS, AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS, US, Bd. 80, Nr. 13, 1. April 2002 (2002-04-01), Seiten 2281-2283, XP012030432, ISSN: 0003-6951, DOI: 10.1063/1.1465530 Seite 2281 - Seite 2283; Abbildungen 1-3 ----- -/-	1-15

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen ☐ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

14. April 2015

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

04/05/2015

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Norga, Gerd

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	CHEN J J ET AL: "Enhanced Output Power of GaN-Based LEDs With Nano-Patterned Sapphire Substrates", IEEE PHOTONICS TECHNOLOGY LETTERS, IEEE SERVICE CENTER, PISCATAWAY, NJ, US, Bd. 20, Nr. 13, 1. Juli 2008 (2008-07-01), Seiten 1193-1195, XP011216441, ISSN: 1041-1135 * Zusammenfassung; Abbildungen 1 und 2 * -----	1-15
A	KIM J-H ET AL: "EFFECTS OF INITIAL THERMAL CLEANING TREATMENT OF A SAPPHIRE SUBSTRATE SURFACE ON THE GAN EPILAYER", JAPANESE JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, JAPAN SOCIETY OF APPLIED PHYSICS, JP, Bd. 38, Nr. 5A, 1. Mai 1999 (1999-05-01), Seiten 2721-2724, XP000906250, ISSN: 0021-4922, DOI: 10.1143/JJAP.38.2721 das ganze Dokument -----	1-15