

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200510004812.4

[51] Int. Cl.

H01L 21/20 (2006.01)

H01L 21/66 (2006.01)

H01L 31/02 (2006.01)

H01L 33/00 (2006.01)

[43] 公开日 2006 年 5 月 24 日

[11] 公开号 CN 1776887A

[22] 申请日 2005.1.27

[21] 申请号 200510004812.4

[30] 优先权

[32] 2004.11.19 [33] JP [31] 2004 – 335913

[71] 申请人 日立电线株式会社

地址 日本东京都

[72] 发明人 河口裕介

[74] 专利代理机构 北京银龙知识产权代理有限公司

代理人 钟晶

权利要求书 1 页 说明书 8 页 附图 3 页

[54] 发明名称

III – V 族氮化物系半导体基板及其评价方法

[57] 摘要

本发明提供能够在基板上平坦且杂质分布均匀地生长化合物半导体层的 III – V 族氮化物系半导体基板，以及能够在短时间简便地评价是否为能够在基板上平坦且杂质分布均匀地生长化合物半导体层的基板的评价方法。其采用如下方案：在自立的 III – V 族氮化物系半导体基板的表面的任意位置测定光致发光，假定该频带端峰的发光强度为  $N_1$ 、假定对应于所述测定位置的同一基板上的背面侧的频带端峰的发光强度为  $N_2$  时，当其强度比  $\alpha = N_1/N_2$  为  $\alpha < 1$  时作为合格品 III – V 族氮化物系半导体基板。

1. 一种 III-V 族氮化物系半导体基板，其特征在于，表面和背面被研磨成镜面，由自立的 III-V 族氮化物系半导体结晶构成，假定在其表面任意测定位置的光致发光测定的频带端峰的发光强度为  $N_1$ 、假定对应于所述测定位置的背面侧的频带端峰的发光强度为  $N_2$  时，其强度比  $\alpha=N_1/N_2$  为  $\alpha<1$ 。

2. 如权利要求 1 记载的 III-V 族氮化物系半导体基板，其特征在于，所述强度比  $\alpha$  为  $0.1\leq\alpha\leq0.5$ 。

3. 如权利要求 1 记载的 III-V 族氮化物系半导体基板，其特征在于，所述半导体结晶为具有六方晶系的氮化镓单晶，其表面是 C 面的镓面。

4. 如权利要求 1 记载的 III-V 族氮化物系半导体基板，其特征在于，所述半导体结晶是掺杂有 n 型杂质的导电性结晶。

5. 一种 III-V 族氮化物系半导体基板的评价方法，其特征在于，在自立的 III-V 族氮化物系半导体基板的表面的任意位置测定光致发光，假定其频带端峰的发光强度为  $N_1$ 、假定对应于所述测定位置的同一基板上的背面侧的频带端峰的发光强度为  $N_2$  时，当其强度比  $\alpha=N_1/N_2$  为  $\alpha<1$  时评价为合格品。

6. 如权利要求 5 记载的 III-V 族氮化物系半导体基板的评价方法，其特征在于，所述强度比  $\alpha$  为  $0.1\leq\alpha\leq0.5$ 。

## III-V 族氮化物系半导体基板及其评价方法

### 技术领域

本发明涉及 III-V 族氮化物系半导体基板及其评价方法，尤其涉及能够在基板上平坦且杂质分布均匀地生长化合物半导体层的 III-V 族氮化物系半导体基板，以及能够在短时间简便地评价是否为能够在基板上平坦且杂质分布均匀地生长化合物半导体层的基板的评价方法。

### 技术背景

氮化物系半导体的频带间隙大，频带间迁移为直接迁移型，因此多应用于短波发光元件。氮化物系半导体元件可通过有机金属气相生长法（MOVPE）、分子束气相生长法（MBE）、氢化物气相生长法（HVPE）等气相生长法，在底层基板上进行外延生长来获得。但是，由这些生长方法获得的结晶中存在多处结晶缺陷。其原因是，没有与氮化物系半导体的晶格常数相匹配的不同种类底层基板。因此，需要与氮化物系半导体晶格常数匹配的同种类自立基板（如 GaN 自立基板）。

作为 GaN 的外延生长方法中减少结晶缺陷的技术，已知有 ELO（Epitaxial Lateral Overgrowth，外延横向生长）法等（如参照特开平 11-251253 号公报）。ELO 法是在底层基板上制作具有条状开口部的掩模，通过在开口部选择性生长 GaN 的初始生长核来获得低转位 GaN 层的技术。由 ELO 法在底层基板上形成 GaN 层后，通过对去除底层基板获得品质优异的 GaN 自立基板。

### 发明内容

但是，由前述方法获得的 GaN 自立基板也存在 GaN 自立基板的表面平坦性、杂质分布、以及基板的弯曲等问题。例如，如果 GaN 自立基板的表面平坦性差、杂质分布差、或者弯曲大，即使在该 GaN 自立基板上由 MOVPE 法生长发光元件用外延层，生长层的表面平坦性和杂质分布也差。因此，切成多个芯片来制作多个发光元件时，尽管由相同 GaN 自立基板形成，但各个发光元件的发光强度的误差大。还有，难以在这种基板上实施平板印刷，很大

程度影响装置的合格品获得率。

从而，本发明的目的在于，解决前述以往技术中的问题，提供能够在基板上平坦且杂质分布均匀地生长化合物半导体层的 III-V 族氮化物系半导体基板，以及能够在短时间简便地评价是否为能够在基板上平坦且杂质分布均匀地生长化合物半导体层的基板的评价方法。

本发明者们为解决所述课题，反复进行刻苦研究，结果发现由 GaN 自立基板的光致发光（以下称为 PL）测定获得的 GaN 自立基板的频带端发光峰的表面和背面强度比会左右在 GaN 自立基板上制作的光装置的合格品获得率，并基于相关见解完成了本发明。

即本发明的 III-V 族氮化物系半导体基板的特征为：表面和背面被研磨成镜面，由自立的 III-V 族氮化物系半导体结晶构成，假定其表面任意测定位置的 PL 测定的频带端峰的发光强度为  $N_1$ 、假定对应于所述测定位置的背面侧的频带端峰的发光强度为  $N_2$  时，其强度比  $\alpha=N_1/N_2$  为  $\alpha<1$ 。

这里，频带端峰的发光强度是指在由该半导体结晶放射的 PL 光谱中，与实质上相当于该半导体结晶的频带间隙能的能量相对应的 PL 的峰强度。

所述强度比  $\alpha$  优选为  $0.1 \leq \alpha \leq 0.5$ 。

所述半导体结晶为具有六方晶系的氮化镓单晶，其表面可以为 C 面的镓面。

可以把所述半导体结晶做成掺杂有 n 型杂质的导电性结晶。做成 n 型所用的杂质可列举 Si、O<sub>2</sub> 等。

还有，本发明的 III-V 族氮化物系半导体基板的评价方法的特征为：在自立的 III-V 族氮化物系半导体基板的表面的任意位置测定 PL，假定该频带端峰的发光强度为  $N_1$ 、假定对应于所述测定位置的同一基板上的背面侧的频带端峰的发光强度为  $N_2$  时，当其强度比  $\alpha=N_1/N_2$  为  $\alpha<1$  时评价为合格品。

所述强度比  $\alpha$  优选为  $0.1 \leq \alpha \leq 0.5$ 。

根据本发明，通过规定 PL 强度比，可提供具有化合物半导体生长及自立基板所需特性的 III-V 族氮化物系半导体基板。

并且，根据本发明，通过规定 PL 强度比，无须在 III-V 族氮化物系半导体基板上构成装置，便能够在短时间简便地评价是否为能够在基板上平坦且

杂质分布均匀地生长化合物半导体层的基板。进一步，PL 测定为非破坏性、非接触性，并且能够简单地构成 PL 测定装置，因此可提供廉价、高效率的判别方法，适用于批量生产。

#### 附图说明

图 1 为表示各实施例中制作的 LED 的构造的模式图。

图 2 为表示实施例 2 的 GaN 自立基板的表面和背面的 PL 光谱的图。

图 3 为表示实施例 1~9 中 PL 的  $\alpha$  值与 LED 合格品获得率之间相关性的曲线。

#### 符号说明

1 n 型 GaN 自立基板

10 InGaN 系活性层

11 InGaN 井层

12 GaN 阻挡层

21 p 型 AlGaN 包覆层

22 p 型 GaN 接触层

24 n 侧电极

25 p 侧电极

#### 具体实施方式

左右形成于 GaN 自立基板上的光装置的合格品获得率的基板特性可列举表面平坦度、结晶品质等，为提高合格品获得率需要良好的平坦度和结晶品质。但是，与各自测定这些基板特性，调查各自对应的合格品获得率相比，测定 PL 强度比要更容易。

本实施方案中，把激光入射到 GaN 自立基板，从 GaN 自立基板观察发光强度，具体来说关注 GaN 自立基板自身的表面和背面频带端发光（峰波长 365nm）峰的 PL（Photo Luminescence，光致发光）强度比。

PL 强度由基板表面的加工破损层、基板的载体浓度及结晶缺陷左右。如果膜中存在加工变形或结晶缺陷，频带端发光强度就会增强或减弱。例如，膜中的结晶缺陷或杂质会在频带间隙中形成能级，增加结晶中的载流子密度。因此，当激发光源为相同功率密度时，载流子密度越大 PL 强度越增加。

GaN 自立基板为，由 MOVPE 法在蓝宝石基板上形成 GaN 层，进行降低转位的 ELO 技术等后，由 HVPE 法增加膜厚。然后，去除蓝宝石基板，成为 GaN 自立基板。从而 GaN 自立基板中的缺陷密度沿着生长方向（表面侧）减少。即，背面侧的结晶品质比表面差。结晶缺陷，如晶格的周期性以线形偏离的转位是，由于偏离而晶格受到应力。如果该应力在表面和背面不同，则还会成为弯曲的原因。已知这种结晶缺陷在频带间隙中会制造发光点。即在基板的背面侧，从结晶品质角度来说 PL 测定频带端发光峰强度减少。但是，在生长初始界面，杂质原子倾向于多于表面，杂质原子浓度在厚度方向偏析。因此，基板背面侧与表面相比，PL 强度倾向于增大。

如果 GaN 自立基板表面的任意测定位置的 PL 测定的频带端峰的发光强度  $N_1$  与对应于表面测定位置的同一基板上的背面侧的频带端峰的发光强度  $N_2$  的强度比  $\alpha$  处于给定范围之外，则装置的合格品获得率差。从后述的实施例的结果也可以知道，如果处于  $\alpha < 1$ ，优选  $0.1 \leq \alpha \leq 0.5$  范围，则装置的合格品获得率优异。

自立基板是指可保持自身形状，具有能够在操作时不产生不良情况程度的强度的基板。为了具备这种强度，自立基板的厚度优选为大于等于  $200\mu\text{m}$ 。并且考虑形成元件后的劈开容易性等，自立基板的厚度优选为小于等于  $1\text{mm}$ 。如果超过  $1\text{mm}$  则难以劈开而在劈开面产生凹凸，其结果如用于半导体激光等时，因反射损失而引起装置特性变差的问题。

### 实施例

#### GaN 自立基板的制作

由以下方法制作 GaN 自立基板。

首先，在  $\Phi 2$  英寸 C 面蓝宝石基板上，由 HVPE 法将 GaCl、氮气、氢气、氨气混合气体吹到加热至大于等于  $1000^\circ\text{C}$  的蓝宝石基板上，生长约  $330\mu\text{m}$  的 GaN 单晶层。生长的 GaN 层的表面为 C 面的镓面。

该 GaN 层掺杂了 n 型杂质。

接着，为了把 GaN 厚膜层作为自立基板，用 BN 或金刚砂粒度尺寸大（粒度在 100 号段至 600 号段）的材料粗加工蓝宝石基板，进一步用 BN 或金刚砂粒度尺寸小的粒度（粒度为大于等于 1000 号段）细心研磨，去除蓝宝石基

板。由此，基板背面被研磨成镜面。接着用前述方法研磨基板表面，基板表面也与背面同样研磨成镜面。表 1 表示了研磨自立基板时使用的研磨材料。

表 1 研磨自立基板时使用的研磨材料

	研磨材料的材质（粒度）
粗加工	BN、金刚砂（粒度 100~600 号段）
镜面加工	金刚砂（粒度为大于等于 2000 号段）

本实施例中制作具有 9 种特征的 n 型 GaN 自立基板（1 号~9 号），调查各自的 LED 装置的合格品获得率和 PL 测定的  $\alpha$  值之间的关系。为了制作具有各自特征的 GaN 自立基板，在 GaN 自立基板的表面和背面两侧的研磨工序中变化研磨条件来制作。例如，对于基板背面（N 面）平坦性差的基板，在镜面加工工序中如用粒度小于等于 1000 号段的金刚砂研磨材料研磨就会成为平坦度差的基板。同样，对于基板表面平坦性差的基板，在镜面加工工序中用金刚砂研磨材料粒度小的材料研磨来制作。为了赋予基板厚度大于等于  $10\mu\text{m}$  的误差，在表面和背面的一方或双方的研磨工序中采用不均匀的加重荷重进行研磨来制作。为了制作缺陷密度高的基板，由 HVPE 法将 GaCl、氮气、氢气、氨气混合气体吹到加热至大于等于  $1000^{\circ}\text{C}$  的蓝宝石基板上生长 GaN 厚膜层时，变化 GaCl 与氨气的比例（V/III 比）、生长温度来制作结晶缺陷（贯通转位）在  $10^8\sim10^9 (\text{cm}^{-2})$  的 GaN 自立基板。

### PL 曲线的测定

接着，用 He-Cd 激光（波长：325nm）在室温测定具有 9 种特征的 GaN 自立基板的 PL 曲线。

本测定中，对于具有各特征的每一个基板求出基板表面的 GaN 频带端发光（峰波长 365nm）的发光强度  $N_1$  与对应于同一位置的背面的 PL 测定的 GaN 频带端发光强度  $N_2$  之比  $\alpha=N_1/N_2$ 。把基板中央与周边部分 4 个点共计 5 个点的平均作为测定值。实施例 1~实施例 9 中，只要处于同一基板内，则与测定位置无关， $\alpha$  获得了几乎相同的值。

### LED 构造的制作

参照图 1 说明使用所述各基板的 LED 的制造方法。

制造 LED 构造时使用 MOVPE 法。LED 构造是 InGaN 等的多重量子井层。

有机金属原料可使用三甲基镓 (TMG)、三甲基铝 (TMA)、三甲基铟 (TMI)、二茂镁 ( $Cp_2Mg$ )。气体原料使用氨气 ( $NH_3$ )、硅烷 ( $SiH_4$ )。载流子气体使用氢气和氮气。

首先，在所述具有 9 种特征的 n 型 GaN 自立基板 1 上，形成作为活性层的具有由 3 层厚度 3nm 的  $In_{0.15}Ga_{0.85}N$  井层 11 和 4 层厚度 10nm 的 GaN 阻挡层 12 构成的多重量子井构造 (MQW) 的 InGaN 系活性层 10。此时，在形成各自井层 11 和阻挡层 12 后中断生长。其上部依次形成 p 型  $Al_{0.1}Ga_{0.9}N$  包覆层 21、p 型 GaN 接触层 22。还有，n 型 GaN 自立基板 1 的背面形成由 Ti/Al 构成的 n 侧电极 24。进一步，在 p 型 GaN 接触层 22 上形成 p 侧电极 25。

由此，获得图 1 所示构造的 LED。

接着，评价除了基板周边 2mm 区域的基板面内的 LED 芯片的合格品获得率。决定芯片的合格品获得率的因素包括光刻工艺中的物理性因素，发光辉度的误差，发光波长的误差，驱动电压的误差，耐压的误差，元件寿命等各种因素，这里则定义为综合它们的合格品获得率。

### 实施例 1

1 号基板的背面粗糙度为大于等于  $1\mu m$ 。1 号基板的表面和背面为镜面。出于去除镜面研磨后加工变形的目的，对表面进行湿式刻蚀。湿式刻蚀的刻蚀剂使用磷酸。刻蚀条件为  $240^{\circ}C$ 、2 小时。由 XRD 测定确认 1 号基板表面没有发生加工变形。1 号基板的基板背面平坦性差，由表面落差计测定的结果平均粗糙度为大于等于  $1\mu m$ 。表面的平坦度为几个纳米。该背面平坦度差的 1 号基板的  $\alpha$  值为 0.01。由前述方法在 1 号基板上制作 LED 并测定合格品获得率的结果，LED 装置的合格品获得率为 25%。

### 实施例 2

2 号基板的表面存在加工变形。生长工序与实施例 1 相同。基板研磨工序条件与表 1 相同。基板表背面镜面研磨后没有进行湿式刻蚀，因此基板表面存在研磨引起的加工变形。基板表背面的平坦度为几个纳米左右。

图 2 表示了该实施例的镜面研磨后的 GaN 自立基板的表面和背面的 PL 光谱。从该图中也可以知道，波长 365nm 处的背面侧 PL 强度为  $1.4 \times 10^6$  (a.u.)、表面侧 PL 强度为  $0.18 \times 10^6$  (a.u.)，强度比  $\alpha$  为 0.13。

用前述方法在 2 号基板上制作 LED 并测定合格品获得率的结果, LED 装置的合格品获得率为 65%。

### 实施例 3

3 号基板是把生长 GaN 厚膜时的生长温度从 1000℃降至 900℃来生长。生长温度以外的基板生长工序的条件与实施例 1 相同。基板研磨工序的条件与表 1 相同。3 号基板在进行表背面镜面研磨后进行湿式刻蚀处理。对湿式刻蚀后表面进行 XRD (X 射线衍射) 测定的结果, 从 XRD 估计的转位要比在以往生长条件制作的 GaN 自立基板大 1.5 倍程度。3 号基板的基板表背面的平坦度为几个纳米左右。3 号基板的  $\alpha$  值为 0.2。用前述方法在 3 号基板上制作 LED 并测定合格品获得率的结果, LED 装置的合格品获得率为 77%。

### 实施例 4

4 号基板中表背面镜面研磨后面内存在平均大于等于  $10\mu\text{m}$  的膜厚差。基板研磨工序的条件与表 1 相同。基板研磨工序除了在基板表背面镜面研磨时改变加工压力的平衡进行研磨以外, 研磨工序条件与表 1 相同。因表背面镜面研磨后进行了湿式刻蚀处理, 所以基板表面没有加工变形。基板表背面的平坦度为几个纳米左右。4 号基板的  $\alpha$  值为 0.39。用前述方法在 4 号基板上制作 LED 并测定合格品获得率的结果, LED 装置的合格品获得率为 78%。

### 实施例 5

5 号基板是基板表面平坦度为几个纳米的良好的基板。基板生长工序的条件与实施例 1 相同。基板研磨工序的条件与表 1 相同。因镜面研磨基板表背面后进行了湿式刻蚀处理, 所以表面没有加工变形。5 号基板的  $\alpha$  值为 0.49。用前述方法在 5 号基板上制作 LED 并测定合格品获得率的结果, LED 装置的合格品获得率为 82%。

### 实施例 6

6 号基板是降低 HVPE 原料气体纯度来生长 GaN 厚膜的基板。降低原料气体纯度以外的其他生长工序的条件与表 1 相同。基板研磨工序的条件与表 1 相同。对 6 号基板进行 XRD 测定的结果, 从 XRD 估计出的转位与以往相比为相同程度。因镜面研磨基板表背面后进行了湿式刻蚀处理, 所以基板表面没有加工变形。基板表背面的平坦度为几个纳米左右。6 号基板的  $\alpha$  值为

0.77。用前述方法在 6 号基板上制作 LED 并测定合格品获得率的结果，LED 装置的合格品获得率为 49%。

### 实施例 7

7 号基板是基板表面平坦度为几百个纳米的不好的基板。虽然该基板的基板生长工序与实施例 1 相同，但在基板研磨工序的表面镜面研磨时把所用金刚砂研磨材料的粒度降低至 1000 号段来研磨。其他研磨工序的条件与表 1 相同。因镜面研磨后在基板表面进行了湿式刻蚀处理，所以基板表面没有加工变形。基板背面的平坦度为几个纳米，7 号基板的  $\alpha$  值为 0.98。用前述方法在 7 号基板上制作 LED 并测定合格品获得率的结果，LED 装置的合格品获得率为 47%。

### 实施例 8

8 号基板是基板表面平坦度为几个微米的表面粗糙度比实施例 7 还差的基板。虽然该基板的基板生长工序与实施例 1 相同，但在研磨工序的基板表面镜面研磨时把所用金刚砂研磨材料的粒度降低至 800 号段。其他研磨工序的条件与表 1 相同。因镜面研磨后在基板表面进行了湿式刻蚀处理，所以基板表面没有加工变形。8 号基板的  $\alpha$  值为 1.05。用前述方法在 8 号基板上制作 LED 并测定合格品获得率的结果，LED 装置的合格品获得率为 10%。

### 实施例 9

9 号基板是基板表面残存着研磨痕的基板。对 9 号基板的镜面研磨后的表面进行 AFM (atomic force microscope: 原子力显微镜) 观察的结果，存在多处深度 3nm 程度的刮痕。本实施例中镜面研磨后的湿式刻蚀时间缩短至 1 小时。其他基板生长工序或研磨工序的各条件与表 1 相同。9 号基板的  $\alpha$  值为 1.25。用前述方法在 9 号基板上制作 LED 并测定合格品获得率的结果，LED 装置的合格品获得率为 10%。

图 3 表示实施例 1~9 中 PL 的  $\alpha$  值与 LED 合格品之间的相关性。

虽然左右 LED 芯片的合格品获得率的因素有多种，但如图 3 所示，显示出与 PL 的  $\alpha$  值的良好相关性，可以确认当  $\alpha$  值超过 1 时 LED 芯片的合格品率极其低下。可以知道，为了获得高的 LED 合格品率， $\alpha$  值优选在  $0.1 \leq \alpha \leq 0.5$  范围。

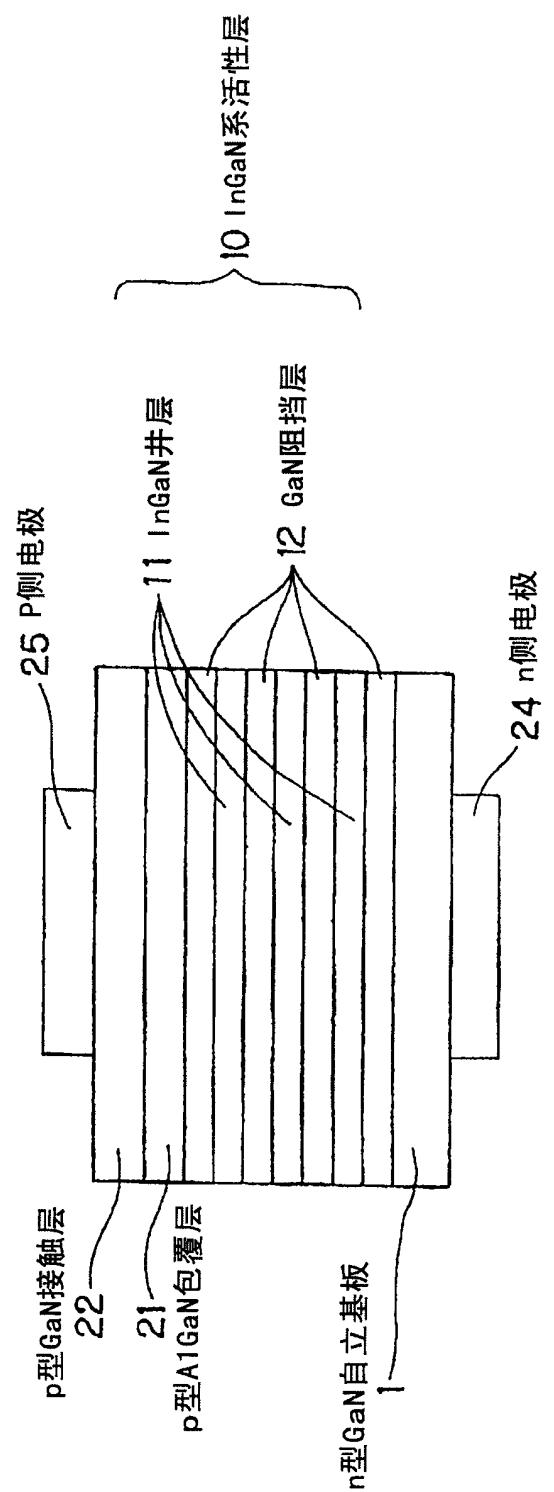


图 1

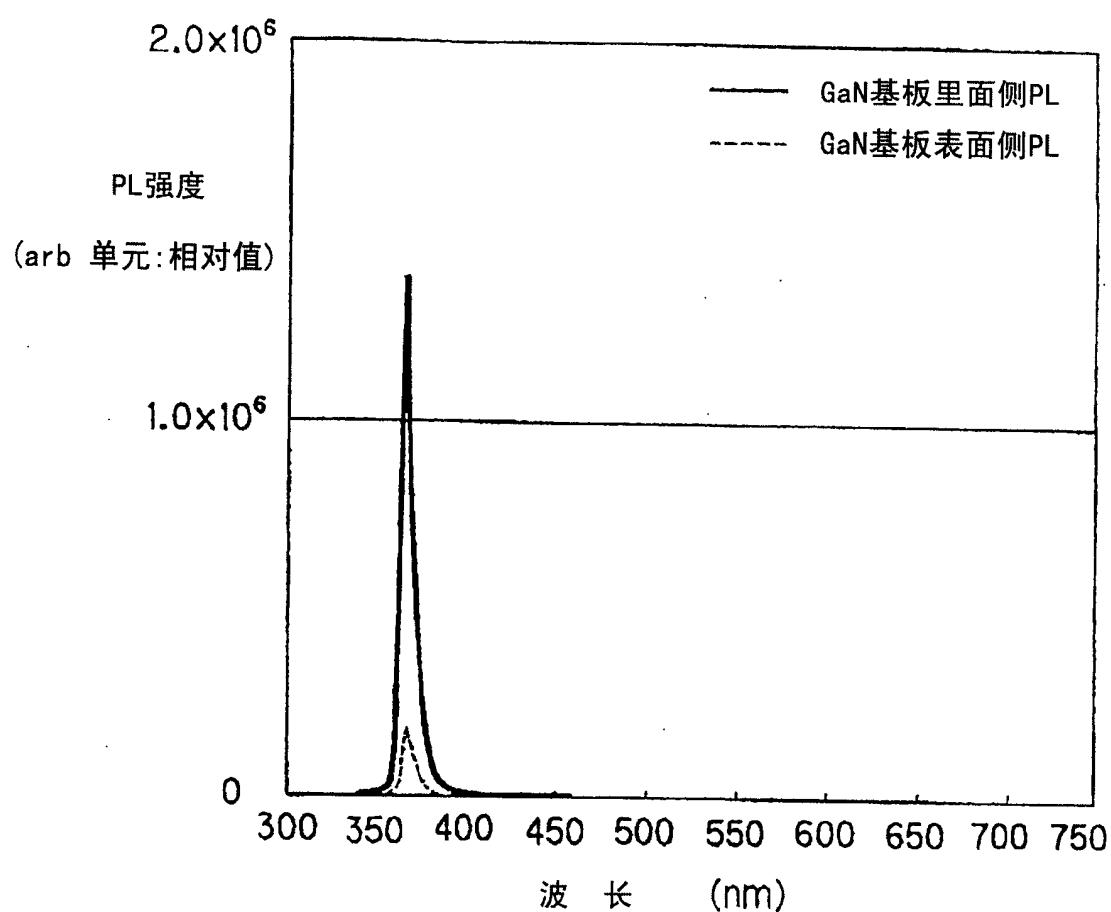


图 2

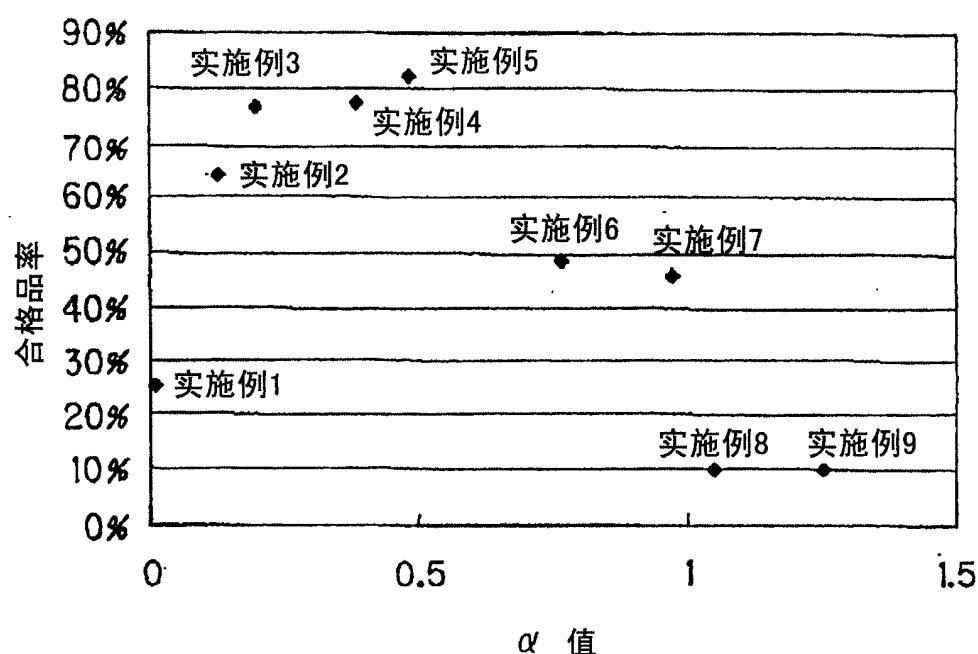


图 3