



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101760772 B

(45) 授权公告日 2012.01.11

(21) 申请号 200910247539.6

JP 2008143778 A, 2008.06.26,

(22) 申请日 2009.12.30

CN 101522962 A, 2009.09.02,

(73) 专利权人 苏州纳维科技有限公司

JP 2007169075 A, 2007.07.05,

地址 215125 江苏省苏州市苏州工业园区独
墅湖高教区若水路 398 号

CN 1289867 A, 2001.04.04,

(72) 发明人 任国强 王建峰 徐科 张永红
杨辉M. Bockowski. Review: Bulk growth of
gallium nitride: changes and difficulties.(74) 专利代理机构 上海翼胜专利商标事务所
(普通合伙) 31218《Cryst. Res. Technol.》. 2007, 第 42 卷 (第 12
期), 1162–1175.

代理人 翟羽

M. callahan, etc. GaN single crystals
grown on HVPE seeds in alkaline
supercritical ammonia. 《Journal of Materials
Science》. 2006, 第 41 卷 (第 5 期), 1399–1407.

(51) Int. Cl.

审查员 马泽宇

C30B 9/06 (2006.01)

C30B 29/38 (2006.01)

(56) 对比文件

WO 2009108700 A1, 2009.09.03,

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 2 页

CN 101163540 A, 2008.04.16,

CN 101437987 A, 2009.05.20,

JP 4229624 B2, 2009.02.25,

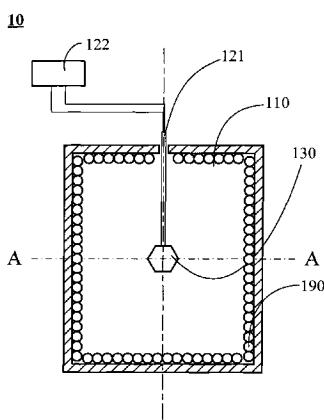
(54) 发明名称

一种用于氨热法生长氮化物的反应装置

(57) 摘要

一种用于氨热法生长氮化物的反应装置，包括反应釜、加热装置、氮化物籽晶和前驱体，所述加热装置包括热源与控制器，其中热源用于提高反应釜内的温度，控制器用于控制热源的温度，所述热源设置在反应釜内，并与反应釜的侧壁分离；所述氮化物籽晶在热源的周围，或者固定在热源的表面。所述前驱体位于反应釜内壁的表面。本发明的优点在于，通过调整反应釜中热源和籽晶的设置方式，在反应釜内获得一个从中心向四周分布的温度梯度场，而籽晶恰好在该温度梯度场中温度最高的地方。由于氮化物在碱性矿化剂的液氨溶液中溶解度温度系数为负值，易在高温区析出，因此上述设置有利用氮化物在籽晶表面成核生长，而避免在反应釜侧壁上成核结晶，从而提高氨热法的反应速度。

B
CN 101760772



1. 一种用于氨热法生长氮化物的反应装置，包括反应釜、加热装置、氮化物籽晶和前驱体，所述加热装置包括热源与控制器，其中热源用于提高反应釜内的温度，控制器用于控制热源的温度，其特征在于：

所述热源设置在反应釜内，并与反应釜的侧壁分离；

所述氮化物籽晶固定在热源的表面；

所述前驱体位于反应釜内壁的表面。

2. 根据权利要求 1 所述的用于氨热法生长氮化物的反应装置，其特征在于，所述反应釜为对称形状，并具有至少一个多重对称旋转轴。

3. 根据权利要求 2 所述的用于氨热法生长氮化物的反应装置，其特征在于，所述反应釜的形状选自于圆柱体、多边形棱柱体和球体中的一种。

4. 根据权利要求 2 或 3 所述的用于氨热法生长氮化物的反应装置，其特征在于，所述热源为一加热棒，所述加热棒安放于反应釜的对称旋转轴位置处，加热棒的一端延伸出反应釜之外，并与控制器电气连接，另一端终止于反应釜的对称旋转轴的中心点。

5. 根据权利要求 4 所述的用于氨热法生长氮化物的反应装置，其特征在于，所述氮化物籽晶设置在反应釜的对称旋转轴的中心点，固定在加热棒位于反应釜内的端点上。

6. 根据权利要求 1 所述的用于氨热法生长氮化物的反应装置，其特征在于，所述热源为一电磁耦合体，吊装于反应釜对称旋转轴的中心点，控制器通过电磁耦合的方法加热所述热源。

7. 根据权利要求 6 所述的用于氨热法生长氮化物的反应装置，其特征在于，所述氮化物籽晶包裹在电磁耦合体的周围。

8. 根据权利要求 1 所述的用于氨热法生长氮化物的反应装置，其特征在于，所述氮化物选自于 AlN、GaN、InN、AlGaN 和 InGaN 中的一种。

9. 根据权利要求 1 所述的用于氨热法生长氮化物的反应装置，其特征在于，所述前驱体为 GaN、AlN、InN、AlGaN、InGaN 多晶及 Ga、Al 和 In 单质中的一种。

一种用于氨热法生长氮化物的反应装置

【技术领域】

[0001] 本发明涉及半导体材料领域，尤其涉及一种用于氨热法生长氮化物的反应装置。

【背景技术】

[0002] 以GaN为代表的氮化物正越来越成为光电子和微电子领域的常见半导体材料，而目前氮化物衬底的缺陷密度过高这一事实严重制约了器件性能的提高。随着氮化物器件产业化的不断深入，低成本、优质的氮化物体单晶的生长已经逐渐成为整个产业链发展的瓶颈。因此，生产大尺寸、低缺陷密度的氮化物体单晶具有极重要的意义。

[0003] 目前GaN晶体生长方法主要有：高压氮气溶液法、HVPE、MOCVD、氨热法以及液相外延方法等。而氨热法以其成本低的优势，被认为是最容易实现量产的方法。

[0004] 氨热法的基本原理是利用金属单质或者金属氮化物作为晶体生长的原料，利用金属氮化物在液态NH₃中的溶解度随温度变化的特性，通过引入籽晶，实现氮化物晶体从液氨向籽晶表面析出，从而得到大尺寸的氮化物晶体。

[0005] 正如上面所述的，氨热法是利用溶解度随温度变化的特性而实现氮化物晶体的析出，而在生产中发现，大量的氮化物晶体不是像人们希望的那样在籽晶表面析出，而是在反应釜的侧壁上析出，这一现象导致氮化物生长速率显著降低，这也成为目前制约氨热法实现量产的重要因素之一。

【发明内容】

[0006] 本发明所要解决的技术问题是，提供一种用于氨热法生长氮化物的反应装置，能够解决氮化物晶体在反应釜侧壁上析出的问题，从而提高反应速度，为氨热法的量产扫除障碍。

[0007] 为了解决上述问题，本发明提供了一种用于氨热法生长氮化物的反应装置，包括反应釜、加热装置、氮化物籽晶和前驱体，所述加热装置包括热源与控制器，其中热源用于提高反应釜内的温度，控制器用于控制热源的温度，所述热源设置在反应釜内，并与反应釜的侧壁分离；所述氮化物籽晶包裹在热源的周围，或者固定在热源的表面；所述前驱体位于反应釜内壁的表面。

[0008] 作为可选的技术方案，所述反应釜为具有至少一多重对称旋转轴的对称形状，所述反应釜的形状选自于圆柱体、多边形棱柱体和球体中的一种。所谓多重对称旋转轴，是指物体沿该轴旋转一定角度(360°/N, N是大于1的整数)之后仍能和旋转前完全重合。对于圆柱体而言，通过上下底面圆心的轴为对称旋转轴；对于多边形棱柱而言，通过上下底面中心的轴为对称旋转轴，棱柱沿着该轴旋转一定角度(视底面形状而定)之后，与旋转前是完全重合的；而对于球体而言，任何通过球心的轴都是对称旋转轴。如果反应釜是具有多重对称旋转轴的对称形状，例如圆柱体或者球体等，则将加热装置置于反应釜的旋转轴上，就能够在反应釜内获得从中心向四周均匀分布的温度梯度，因此是一种优选的技术方案。

[0009] 例如作为可选的技术方案，所述热源可为一加热棒，所述加热棒安放于反应釜的

对称旋转轴位置处，加热棒的一端延伸出反应釜之外与控制器电学连接，另一端中止于反应釜的对称旋转轴的中心点，所述氮化物籽晶设置在反应釜的对称旋转轴的中心点，固定在加热棒位于反应釜内的端点处。这样就能够在反应釜内获得一个从中心向四周分布的温度梯度场，而籽晶恰好在该温度梯度场中温度最高的地方。由于金属氮化物在液氨溶液中的析出特性是在高温区析出，因此上述设置有利用金属氮化物在籽晶表面析出，而避免在反应釜侧壁上析出。

[0010] 作为可选的技术方案，所述热源还可以为一电磁耦合体，吊装于反应釜对称旋转轴的中心点，控制器通过电磁耦合的方法加热所述热源，而所述氮化物籽晶包裹在电磁耦合体的周围。上述设置同样可在反应釜内获得一个从中心向四周分布的温度梯度场，而籽晶恰好在该温度梯度场中温度最高的地方。

[0011] 所述氮化物选自于 AlN、GaN、InN、AlGaN 和 InGaN 中的一种，也可以是由 Al、Ga 和 In 等各种金属构成的具有各种常见原子数配比的三元甚至多元化合物。

[0012] 本发明的优点在于，通过调整反应釜中热源和籽晶的设置方式，在反应釜内获得一个从中心向四周分布的温度梯度场，而籽晶恰好在该温度梯度场中温度最高的地方。由于氮化物在碱性矿化剂的液氨溶液中溶解度温度系数为负值，易在高温区析出，因此上述设置有利用氮化物在籽晶表面成核生长，而避免在反应釜侧壁上成核结晶，从而提高氨热法的反应速度。

【附图说明】

[0013] 附图 1 与附图 2 是本发明第一具体实施方式所述反应装置的结构示意图；

[0014] 附图 3 是本发明第二具体实施方式所述反应装置的结构示意图。

【具体实施方式】

[0015] 下面结合附图对本发明提供的用于氨热法生长氮化物的反应装置的具体实施方式做详细说明。

[0016] 首先结合附图给出本发明的第一具体实施方式。

[0017] 附图 1 所示是本具体实施方式所述反应装置 10 的纵剖面结构示意图，附图 2 是附图 1 沿着 AA 方向的横剖面结构示意图。结合附图 1 与附图 2，所述 10 包括：反应釜 110、加热装置、氮化物籽晶 130 以及前驱体 190。

[0018] 所述反应釜 110 为圆柱体。

[0019] 所述加热装置包括热源 121 与控制器 122，本具体实施方式中，所述热源 121 为一加热棒，所述加热棒内部设置有可发热的电阻丝。所述加热棒安放于圆柱形反应釜 110 的对称旋转轴位置处，加热棒的一端延伸出反应釜 110 之外与控制器 122 电学连接，另一端中止于圆柱形反应釜 110 的对称旋转轴的中心点。

[0020] 所述控制器 122 包括为电阻丝提供能量的电源以及电源控制器等。热源 121 用于提高反应釜 110 内的温度，控制器 122 用于控制热源的温度，所述热源 121 设置在反应釜 110 内，并与反应釜 110 的侧壁分离。

[0021] 所述氮化物籽晶 130 固定在热源 121 位于反应釜 110 内的端点处。

[0022] 上述反应装置 10 用于氨热法生长氮化物。由于形状为加热棒式的热源 121 设置

在反应釜 110 内部,因此反应釜内的温度梯度是从釜壁向中心逐渐升高的。根据氮化物生长所需的原料(或称之为前驱体,通常为金属氮化物)在液态 NH₃ 中的溶解度随温度变化的特性,前驱体 190 放置在反应釜 110 内四周靠外的位置,由于氮化物低温溶解度高,从而导致了反应釜 110 内四周氮化物前驱体浓度比中心高温区氮化物的结晶浓度高,这样就与中心氮化物籽晶 130 所在位置形成了一定的浓度梯度,使得原料可以不断地由前驱体 190 向氮化物籽晶 130 传质,氮化物籽晶 130 可以持续生长成大晶体。

[0023] 所述前驱体 190 为 GaN、AlN、InN、AlGaN、InGaN 多晶及 Ga、Al 和 In 单质中的一种。

[0024] 上述生长机理的优点在于,对于前驱体的液氨饱和溶液而言,前驱体会在温度高的区域析出。因此上述装置在生长过程中,能够控制金属氮化物晶体在氮化物籽晶 130 的表面析出,而不是在反应釜 110 的侧壁析出。

[0025] 本具体实施方式中,所述反应釜 110 的外侧还可以环绕设置一辅助加热装置(图中未示出),保证反应釜 110 的温度在反应所需要的范围内,但是所述辅助加热装置的设置应当以不使反应釜侧壁的温度高于中心部分为宜。

[0026] 以上装置尤其适用于 GaN、AlN 以及 InN 晶体的生长。

[0027] 接下来结合附图给出本发明的第二具体实施方式。

[0028] 附图 3 所示是本具体实施方式所述反应装置 20 的纵剖面结构示意图,所述反应装置 20 包括:反应釜 210、加热装置、氮化物籽晶 230 和前驱体 290。

[0029] 所述反应釜 210 为圆柱体。所述反应釜的内壁还可以设置铂金网(图中未示出)。

[0030] 所述加热装置包括热源 221 与控制器 222,本具体实施方式中,所述热源 221 为一电磁耦合体,通过吊索 240 吊装于反应釜 210 对称旋转轴的中心点。控制器 222 通过电磁耦合的方法加热所述热源 221。具体的说,控制器 222 包括一微波发生装置,通过向反应釜 210 内部辐射能被热源 221 选择性吸收的电磁波,以达到加热热源 221 的目的。

[0031] 热源 221 被加热之后,提高了反应釜 210 内的温度。所述氮化物籽晶 230 包裹在热源 221 的周围。很明显,对于上述反应装置 20 而言,温度的分布是由热源向反应釜 210 四壁的前驱体 290 逐渐降低的。前一具体实施方式已经提到了,对于金属氮化物的液氨饱和溶液而言,金属氮化物会在温度高的区域析出,因此金属氮化物晶体将不断地由前驱体 290 向氮化物籽晶 230 传质,因此氮化物籽晶 230 可以持续生长成大晶体。

[0032] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员,在不脱离本发明原理的前提下,还可以做出若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。

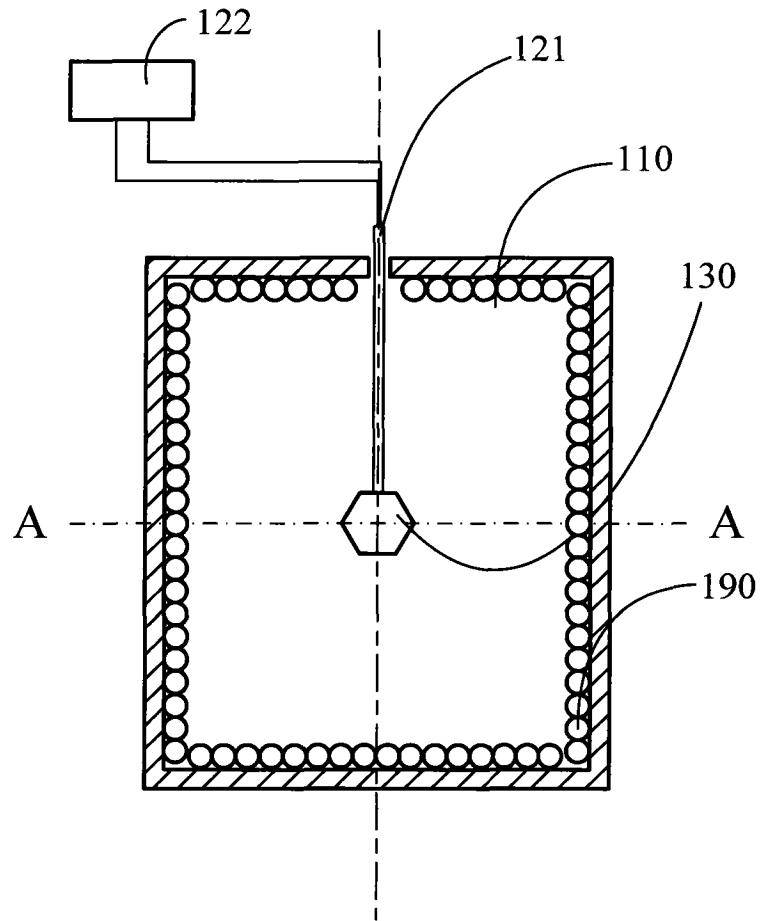
10

图 1

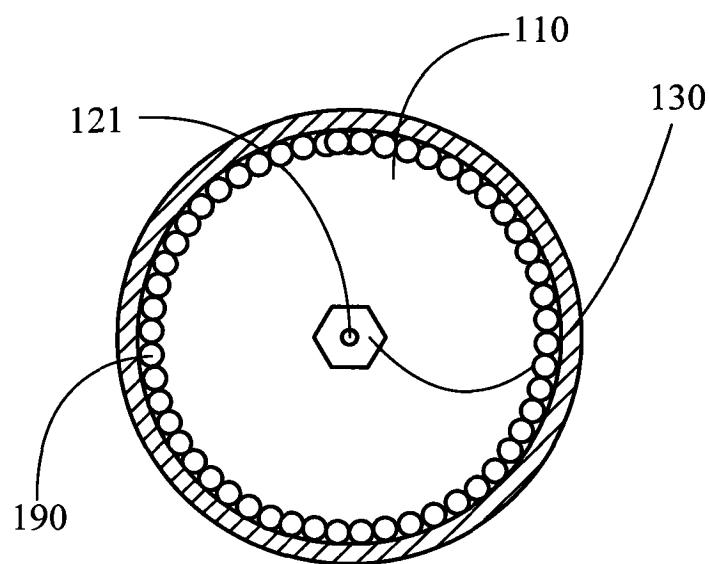
10

图 2

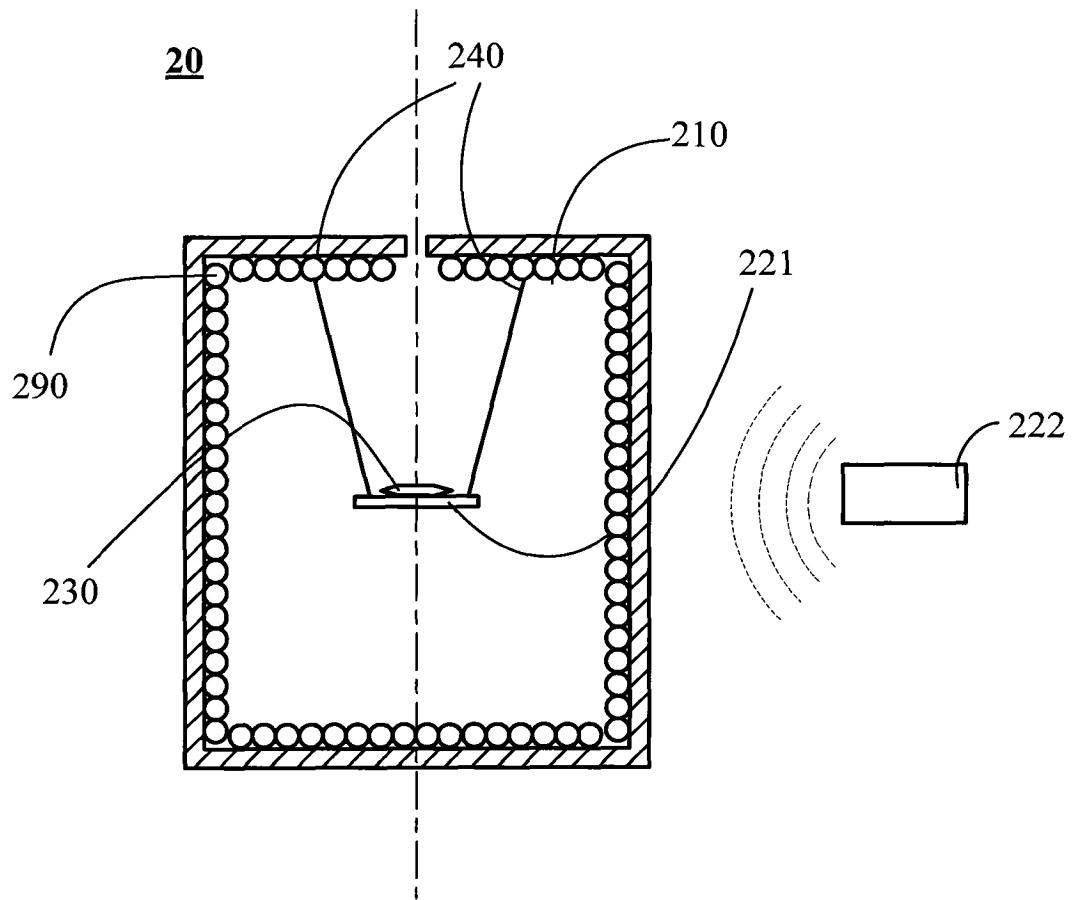


图 3