



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102856442 B

(45) 授权公告日 2015. 07. 22

(21) 申请号 201110174926. 9

(22) 申请日 2011. 06. 27

(73) 专利权人 山东华光光电子有限公司

地址 250101 山东省济南市高新区天辰大街  
1835 号

(72) 发明人 邵慧慧 徐现刚 曲爽 王成新  
李树强

(74) 专利代理机构 济南金迪知识产权代理有限  
公司 37219

代理人 许德山

(51) Int. Cl.

H01L 33/00(2010. 01)

B23K 26/402(2014. 01)

(56) 对比文件

US 2008/0305571 A1, 2008. 12. 11, 说明书第  
23-37 段以及附图 2-9.

US 2008/0305571 A1, 2008. 12. 11, 说明书第

23-37 段以及附图 2-9.

CN 101582479 A, 2009. 11. 18, 权利要求 5、  
权利要求 10-11 以及附图 1-2.

CN 101740677 A, 2010. 06. 16, 全文.

CN 102760794 A, 2012. 10. 31, 说明书第  
5-40 段以及附图 1-3.

审查员 苍凯

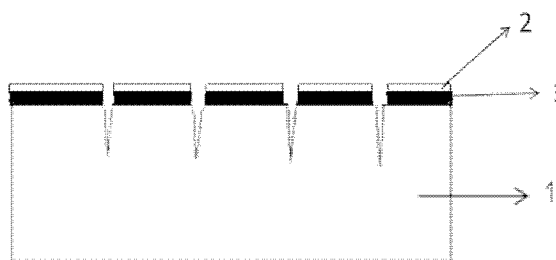
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一种提高蓝宝石衬底氮化镓外延层均匀性的  
方法

(57) 摘要

本发明涉及一种提高蓝宝石衬底氮化镓外延层均匀性的方法,主要是采用激光在蓝宝石衬底正面或背面激光划片,划出 0.1mil×0.1mil ~ 100mil×100mil 的正方形图形,然后利用光刻在正方形区域内做出圆形图形,直径 2μm ~ 3μm,制备出蓝宝石图形衬底,再通过 MOCVD 生长 GaN-LED,该方法减少 GaN 生长过程中产生的应力,提高了生长的均匀性。另外,此方法生长完 GaN-LED 后,制备出管芯可以直接裂片,减少一步划片裂片工艺,节省工艺制备时间,提高效率。激光划出的槽面可以增加管芯出光。



1. 一种提高蓝宝石衬底氮化镓外延层均匀性的方法,步骤如下:

(1)将蓝宝石衬底装入激光划片机中;固定蓝宝石衬底在蓝膜上,通过真空模式吸附在设备底座上;通过 1.3W 激光将蓝宝石衬底正面划上 10mil×10mil 的正方形图形,划痕深度 5 μm、宽度 1 μm;

(2)在蓝宝石正面上,蒸镀一层 200nm 厚的 SiO<sub>2</sub>掩膜;在掩膜层上涂上一层光刻胶,利用光刻胶将 2 μm 圆形图形转移到 10mil×10mil 的正方形图形区域掩膜层上,利用光刻对版进行曝光,曝光时间 20 秒,显影 60 秒后,显影液为碱性溶液;烘烤 30 分钟,腐蚀或刻蚀掩膜层,按常规方法去掉光刻胶,去离子水清洗完,形成规则的掩膜图形;

(3)将步骤(2)制得的衬底利用现有湿法刻蚀技术进行刻蚀,刻蚀完成后,利用氢氟酸溶液去除掩膜,通过丙酮、乙醇,去离子水清洗即得到所需的蓝宝石图形衬底;

(4)将上述制备好的蓝宝石图形衬底通过 MOCVD 生长 GaN,用于制备 LED。

2. 一种提高蓝宝石衬底氮化镓外延层均匀性的方法,步骤如下:

(1)将蓝宝石衬底装入激光划片机中;固定蓝宝石衬底在蓝膜上,通过真空模式吸附在设备底座上;通过 1.3W 激光将蓝宝石背面划上 20mil×20mil 的正方形图形,划痕深度 7 μm、宽度 2 μm;

(2)在蓝宝石正面上,蒸镀一层 300nm 厚的 SiN 掩膜;在掩膜层上涂上一层光刻胶,利用光刻胶将 2.5 μm 圆形图形转移到 20mil×20mil 的正方形图形区域掩膜层上,利用光刻对版进行曝光,曝光时间 20 秒,显影 60 秒后,显影液为碱性溶液;烘烤 30 分钟,腐蚀或刻蚀掩膜层,按常规方法去掉光刻胶,去离子水清洗完,形成规则的掩膜图形;

(3)将步骤(2)制得的衬底利用现有干法刻蚀技术进行刻蚀,采用 BCl<sub>3</sub>和 Cl<sub>2</sub>气体刻蚀,刻蚀完成后,利用氢氟酸溶液去除掩膜,通过丙酮、乙醇,去离子水清洗即得到所需的蓝宝石图形衬底;

(4)将上述制备好的蓝宝石图形衬底通过 MOCVD 生长 GaN,用于制备 LED。

## 一种提高蓝宝石衬底氮化镓外延层均匀性的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种提高蓝宝石图形衬底上生长 GaN 外延层均匀性的方法,属于光电子技术领域。

### 背景技术

[0002] 对于 GaN 基发光二极管 (GaN-LED) 来说,衬底材料的翘曲问题以及生长外延层的均匀性是广大人们关注的对象;目前常用衬底材料有蓝宝石、Si、SiC。通常,GaN 基材料和器件的外延层主要生长在蓝宝石衬底上,蓝宝石衬底有许多的优点:首先,蓝宝石衬底的生产技术成熟、器件质量较好;其次,蓝宝石的稳定性很好,适合高温生长环境中;第三,蓝宝石的机械强度高,易于处理和清洗。因此,大多都以蓝宝石作为衬底制备 GaN 基 LED。但使用蓝宝石作为衬底也存在一些问题,由于晶格失配和热应力失配,衬底本身翘曲比较明显,生长 GaN 后外延层易裂,影响芯片的制作,给后续的器件加工造成困难。

[0003] 针对蓝宝石衬底的晶格失配和热应力失配问题,目前多采用蓝宝石图形衬底技术 (PSS),一方面 PSS 可以解决由于蓝宝石与 GaN 之间存在较大的晶格失配和热膨胀系数失配,以 a 面为例,蓝宝石衬底晶格常数 3.18,热膨胀系数  $7.5 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ ,GaN 晶格常数 0.47,热膨胀系数  $5.59 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ ;同时 PSS 微型图形结构改变了 GaN 的生长过程,能够抑制缺陷向外延表面延伸,降低了外延的缺陷密度。另一方面,外延 GaN 与蓝宝石衬底的折射率和空气的折射率存在差距,GaN 材料的折射率 2.4 高于蓝宝石衬底折射率 1.7 和空气的折射率 1.0,从 GaN 有源区发出的光到达蓝宝石衬底,当入射角大于临界角时,即发生全反射,经 GaN 材料传播,到 GaN 与空气的界面,GaN 折射率也大于空气的折射率,当入射角大于临界角时,同样会发生全反射现象,这样多次全反射导致 GaN 有源区发出的光在蓝宝石和空气之间经过多次折射而被材料吸收,降低了光的提取效率,PSS 图形结构改变了有源区发出光的传播路线,减小了入射角,减少全反射的机会,增加出光机会,使更多的光经 PSS 结构作用反射出来,提高了光提取效率。虽然 PSS 技术提高了光提取效率,但是却并没有减少生长过程中产生的应力,生长外延层的均匀性并未能因此有所提高。

[0004] 中国专利文件 CN1294649 公开了一种湿法腐蚀蓝宝石图形衬底的方法,包括:在蓝宝石 C 面上蒸镀二氧化硅掩膜层,通过光刻技术刻成条形,然后腐蚀液湿法腐蚀该衬底,最后去除掩膜,得到蓝宝石图形衬底。采用直接形成图形的衬底生长外延层,生长 GaN 基时,穿透位错方向由垂直转为水平,从而减小 GaN 基外延层位错密度,提高外延层晶体质量。但是该方法不能事先释放应力,GaN 生长过程中产生较大的应力,使之翘曲,生长后外延片的均匀性也比较差。此外,使用湿法刻蚀得到二氧化硅的掩膜图形,由于立体感(尺寸)很小,湿法腐蚀的方法很难控制图形的尺寸,而干法刻蚀的成本很高,不利于批量化生产。

### 发明内容

[0005] 本发明针对现有技术存在的问题,提供一种提高蓝宝石平板衬底或图形衬底氮化镓外延层均匀性的方法。

- [0006] 术语解释：
- [0007] MOCVD：金属有机物气相沉积。
- [0008] GaN-LED：GaN 基发光二极管。
- [0009] PSS 图形：Patterned sapphire substrate 蓝宝石图形衬底。
- [0010] 湿法刻蚀：是将刻蚀材料浸泡在腐蚀液内进行腐蚀的技术。本领域常用硫酸与磷酸的混合溶液，在 250-300℃进行腐蚀。
- [0011] 干法刻蚀：使用 ICP（感应耦合等离子体刻蚀）进行刻蚀。
- [0012] 本发明的技术方案如下：
- [0013] 一种提高蓝宝石衬底氮化镓外延层均匀性的方法，包括以下步骤：
- [0014] (1) 利用激光划片机对蓝宝石衬底进行激光划片，用激光在蓝宝石衬底正面或者背面上划出 0.1mil×0.1mil ~ 100mil×100mil 的正方形图形，制得蓝宝石平板衬底。
- [0015] (2) 在所得蓝宝石平板衬底上采用 MOCVD 法生长 GaN 外延层。用于制备 LED。
- [0016] 上述方法中步骤 (1) 中所述正方形图形尺寸优选 10mil×10mil ~ 30mil×30mil。
- [0017] 上述方法中步骤 (1) 中所述激光划片，划痕深度优选 2 μm ~ 10 μm、宽度优选 0.5 μm ~ 5 μm。
- [0018] 上述方法以实施例 1 的蓝宝石衬底正面划片为具体优选方案。
- [0019] 一种提高蓝宝石衬底氮化镓外延层均匀性的方法，包括以下步骤：
- [0020] 1) 利用激光划片机对蓝宝石衬底进行激光划片，用激光在蓝宝石衬底正面或者背面上划出 0.1mil×0.1mil ~ 100mil×100mil 的正方形图形，制得蓝宝石平板衬底。
- [0021] 2) 在步骤 1) 蓝宝石平板衬底正面上，蒸镀一层 100nm ~ 500nm 的 SiN 或 SiO<sub>2</sub> 掩膜；如图 2。在掩膜层上涂一层光刻胶，利用光刻胶将光刻板设计的图形，转移到 0.1mil×0.1mil ~ 100mil×100mil 的正方形图形区域掩膜层上，显影后，剥离掉光刻胶上的掩膜，保留图形上的掩膜，用去离子水清洗，形成规则的掩膜图形，如图 3；
- [0022] 3) 将步骤 2) 制得的衬底进行刻蚀，得到有掩膜层的蓝宝石图形衬底；再利用氢氟酸溶液腐蚀去除掩膜，冲洗、甩干，得到激光划片过的蓝宝石图形衬底；在该激光划片过的蓝宝石图形衬底上采用 MOCVD 法生长 GaN 外延层，用于制备 LED。
- [0023] 正面激光划片制备的蓝宝石图形衬底如图 4 所示；背面激光划片制备的蓝宝石图形衬底，如图 5 所示。
- [0024] 上述方法中步骤 1) 中所述激光划片，划痕深度 2 μm ~ 10 μm、宽度 0.5 μm ~ 3 μm。
- [0025] 上述方法中步骤 1) 中所述正方形图形尺寸优选 10mil×10mil ~ 30mil×30mil。
- [0026] 上述方法中步骤 2) 中所述掩膜图形为圆形，直径为 2 μm ~ 3 μm。
- [0027] 上述方法中步骤 3) 中所述的清洗是先分别在丙酮、乙醇中各超声 10min，再用去离子水冲洗。
- [0028] 上述方法中步骤 2) 中所述的刻蚀按现有技术，湿法刻蚀或干法刻蚀均可。
- [0029] 上述方法以实施例 2、4 为具体优选方案。
- [0030] 在上述激光划片过的蓝宝石平板衬底或图形衬底上用 MOCVD 法生长 GaN 外延层，由于激光划片将蓝宝石衬底应力释放，减少生长过程中产生的应力，提高 GaN 外延层的均匀性。

[0031] 本发明的特点及优良效果如下：

[0032] 1、本发明将蓝宝石衬底用激光划片，所得的蓝宝石平板衬底可以直接用于 MOCVD 法生长 GaN 外延层，由于激光划片能将应力先释放，GaN 生长过程中产生张应力，将衬底向外拉伸，从而减小衬底翘曲度。

[0033] 2、本发明将蓝宝石衬底首先用激光将其划出正方形图形，然后通过蓝宝石图形衬底技术制备出例如圆形图形，然后再生长 GaN 外延层，由于蓝宝石衬底大多数是凹面的，向下翘曲，激光划片划过后，将应力先释放，然后生长 GaN，GaN 生长过程中产生张应力，将衬底向外拉伸，从而减小翘曲度。从而解决了蓝宝石生长 GaN 晶格失配，产生应力较大，外延层容易裂以及均匀性较差的问题。

[0034] 3、本发明的方法蓝宝石衬底生长的 GaN 用于制备 LED，可以在制成管芯后原片上直接裂片，减少后续工艺中的一步裂片工序，节省时间，激光划片过产生的斜面，可以增加管芯出光。

### 附图说明

[0035] 图 1 是通过激光划片制备出的蓝宝石衬底的俯视图。图中横、竖直线为激光划痕。

[0036] 图 2 是在激光划片正方形图形区域内作出 PSS 图形的示意图。仅以一个小方格中的图形示意，是正面看激光划片区域中的 PSS 图形。

[0037] 图 3 是正面激光划片后制作图形衬底掩膜。图 4 是正面激光划片后制作出的图形衬底。

[0038] 图 5 是背面激光划片后在正面按照划片后区域内制作图形衬底。正面刻蚀图形对应着背面激光划槽的区域。

[0039] 其中，1、蓝宝石衬底，2、光刻胶（掩膜图形），3、SiO<sub>2</sub>薄膜，4、蓝宝石图形衬底（PSS 图形）。

### 具体实施方式

[0040] 下面结合实施例对本发明做进一步说明。实施例中使用的激光划片机为本领域常规设备，型号：AS2112，Newwave 公司产。实施例中使用的蓝宝石衬底是台湾晶美 2 英寸衬底。

[0041] 实施例 1：

[0042] 提高蓝宝石平板衬底氮化镓外延层均匀性的方法，步骤如下：

[0043] (1) 将蓝宝石衬底装入激光划片机中；固定蓝宝石衬底在蓝膜上，通过真空模式吸附在设备底座上；通过激光（1.3W）将蓝宝石衬底正面或背面划上 10mil×10mil 的正方形图形，划痕深度 6 μm，正面划片示意图如图 1；

[0044] (2) 在制得的蓝宝石平板衬底正面通过 MOCVD 生长 GaN 外延层，按现有技术制备 LED。

[0045] 实施例 2：

[0046] 提高蓝宝石图形衬底氮化镓外延层均匀性的方法，步骤如下：

[0047] 1) 将蓝宝石衬底装入激光划片机中；固定蓝宝石衬底在蓝膜上，通过真空模式吸附在设备底座上；通过激光（1.3W）将蓝宝石衬底正面划上 10mil×10mil 的正方形图形，见

图 1 ;划痕深度  $5\ \mu\text{m}$ 、宽度  $1\ \mu\text{m}$  ;

[0048] 2) 在蓝宝石正面上,通过蒸镀的方法蒸上一层  $200\text{nm}$  厚的  $\text{SiO}_2$  掩膜 ;在掩膜层上涂上一层光刻胶,利用光刻胶将光刻圆形图形,直径  $2\ \mu\text{m}$ ,转移到  $10\text{mil}\times 10\text{mil}$  的正方形图形区域掩膜层上,利用光刻对版进行曝光,曝光时间 20 秒,显影 60 秒后,显影液为碱性溶液 ;烘烤 30 分钟,腐蚀 (或刻蚀) 掩膜层,按常规方法去掉光刻胶,去离子水清洗完,形成规则的掩膜图形,见图 3 ;

[0049] 3) 将步骤 2) 制得的衬底利用现有湿法刻蚀技术进行刻蚀,即在硫酸与磷酸的混合溶液中于  $250\text{--}300^\circ\text{C}$  进行刻蚀,刻蚀完成后,利用氢氟酸溶液去除掩膜,通过丙酮、乙醇,去离子水清洗即得到所需的蓝宝石图形衬底,见图 4 ;

[0050] 4) 将上述制备好的蓝宝石图形衬底通过 MOCVD 生长 GaN,用于制备 LED。

[0051] 实施例 3 :

[0052] 如实施例 2 所述,所不同的是,只在蓝宝石衬底背面划上  $10\text{mil}\times 10\text{mil}$  的正方形图形。

[0053] 实施例 4 :

[0054] 提高蓝宝石图形衬底氮化镓外延层均匀性的方法,步骤如下 :

[0055] 1) 将蓝宝石衬底装入激光划片机中 ;固定蓝宝石衬底在蓝膜上,通过真空模式吸附在设备底座上 ;通过激光 ( $1.3\text{W}$ ) 将蓝宝石背面划上  $20\text{mil}\times 20\text{mil}$  的正方形图形,划痕深度  $7\ \mu\text{m}$ 、宽度  $2\ \mu\text{m}$  ;

[0056] 2) 在蓝宝石正面上,通过蒸镀的方法蒸上一层  $300\text{nm}$  厚的  $\text{SiN}$  掩膜 ;在掩膜层上涂上一层光刻胶,利用光刻胶将直径  $2.5\ \mu\text{m}$  圆形图形转移到  $20\text{mil}\times 20\text{mil}$  的正方形图形区域掩膜层上,利用光刻对版进行曝光,曝光时间 20 秒,显影 60 秒后,显影液为碱性溶液 ;烘烤 30 分钟,腐蚀 (或刻蚀) 掩膜层,按常规方法去掉光刻胶,去离子水清洗完,形成规则的掩膜图形 ;

[0057] 3) 将步骤 2) 制得的衬底利用现有干法刻蚀技术进行刻蚀,采用  $\text{BCl}_3$  和  $\text{Cl}_2$  气体刻蚀,刻蚀完成后,利用氢氟酸溶液去除掩膜,通过丙酮、乙醇,去离子水清洗即得到所需的蓝宝石图形衬底,见图 4 ;

[0058] 4) 将上述制备好的蓝宝石图形衬底通过 MOCVD 生长 GaN,用于制备 LED。

[0059] 测试实施例 1-4 的蓝宝石图形衬底氮化镓外延层,测试方法采用 X-Ray 摇摆曲线测试 102 半峰宽以及光致发光谱测试 GaN 生长的均匀性,测试数据列于下表 :

[0060]

样品	X-Ray(102) 半宽 (s)	均匀性
实施例 1 正划蓝宝石平板衬底	286	3.3
实施例 2 正划蓝宝石图形衬底	251	3.1
实施例 3 背划蓝宝石图形衬底	284	3.6
实施例 4 背划蓝宝石图形衬底	255	3.5

未经激光划片的蓝宝石图形衬底	326	4.0
----------------	-----	-----

[0061] 说明：未经激光划片的蓝宝石图形衬底，衬底图形化制备方法与实施例 2 相同，只是未进行激光划片。

[0062] 结论：根据以上对比可知，本发明的方法提高了氮化镓外延层生长均匀性和 GaN-LED 质量。

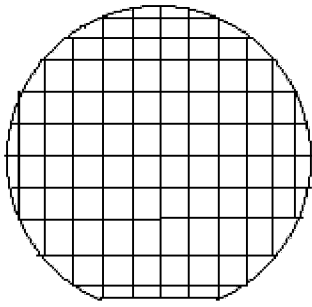


图 1

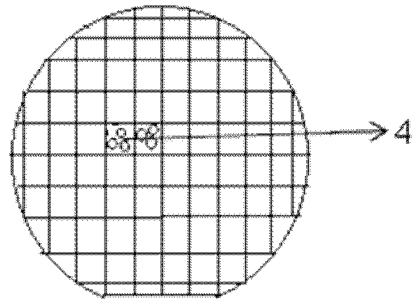


图 2

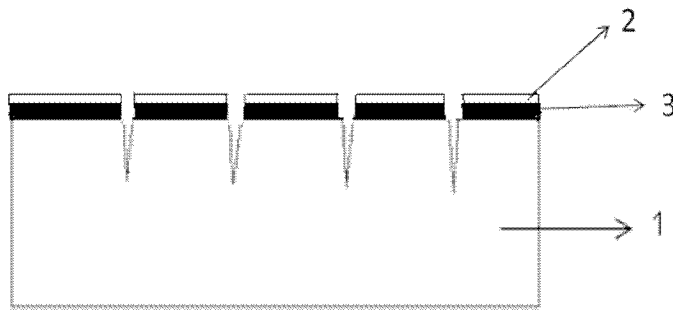


图 3

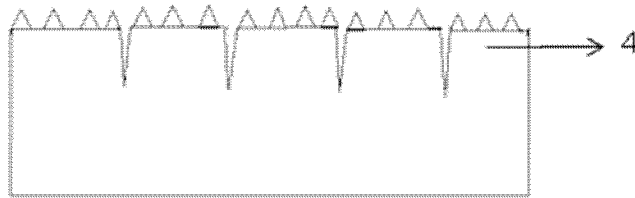


图 4

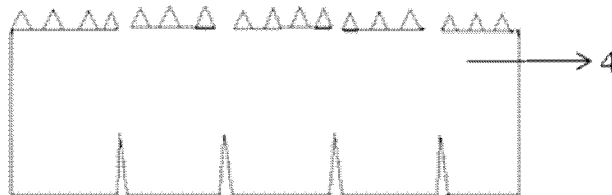


图 5