

文章编号: 1001-3806(2004)01-0029-04

## GaN 基外延膜的激光剥离和 InGaN LD 外延膜的解理

黎子兰<sup>1,2</sup>, 胡晓东<sup>1,2</sup>, 章蓓<sup>1,2</sup>, 陈科<sup>1</sup>, 聂瑞娟<sup>1</sup>, 张国义<sup>1,2</sup>

(1. 北京大学 物理学院 人工微结构和介观物理国家重点实验室, 北京 100871; 2. 北京大学 宽禁带半导体研究中心, 北京 100871)

**摘要:** 利用波长为 248nm 的 KrF 准分子激光器进行了蓝宝石衬底 GaN 外延层剥离。对极薄的 MOCVD 生长的单层 GaN 外延膜(3 $\mu\text{m}$ )和 InGaN LD 外延膜(5 $\mu\text{m}$ )实现了大面积剥离。对剥离蓝宝石衬底背面抛光和未抛光外延片的不同特点作了比较, 激光剥离所需的能量密度阈值分别约为 200mJ/cm<sup>2</sup> 和 300mJ/cm<sup>2</sup>, 优化结果表明, 能量密度分别在 400mJ/cm<sup>2</sup> 和 600mJ/cm<sup>2</sup> 可实现稳定的剥离。同时对剥离后的 InGaN 多量子阱 LD 结构薄膜进行了解理, SEM 观察显示获得的 InGaN LD 腔面平整光滑。基于这种技术可以获得无蓝宝石衬底的 GaN 基光电子和电子器件。

**关键词:** 剥离; GaN; InGaN LD; 解理

**中图分类号:** TN248.4 **文献标识码:** A

### Thin film GaN-based membranes by laser lift-off and cleaved InGaN LD facet

LI Zi-lan<sup>1,2</sup>, HU Xiaodong<sup>1,2</sup>, ZHANG Bei<sup>1,2</sup>, CHEN Ke<sup>1</sup>, NIE Rui-juan<sup>1</sup>, ZHANG Guoyi<sup>1,2</sup>

(1. State Key Laboratory for Artificial Microstructure and Mesoscopic Physics, Department of Physics, Peking University, Beijing 100871, China; 2. Research Center for Wide Gap Semiconductors, Peking University, Beijing 100871, China)

**Abstract:** Thin gallium nitride films, grown on sapphire substrates by MOCVD, are debonded by laser-induced lift-off. 3 $\mu\text{m}$  thick GaN membranes and 5 $\mu\text{m}$  thick InGaN MQW LD membranes are successfully separated from the growth substrates using KrF pulsed-excimer laser. Characterization of laser lift-off technology between wafers with sapphire substrates backside polished and wafers with sapphire substrates backside unpolished are compared. The threshold intensities are about 200mJ/cm<sup>2</sup> and 300mJ/cm<sup>2</sup> for these two kinds of wafers, and incident pulse intensities of 400mJ/cm<sup>2</sup> and 600mJ/cm<sup>2</sup> were required for stable interface splitting respectively. The InGaN MQW LD films are transferred onto a Si or InP support substrate and then cleaved. SEM was employed to analyze the cleaved facet. It can be concluded that the cleaved facet is ideal. GaN-based opto-electronic and electronic devices without sapphire substrate are available with this technology.

**Key words:** lift-off; GaN; InGaN LD; cleave

### 引 言

GaN 系 III~V 族化合物是重要的直接带隙的宽禁带半导体材料, 在蓝、绿光及紫外光发光二极管(LED)、短波长激光二极管(LD)、功率电子器件和紫外探测器等光电子器件中有广泛的应用前景<sup>[1,2]</sup>。由于自然界缺乏 GaN 单晶材料, 体单晶 GaN 的生长又极其困难, GaN 材料的生长主要采

用异质外延的方法, 通常选用蓝宝石(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)作为异质外延的衬底。但是蓝宝石与 GaN 有 16% 的晶格失配, 造成外延晶体结构中存在高密度的线缺陷。Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 导电性能差, 常温下电阻率大于 10<sup>11</sup> $\Omega\cdot\text{cm}$ , 导致 GaN 基器件难以制作上下电极; 加上 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 导热性能也不佳, 热导率约为 0.25W/cm $\cdot\text{K}$ , 使得 GaN 基器件的散热问题突出, 在大功率器件和 LD 中尤其严重<sup>[3]</sup>。另外, 蓝宝石和 GaN 解理面不重合, 很难获得 InGaN LD 的自然解理腔面, 而用反应离子刻蚀等方法制作腔面时造成不同程度的晶体损伤。这些难题促使了 GaN 外延层和蓝宝石衬底分离技术的研究和发展。

KELL Y<sup>[4]</sup>, WONG<sup>[5]</sup> 等人采用激光辐照的方法实现了 GaN 外延层和蓝宝石衬底的分离。其基

基金项目: 八六三计划资助项目(2001AA313110); 国家自然科学基金资助项目(60276010)

作者简介: 黎子兰(1979-), 男, 硕士, 主要从事半导体光电子学方向的研究。

E-mail: zealan@water.pku.edu.cn

收稿日期: 2003-05-07; 收到修改稿日期: 2003-09-23

本原理是利用光子能量大于 GaN 带隙而小于蓝宝石带隙的短波长的激光辐照蓝宝石衬底,激光透过蓝宝石后在蓝宝石和 GaN 界面处产生强吸收,使得 GaN 发生热分解,生成氮气和低熔点的金属镓,通过熔化镓实现 GaN 外延层和蓝宝石衬底的分离。利用这种激光剥离技术,可以获得无 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>衬底的 GaN 基外延层,为研制高性能的 GaN 器件提供了新的途径<sup>[6~9]</sup>。例如,结合晶体键合技术和焊接技术可以将 GaN 器件结构转移到一个新的衬底上,极大改善器件的散热性能,提高 LED 的出光效率。应用到 GaN 基 LD 的研制中,则可以克服蓝宝石难以理解的困难,为制备激光器谐振腔提供了条件。KELL Y<sup>[10]</sup>等人还利用这种方法得到了无衬底的 HVPE 生长的 GaN 外延片,可作为 GaN 外延衬底。

显然,实现 GaN 外延层和蓝宝石衬底的分离,外延层的厚度是一个重要因素,外延层越薄越难以成功剥离。已有的关于 GaN 外延片激光剥离的实验报道主要是针对很厚的 MOCVD 外延膜(7μm~20μm)<sup>[5,11]</sup>或更厚的 HVPE 生长的准体单晶 GaN<sup>[10]</sup>。前者 MOCVD 生长时间长,后者生长工艺较复杂。而且,在某些器件应用中 GaN 外延膜不能太厚,例如 InGaN 垂直腔面发射激光器(VCSELs)要求 GaN 外延膜的厚度约为 2μm<sup>[12]</sup>。

本文中报道了利用激光剥离技术,对极薄的 GaN 单层(3μm)和 InGaN LD(5μm)的大面积剥离,详细介绍了激光剥离的方法和实验参数,比较了对蓝宝石抛光和未抛光外延片的剥离的不同特点。本文中报道了对大面积未抛光外延片的剥离,同时对剥离下来的 InGaN LD 薄膜进行了解理,通过扫描电镜(SEM)分析,表明可以获得原子级光滑的解理面。

## 1 实验

实验中采用的 GaN 基单层外延片和 InGaN 多量子阱 LD 结构外延片是用低压 MOCVD 方法生长的。所用衬底为(0001)晶向 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 单面抛光片,详细的生长过程可见相关文献<sup>[1]</sup>。对于单层外延片,首先在 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 衬底上生长了 25nm 的 GaN 缓冲层,然后生长了 3μm 的未掺杂 GaN 层。对于 InGaN 多量子阱 LD 结构外延片,在 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 衬底上依次生长了 25nm 的缓冲层,1μm 的未掺杂层,2μm 的掺 Si 的 n 型层,0.1μm 的 In<sub>0.1</sub>Ga<sub>0.9</sub>N (S<sub>i</sub>)层,接着生长了多周期的 AlGa<sub>n</sub>(undoped)/Ga<sub>n</sub>(S<sub>i</sub>)超晶格作为覆盖层,0.1μm Ga<sub>n</sub>(S<sub>i</sub>)波导层,4 个 In<sub>0.02</sub>Ga<sub>0.98</sub>N/

In<sub>0.15</sub>Ga<sub>0.85</sub>N 量子阱,p 型 Al<sub>0.2</sub>Ga<sub>0.8</sub>N 电子限制层,0.1μm p 型 Ga<sub>n</sub> 波导层,多周期的 Al<sub>0.14</sub>Ga<sub>0.86</sub>N (undoped)/Ga<sub>n</sub>(Mg):超晶格覆盖层,最后是 0.05μm p 型 Ga<sub>n</sub> 接触层,总厚度约为 5μm。

对部分单层外延片的衬底进行了抛光以减少散射损耗,其余没有做任何处理而保持粗糙的背面。为了适于粘接,GaN 外延片首先进行了脱脂处理,然后粘在硅片或玻璃片上,最后再将这些片子粘在竖直的移动平台上。实验中使用的是波长为 248nm 的 KrF 准分子激光器,脉冲宽度是 25ns。脉冲激光经过一个直径为 100cm 的透镜聚焦,从蓝宝石一侧对外延片进行辐照。由于蓝宝石对此波长的光束吸收很小,所以激光脉冲损耗很少地透过蓝宝石衬底,在蓝宝石和 GaN 的界面上 GaN 强烈的吸收这些光,引起热分解,生成氮气和镓。通过移动平台实现激光脉冲对整个外延片的扫描。实现外延层和衬底的分离,得到完全无支撑的 GaN 外延片。

## 2 实验结果和分析

已有的报道表明激光辐照时存在一个阈值,当能量密度低于此值时,GaN 不发生热分解。能量密度太大时,会造成外延层的损伤,因此,能量密度是决定能否成功剥离的最重要的参量<sup>[5,11]</sup>。实验中通过改变脉冲能量和光斑大小来调整辐照能量密度。

对于衬底背面抛光的样品,在单个脉冲辐照的情况下,能量密度大于 200mJ/cm<sup>2</sup>时,从蓝宝石一侧看去有微弱的颜色变化,在能量密度大于 300mJ/cm<sup>2</sup>时有比较明显的银白色斑点,表明有 GaN 发生热分解而生成金属镓,但还不能实现剥离,在能量密度大于 400mJ/cm<sup>2</sup>时可以实现稳定的剥离。这些结果和文献报道是基本一致的<sup>[5]</sup>。采用能量密度为 400mJ/cm<sup>2</sup>的单个激光脉冲,得到了面积约为 1cm<sup>2</sup>的无蓝宝石衬底的 GaN 单层薄膜,如图 1 所示。

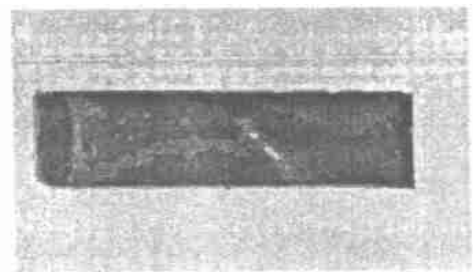


Fig. 1 Single layer GaN membrane lifted-off from sapphire substrate, the backside of the wafer used was polished

已有的文献主要是使用背面抛光的 GaN 外延

片进行剥离以减少背面散射引起的能量损耗。由于蓝宝石的硬度很高,而且很脆,磨平和抛光是很困难的,所以直接使用背面未抛光的外延片是有实际意义的。对衬底背面未抛光的单层 GaN 和 InGaN 多量子阱 LD 结构外延片进行了激光剥离。未抛光的衬底由于表面粗糙,对辐照激光的散射作用较大,能量损耗可以达到 20%<sup>[11]</sup>。因此,剥离未抛光的外延片需要比剥离抛光的外延片更高的能量密度。但是,实验同时表明激光散射有利于改善激光辐照的均匀性。在剥离实验中,当能量密度大约为 300mJ/cm<sup>2</sup> 时 GaN 开始有颜色的变化,能量密度达到大约 600mJ/cm<sup>2</sup> 时可以实现稳定的大面积剥离,此时 GaN 分解处有很明显的银白色斑点。通过间距为 1mm × 1mm 的激光脉冲扫描,分别得到了 12mm × 10mm 的单层 GaN 薄膜(见图 2),和 6mm × 6mm 的 InGaN 多量子阱 LD 结构薄膜(见图 3)。

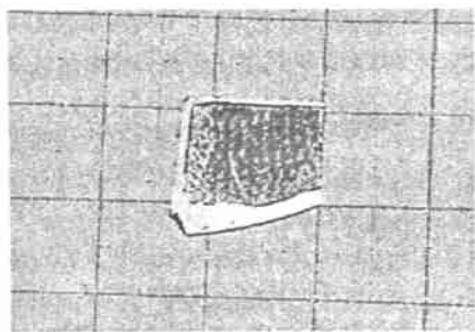


Fig. 2 Single layer GaN membrane lifted-off from sapphire substrate, the backside of the wafer used was not polished

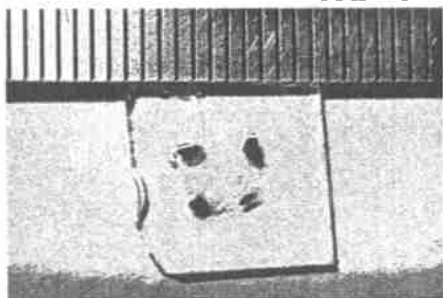


Fig. 3 InGaN LD membrane lifted-off from sapphire substrate, the backside of the wafer used was not polished

高倍光学显微镜观察表明,这些薄膜均非常完整,没有发现任何裂痕。这主要是因为分解主要发生在 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 和 GaN 界面处的 GaN 缓冲层。GaN 缓冲层为多晶状态,缺陷密度很高,容易发生热分解<sup>[14]</sup>。同时紫外光在 GaN 中的透射深度很浅(激光脉冲波长为 248nm 时透射深度小于 50nm<sup>[15]</sup>),所以光吸收过程只发生在界面处很浅的一层,对 GaN 薄膜的损伤比较小。两种剥离方式对 GaN 外延层光学和电学性能的影响和比较将有另文报道。

运用上述激光剥离技术对蓝宝石衬底 InGaN 多量子阱 LD 结构外延片进行了剥离,将 LD 结构薄膜转移到容易解理的新衬底上,如四方晶向的硅片或 InP 晶片。通过解理新衬底实现 InGaN 多量子阱 LD 结构的解理。具体方法如下:将 InGaN LD 外延片粘在 (001) 晶向的硅片或 InP 晶片上,以硅或 InP 的一个解理面作为基准面,使蓝宝石解理面与此基准面相平行,由于在生长过程中六方晶向 GaN 的解理面与蓝宝石衬底解理面之间形成了一个 30° 的夹角,所以 GaN 解理面将正好与硅或 InP 的另一个解理面相平行,如图 4 所示。通过解理与硅片或

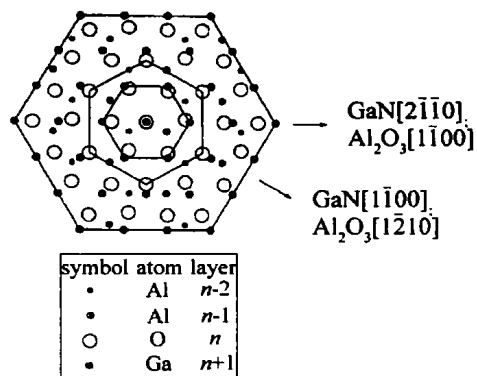


Fig. 4 Atomic arrangements at the GaN/sapphire interface, the two domains with a 30° rotation are formed on neighboring terraces InP 晶片基准面相垂直的解理面,即可获得 GaN 外延层解理面。利用扫描电镜 (SEM) 对该解理面与直接解理蓝宝石得到的 GaN 面进行了对比,图 5 和



Fig. 5 SEM image of a cleaved facet of an InGaN LD membrane lifted-off from sapphire substrate

图 6 分别为解理剥离下来的 InGaN LD 薄膜所得解理面和直接解理蓝宝石得到的 GaN 面。从图中可以看出,剥离下来的 InGaN LD 薄膜所得解理面平



Fig. 6 SEM image of a cleaved GaN epilayer facet on sapphire 整光滑,质量要远远好于直接解理蓝宝石衬底所得 GaN 面。为进一步加工激光器谐振腔创造了条件。

### 3 总结

利用激光剥离技术成功地将 MOCVD 生长的 GaN 基单层外延片和 InGaN 多量子阱 LD 结构外延片与蓝宝石衬底分离。实验表明,对于背面抛光的样品,在单个脉冲辐照情况下,激光剥离所需的能量密度阈值约为  $200\text{mJ}/\text{cm}^2$ ,能量密度大于  $400\text{mJ}/\text{cm}^2$  时可以实现稳定的剥离。对背面未抛光的外延片,能量密度阈值约为  $300\text{mJ}/\text{cm}^2$ ,在大约  $600\text{mJ}/\text{cm}^2$  时

可以实现稳定剥离。通过优化工艺和激光扫描,可以对极薄的 MOCVD 生长的 GaN 基外延膜进行大面积剥离。剥离后 GaN 基外延薄膜易于解理,镜面平整光滑,根本上克服了蓝宝石难以解理、不易制备 GaN 解理面的困难。

### 参考文献

- [1] NAKAMURA S.J Cryst Growth,1997,170:11~15.
- [2] MORKOC H,STRITE S,GAO GB *et al.* J A P,1994,76:1363~1398.
- [3] STEIGERWALD D A,BHAT J C,COLLINS D *et al.* IEEE Journal on Selected Topics in Quantum Electronics,2002,8:310~320.
- [4] KELLY M K,AMBACHER O,DAHLHEIMER B *et al.* A P L,1996,69:1749~1752.
- [5] WONG W S,SANDS T,CHEUNG N W *et al.* A P L,1998:72:599~602.
- [6] WONG W S,SANDS T,CHEUNG N W *et al.* A P L,1999,75:1360~1363.
- [7] WONG W S,KNEISSL M,MEI P *et al.* A P L,2001,78:1198~1201.
- [8] JOHNSON J W,LAROCHE J,REN F. Solid State Electron,2001,45:405~410.
- [9] MORITA D,SANO M,YAMAMOTO M *et al.* J A P,2002,41:1434~1436.
- [10] KELLY M K,VAUDO R P,PHANSE V M *et al.* Japan J A P,1999,38:217~219.
- [11] STACH E A,KELSCH M,NELSON E C *et al.* A P L,1999,77:1819~1822.
- [12] MARTIN R W,KIM H S,CHO Y *et al.* Materials Science and Engineering,2002,B93:98~101.
- [13] 童玉珍. GaN 及其三元化合物的 MOCVD 生长和性质及蓝光 LED 的研究. 北京大学博士学位论文,1999. 68.
- [14] KAWASHIMA T, YOSHIKAWA H, ADACHIS *et al.* J A P,1997,82:3528~3535.

(上接第 22 页)

尽管从上面的分析讨论中可以看出煤油/空气超音速燃烧的平面激光诱导荧光图像很复杂,已经不能用“纯”的氢氧基荧光来表示了,但是测量的荧光图像还是揭示了煤油/空气超音速燃烧实验室中燃烧区域的直观图像,荧光的出现毕竟表明了在该区域发生了燃烧的化学反应过程,因为荧光是由化学反应过程中的中间产物所产生的。

### 4 总结

平面激光诱导荧光技术是一种能对超音速扩散燃烧场进行诊断的有效手段,通过氢氧基的分布可以鉴别对燃烧性能起关键作用的燃料/空气混合过程,实验所获得的 PLIF 氢氧基荧光图像表明氢氧基主要集中在凹腔中和靠近凹腔的侧壁区域,有助

于解释凹腔对超音速燃烧起稳定作用的机理,并发现氢/空气超音速燃烧所产生的自发背景辐射对氢氧基荧光测量的影响比较弱,而在煤油/空气超音速燃烧过程中的产生的自发背景辐射则较强,而且复杂。

作者对参加实验研究工作的李建国,李英,钱大兴作出的贡献表示衷心的感谢。

### 参考文献

- [1] YANG S R,ZHAO J R,SUNG C J *et al.* Appl Phys,1999,B68:257~265.
- [2] ECKBRETH A C. Laser diagnostics for combustion temperature and species. UK Kent: Abacus Press,1988. 301~361.
- [3] HANSON R K,SEITZMAN J M,PAUL P H. Appl Phys,1990,B50:441~454.
- [4] HILLER B,HANSON R K. Appl Opt,1988,27(1):33~48.
- [5] YU G,LIJ G,ZHAO J R *et al.* Experimental studies on supersonic combustion. 7th International Spaceplanes and Hypersonics Systems & Technology Conference. Norfolk,1996. 4512.