

# 以氫化物氣相磊晶技術在獨立式氮化鎵基板上再成長氮 化鎵厚膜

研究生:高仲山

指導教授:李威儀 博士

國立交通大學電子物理研究所

## 中文摘要

本論文研究熱退火表面處理方法及再成長磊晶參數。經過雷射剝離技術的獨立式氮化鎵基板，直接再成長氮化鎵厚膜會發生微裂痕情形。從 PL 及 CL 量測分析得知，主要原因為再成長厚膜與基板介面之間應力太大以及基板表面雜質濃度過高。在不同的熱退火條件中，在氨氣加氫氣、溫度 1100 度時的熱退火條件，具有蝕刻的效果，再利用 SEM 發現熱退火後的基板表面有佈滿六角錐狀類似圖案氮化鎵的形貌。也因為這兩種結果，後續再成長氮化鎵厚膜利用 PL、CL、AFM 量測儀器所量測到的值，證明經過熱退火處理後的氮化鎵厚膜會有效地降低介面應力及缺陷密度。在後續再成長磊晶參數方面，去調變不同的參數做比較，利用 PL、CL、AFM、XRD 量測分析，得到高 HCl 流量、高壓、高溫、純氫環境下生長的氮化鎵厚膜有較好的磊晶品質。

# Regrowth Of Thick Films On Free-Standing GaN Substrates By

HVPE

Student : Zhong-Shan Gao

Advisor:Dr.Wei-I Lee

Department of Electrophysics

National Chiao Tung University

## Abstract

In this work, we study surface treatment of thermal annealing and re-grown of GaN thick films. The free-standing GaN substrates by laser lift-off technology, direct regrowth of GaN thick films will take place crack situation. Examine and analysis from PL and CL amount that learns, the main reason is that the stress between thick film and substrate surface is too large and the substrate surface impurity is too high. In different condition of thermal annealing, the best condition is  $\text{NH}_3+\text{H}_2$  and  $1100^\circ\text{C}$ , utilize SEM to find the substrate surface has shape looks of pattern GaN. Because of these kinds of results, the amount of PL, CL, AFM utilized examines the thick films, prove thermal annealing will reduce the stress of interfaces and density of defect effectively. And then regrowth in the experiment, change different growth parameters, utilize PL, CL, AFM, XRD amount to examine and analysis, and then find out optimum value, let re-grown of GaN thick films have better quality.

## 誌謝

回想當初剛考上交大電物所的時候，公布榜單的第二天就趕緊跑到學校來找指導老師，記得找到李威儀老師的時候，李老師只跟我說：我的教學方法就是“你問我問題，我不會有答案；但是我問你問題的時候，你一定要給我答案。”這不同於其他老師的教法，我當時聽到還有點傻眼。經過了兩年才發現，其實老師是在訓練學生獨立思考及獨立解決問題的能力。當你不知道如何發現問題以及迷失方向的時候，他就會用問問題的方式來提醒你，朝他提出問題的方向去思考，並且老師會用很常態的推理邏輯去分析解決問題的方向。我想一句話說得很對，”給他魚吃，還不如教他如何捕魚”。這也是李老師在我碩士生涯中給我的最大的收穫。

能夠完成這篇論文，要感謝的人相當多；感謝已經從博班畢業的信雄學長，他在我選擇碩士論文題目的時候，給了我很多正確的建議及方向；感謝實驗室最大的博班學長奎銘，感謝你利用中午吃飯時間，幫我量測了許許多多的樣品，讓我得到數據的速度已經達到今天做完實驗，明天中午就會有數據可以分析的境界，並且還會提出你的看法來與我討論，我想後面的學弟妹應該覺得很幸福有這麼好的學長在帶著你們；感謝實驗室的兩位博班學長彥顯、尹豪，謝謝你們在我做實驗的時候，提供了你們以前碩班做實驗所學到的一些經驗及方法，讓我對做實驗有了更深入的了解；感謝碩班學長姐，治華、鴻偉、佩倫、廷力，謝謝你們在我碩一懵懵懂懂的時候，無私地告訴我你們的經驗、想法，在你們的庇護之下，羽翼慢慢長大，慢慢成為實驗室的中流砥柱；感謝今年要一起畢業的同窗，偉誠、定儒、凱翔、仲葳，謝謝你們在我碩士生涯中，帶給我這麼多快樂的回憶，也希望在畢業之後，我們還可以繼續維持這樣的友誼；感謝實驗室的學弟妹，瑩珈、文章、洪文、奎佑，謝謝你們讓實驗室充滿討論的氣氛。

最後我想要感謝我的家人，在我求學的路上一直支持著我，讓我無後顧之憂的完成學業，謝謝你們!!

# 目錄

中文摘要	i
英文摘要	ii
誌謝	iii
目錄	iv
表目錄	vi
圖目錄	vii
第一章 緒論	1
1-1 氮化鎵材料的簡介與發展	1
1-2 實驗動機及目的	2
第二章 實驗流程與儀器簡介及樣品製作	4
2-1 氮化物氣相磊晶原理	4
2-2 氮化物氣相磊晶機台簡介	5
2-3 實驗流程	8
2-4 樣品製作	9
第三章 量測儀器簡介	10
3-1 掃描式電子顯微鏡	10
3-2 陰極激發光譜儀	11
3-3 光激發螢光光譜儀	13
3-4 原子力顯微鏡	15
3-5 蝕刻缺陷密度	17
3-6 X-Ray 繞射儀	18
第四章 實驗結果與討論	20
4-1 直接在氮化鎵厚膜上再成長之探討	20
4-2 探討不同熱退火條件對於氮化鎵基板表面形貌變化	23
4-2-1 載子氣體變化	24
4-2-2 溫度調變	28
4-2-3 時間調變	30
4-3 熱退火時間長短對於再成長氮化鎵厚膜影響之探討	34
4-4 再成長氮化鎵厚膜參數比較探討	42
4-4-1 氮化氫流量調變控制成長速率實驗	42

4-4-2 壓力調變	47
4-4-3 溫度調變	53
4-4-4 載子氣體調變	59
第五章 結論	64
參考文獻	68



## 表目錄

表 4-3-1. 應力變化 vs 熱退火時間	41
表 4-3-2. P/Y 值 vs 熱退火時間	41
表 4-3-3. EPD vs 熱退火時間	41
表 4-4-1-1. HCl 流量 vs 成長速率	44
表 4-4-1-2. HCl 流量 vs XRD 半高寬	44
表 4-4-1-3. HCl 流量 vs EPD	44
表 4-4-1-4. HCl 流量 vs PL 半高寬	45
表 4-4-1-5. HCl 流量 vs P/Y 值	45
表 4-4-2-1. 壓力 vs 成長速率	48
表 4-4-2-2. 壓力 vs 應力變化	49
表 4-4-2-3. 壓力 vs PL 半高寬	49
表 4-4-2-4. 壓力 vs P/Y 值	49
表 4-4-2-5. 壓力 vs XRD 半高寬	50
表 4-4-2-6. 壓力 vs 缺陷密度	50
表 4-4-3-1. 溫度 vs 成長速率	55
表 4-4-3-2. 溫度 vs PL 半高寬	55
表 4-4-3-3. 溫度 vs P/Y 值	55
表 4-4-3-4. 溫度 vs XRD 半高寬	56
表 4-4-3-5. 溫度 vs 缺陷密度	56
表 4-4-4-1. 載子氣體 vs 成長速率	61
表 4-4-4-2. 載子氣體 vs PL 半高寬	61
表 4-4-4-3. 載子氣體 vs P/Y 值	62
表 4-4-4-4. 載子氣體 vs XRD 半高寬	62
表 4-4-4-5. 載子氣體 vs 缺陷密度	62

## 圖目錄

圖 2-1. 簡易水平式反應腔體	4
圖 2-2-1. HVPE 整個系統架構	5
圖 2-2-2. 簡易爐管內溫控分布圖	6
圖 3-1-1. 電子槍撞擊試片所產生的各種訊號範圍及空間解析度	11
圖 3-2-1. 陰極激發光譜儀產生之示意圖	12
圖 3-3-1. 電子躍遷圖	13
圖 3-3-2. 雜質導致減少的能量差異	14
圖 3-3-3. 光激發螢光光譜儀系統示意圖	14
圖 3-4-1. AFM 動作示意圖	15
圖 3-4-2. 探針與樣品距離關係圖	16
圖 3-4-3. 偵測懸臂變形量基本原理示意圖	16
圖 3-5-1. V 形缺陷圖形	17
圖 3-6-1. 單晶繞射示意圖	19
圖 4-1-1. 直接成長 OM 圖	21
圖 4-1-2. 直接成長之 Nomarski	21
圖 4-1-3. 直接再成長的 SEM 側面圖與 CL 光譜圖	22
圖 4-1-4. 直接再成長的 PL 光譜圖	22
圖 4-2-1. 無熱退火之表面 SEM 圖	24
圖 4-2-1-1. 比較熱退火前後的重量差異	26
圖 4-2-1-2. 不同條件熱退火之樣品表面形貌 SEM 圖	26
圖 4-2-1-3. 不同倍率下的 SEM 俯視圖	27
圖 4-2-1-4. 不同倍率下的側面 SEM 圖	27
圖 4-2-2-1. 不同溫度下所拍攝的樣品圖	29
圖 4-2-2-2. 不同溫度下的 SEM 俯視圖	29
圖 4-2-2-3. 不同溫度下的 SEM 側面圖	30
圖 4-2-3-1. 不同熱退火時間樣品的表面形貌差異	31
圖 4-2-3-2. 時間長短不同的熱退火條件 SEM 俯視圖	32
圖 4-2-3-3. 時間長短不同的熱退火條件 SEM 側面圖	32
圖 4-2-3-4. 熱退火時間長短機制演化圖	33
圖 4-3-1. 不同熱退火時間的再成長氮化鎵厚膜之表面形貌	37

圖 4-3-2. 不同熱退火時間的再成長氮化鎵厚膜之 OM 圖	37
圖 4-3-3. 不同熱退火時間的再成長氮化鎵厚膜之 Nomarski 圖	38
圖 4-3-4. 熱退火 10 分鐘邊緣裂痕之 Nomarski 圖	38
圖 4-3-5. 熱退火後再成長之介面孔洞 SEM 圖	38
圖 4-3-6. 不同熱退火時間的再成長氮化鎵厚膜之 CL 換算應力圖	39
圖 4-3-7. 不同熱退火時間的再成長氮化鎵厚膜之 PL 圖	40
圖 4-3-8. 不同熱退火時間的再成長氮化鎵厚膜之 EPD 圖	40
圖 4-4-1-1. 獨立式氮化鎵基板各量測數據	46
圖 4-4-1-2. 不同 HCl 流量所對應的 PL 光譜圖	46
圖 4-4-2-1. 再成長厚膜側面 CL 所對應的波長	51
圖 4-4-2-2. 不同壓力條件的 PL 圖	51
圖 4-4-2-3. 不同壓力條件的 XRD 圖	52
圖 4-4-2-4. 不同壓力條件的 EPD 圖	52
圖 4-4-3-1. 不同磊晶溫度的 PL 圖	57
圖 4-4-3-2. 不同磊晶溫度的 XRD 圖	57
圖 4-4-3-3. 不同磊晶溫度的 EPD 圖	58
圖 4-4-4-1. 不同載子氣體的 PL 圖	63
圖 4-4-4-2. 不同載子氣體的 EPD 圖	63
圖 5-1. 第一次再成長 1.2 吋整片氮化鎵基板	66
圖 5-2. 第二次再成長 1.2 吋整片氮化鎵基板	66
圖 5-3. 第一次再成長 1.2 吋半片氮化鎵基板	66