

刻蚀 AlN 缓冲层对硅衬底 N 极性 n-GaN 表面粗化的影响

王光绪 陈鹏 刘军林 吴小明 莫春兰 全知觉 江风益

Influence of etching AlN buffer layer on the surface roughening of N-polar n-GaN grown on Si substrate

Wang Guang-Xu Chen Peng Liu Jun-Lin Wu Xiao-Ming Mo Chun-Lan Quan Zhi-Jue Jiang Feng-Yi

引用信息 Citation: [Acta Physica Sinica](#), 65, 088501 (2016) DOI: 10.7498/aps.65.088501

在线阅读 View online: <http://dx.doi.org/10.7498/aps.65.088501>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2016/V65/I8>

---

## 您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

TiO<sub>2</sub> 微粒对远程荧光粉膜及白光发光二极管器件光色性能的影响

Investigation of photo-chromic properties of remote phosphor film and white light emitting diode mixed with TiO<sub>2</sub> particles

物理学报.2016, 65(5): 058501 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.65.058501>

利用单层密排的纳米球提高发光二极管的出光效率

Light-extraction enhancement of GaN-based LEDs by closely-packed nanospheres monolayer

物理学报.2015, 64(14): 148502 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.148502>

利用温变电容特性测量发光二极管结温的研究

Junction temperature measurement of light-emitting diodes using temperature-dependent capacitance

物理学报.2015, 64(11): 118501 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.118501>

晶圆键合和激光剥离工艺对 GaN 基垂直结构发光二极管芯片残余应力的影响

Effect of wafer bonding and laser liftoff process on residual stress of GaN-based vertical light emitting diode chips

物理学报.2015, 64(2): 028501 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.028501>

光致电化学法提高垂直结构发光二极管出光效率的研究

Increase in light extraction efficiency of vertical light emitting diodes by a photo-electro-chemical etching method

物理学报.2015, 64(1): 018501 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.018501>

# 刻蚀 AlN 缓冲层对硅衬底 N 极性 n-GaN 表面粗化的影响\*

王光绪<sup>†</sup> 陈鹏 刘军林 吴小明 莫春兰 全知觉 江风益

(南昌大学, 国家硅基 LED 工程技术研究中心, 南昌 330047)

(2015 年 10 月 8 日收到; 2016 年 1 月 2 日收到修改稿)

研究了等离子体刻蚀 AlN 缓冲层对硅衬底 N 极性 n-GaN 表面粗化行为的影响。实验结果表明, 表面 AlN 缓冲层的状态对 N 极性 n-GaN 的粗化行为影响很大, 采用等离子体刻蚀去除一部分表面 AlN 缓冲层即可以有效提高 N 极性 n-GaN 在 KOH 溶液中的粗化效果, AlN 缓冲层未经任何刻蚀处理的样品粗化速度过慢, 被刻蚀完全去除 AlN 缓冲层的样品容易出现粗化过头的现象。经 X 射线光电子能谱分析可知, 等离子体刻蚀能够提高样品表面 AlN 缓冲层 Al 2p 的电子结合能, 使得样品表面费米能级向导带底靠近, 原子含量测试表明样品表面产生了大量的 N 空位, N 空位提供电子, 使得材料表面费米能级升高, 这降低了 KOH 溶液和样品表面之间的肖特基势垒, 从而有利于表面粗化的进行。通过等离子体刻蚀掉表面部分 AlN 缓冲层, 改善了 N 极性 n-GaN 在 KOH 溶液中的粗化效果, 明显提升了对应发光二级管器件的出光功率。

**关键词:** 氮化镓, 氮化铝, 表面粗化, 发光二极管

**PACS:** 85.60.jb, 52.77.Bn, 79.60.-i, 68.35.Ct

**DOI:** 10.7498/aps.65.088501

## 1 引言

2014 年诺贝尔物理学奖授予为开发 GaN 基高亮度蓝光发光二极管 (light-emitting diode, LED) 而做出先驱性工作的三位科学家, 他们分别是赤崎勇, 天野浩和中村修二<sup>[1]</sup>。以蓝光 LED 驱动的采用“蓝光 LED+ 荧光粉”的方法制备的白光 LED 具有节能、环保等优点, 被公认为新一代照明光源<sup>[2]</sup>, 但其走进“千家万户”仍需进一步降低成本、提高发光效率及光品质。当前, 根据蓝光 LED 生长衬底的材料来划分, 其具有三条已实施产业化的技术路线, 分别是蓝宝石上生长的 GaN 基蓝光 LED、碳化硅上生长的 GaN 基蓝光 LED 和硅上生长的 GaN 基蓝光 LED 技术路线。硅衬底 GaN 基 LED 的研制成功<sup>[3-6]</sup>, 大幅降低了 LED 的制造成本, 且具有单面出光等优点, 可提供具有更高品质的照明光源。

蓝光 LED 目前的电光转换效率已经很高, 达到 60% 以上, 远远超过了传统照明所常用的白炽灯 (7%) 和日光灯 (20%), 但其出光效率仍有很大的提升空间。表面粗化是提高具有垂直结构的薄膜型 LED 芯片出光效率的简单有效的手段<sup>[7]</sup>, 通常采用简易化学腐蚀(如, 热 KOH 溶液)的方法对 N 极性 n-GaN 进行表面粗化, 达到提高 LED 出光效率的目的<sup>[8,9]</sup>。薄膜型 LED 芯片 N 极性 n-GaN 表面的获得需要伴随薄膜转移制程<sup>[1,10,11]</sup>, 即需将 LED 薄膜从原有的生长衬底上转移至一新基板上, 然后将原有的生长衬底剥离, 如图 1 所示。衬底材料不同, 其上生长 n-GaN 选用的缓冲层材料也会不同, 蓝宝石衬底上最常用的缓冲层材料为 GaN<sup>[12]</sup>, 硅衬底上通常采用 AlN 缓冲层<sup>[13]</sup>。生长衬底剥离后表面暴露的缓冲层材料会对 n-GaN 的粗化行为产生显著影响<sup>[14]</sup>。文献<sup>[7,12,15]</sup>采用光增强化学腐蚀的方法对蓝宝石衬底上经过激光剥离后获得

\* 国家自然科学基金(批准号: 61334001, 11364034, 21405076)、国家科技支撑计划(批准号: 2011BAE32B01)、国家高技术研究发展计划(批准号: 2011AA03A101)和江西省科技支撑计划(批准号: 20151BBE50111)资助的课题。

† 通信作者。E-mail: guangxuwang@ncu.edu.cn

的n-GaN的表面粗化行为进行了研究。然而,针对硅衬底上具有AlN缓冲层表面的N极性n-GaN表面粗化行为的报道非常少。2009年,本课题组通过光增强湿法刻蚀对垂直结构GaN基LED的n-GaN进行了表面粗化,提高了硅基LED的出光效率<sup>[9]</sup>,但并未针对表面缓冲层对粗化行为的影响进行研究。本文采用等离子体干法刻蚀对AlN缓冲层进行表面处理,提高了N极性n-GaN在热碱溶液中的粗化效果,并通过X射线光电子能谱等分析手段对表面缓冲层对粗化行为影响的机理进行了阐述。

## 2 实验

采用Thomas Swan公司生产的CCS金属有机化学气相沉积(MOCVD)系统,在2 inch网格化<sup>[1,4]</sup>的Si衬底上生长LED外延结构<sup>[6]</sup>:包含0.1 μm厚的高温AlN缓冲层,2.4 μm厚的n-GaN层,0.1 μm厚的有源层以及0.1 μm厚的p-GaN层。为避免外延参数不同对实验结果的影响,本文选用同一炉次的五个外延片,分别标记A, B, C, D, E。将所有的外延片按照标准的具有垂直结构的薄

膜型LED芯片加工技术,获得N极性n-GaN向上的表面。如图1所示,详细的工艺过程如下<sup>[1]</sup>:首先,采用电子束蒸镀的方式在已清洗干净的外延片p-GaN表面蒸镀一层Ag基反射镜作为反射金属p电极材料,随后继续蒸镀黏结保护层金属;同时,选择另一具有良好导电、导热性能的硅基板(p型掺杂,电阻率小于0.008 Ω·cm,厚度为200 μm),在硅基板一面蒸镀键合层,另一面蒸镀接触电极层;然后,通过晶圆热压键合的方法将外延片的粘结保护层与基板的键合层绑定到一起;最后,将原有的生长硅衬底在氢氟酸、硝酸及冰乙酸的混合溶液中去除,获得N极性n-GaN向上结构的样品,表面材料为AlN缓冲层。

本文实验安排如下:分别在A—D样品的表面进行氟基反应离子刻蚀(RIE)处理10, 20, 30, 40 min, E样品不进行RIE刻蚀;取A, B, C, D, E样品进行能谱测试(energy dispersive spectrometer, EDS),观察表面AlN缓冲层被刻蚀的程度;取A, B, C, D, E样品分别测试X射线光电子能谱(XPS),分析RIE刻蚀对样品表面能的影响;然后,

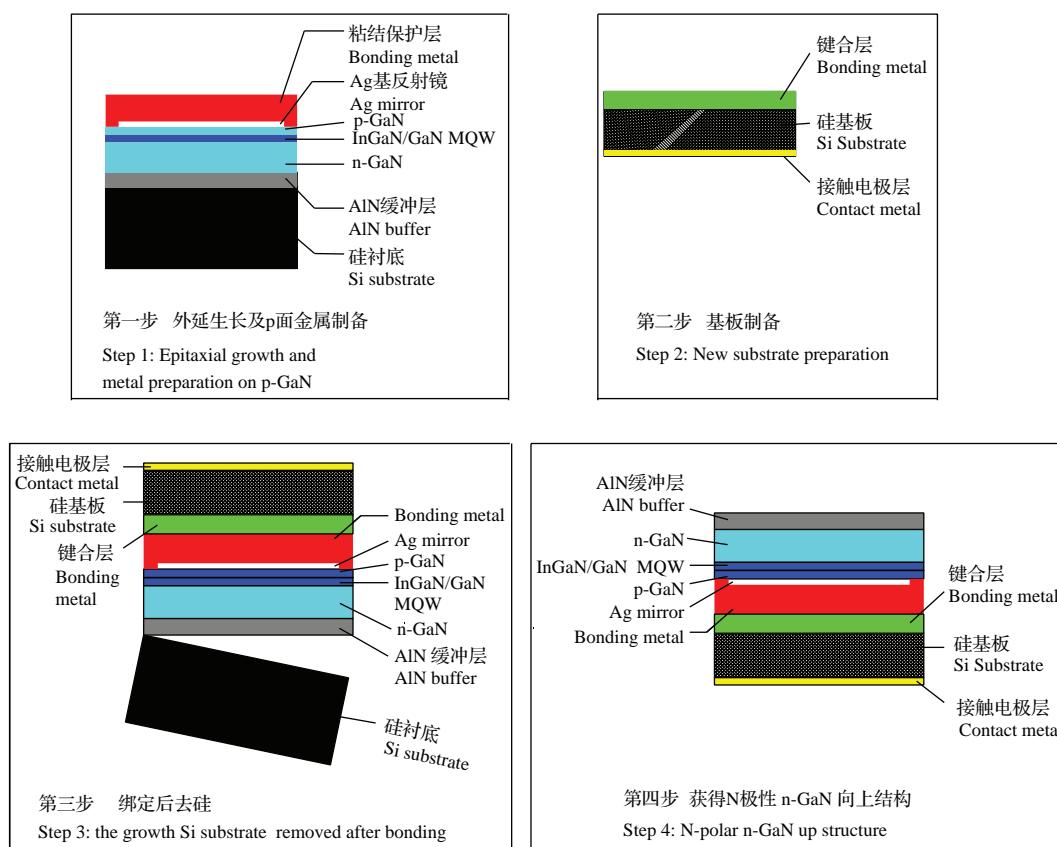


图1 (网刊彩色) N极性n-GaN向上结构的芯片制程的结构示意图

Fig. 1. (color online) A schematic block diagram of chip process with N-polar n-GaN up structure grown on Si substrate.

将所有的片子表面浸在 85 °C、20% 质量浓度的 KOH 溶液中进行表面粗化, 通过扫描电子显微镜 (SEM) 观察粗化后的表面形貌。本文中使用的等离子体刻蚀机是国产的 RIE 型刻蚀机, 刻蚀气体为氟里昂, 流量为 50 sccm, SP-II 射频匹配器的正向功率和反向功率分别控制在 80 和 20 W, 自偏压为 350 V。本文使用的 SEM 为捷克 Tescan 公司生产的 VEGA 扫描显微镜 [16], EDS 能谱为牛津仪器生产的 INCA 光谱仪 [16], XPS 为 Thermo-VG 生产的 ESCALAB 250。最后, 将样品 A—E 经过制备钝化膜 [17]、制备 N 电极 [18] 以及形成切割道等工艺后, 制作成为具有垂直结构的 LED 薄膜晶圆, 将晶圆经过划片、分选、封装后获得 LED 器件, 采用 Kaithley 2635 电源以及 Instrument System 的 CAS 140CT 光谱仪及积分球测试 LED 器件的光电参数。

### 3 结果与讨论

图 2 为样品 A, C, D, E 在 85 °C、20% 质量浓度的 KOH 溶液中粗化 1 min 和 2 min 后的 SEM 形貌图。经 KOH 溶液粗化后, GaN 表面形成的六角锥结构是由于不同晶面的 GaN 在 KOH 溶液中的腐蚀速率差异较大形成的 [19,20]。一般而言, N 极性 GaN 在 KOH 溶液中的粗化行为分为三个阶段: 第一阶段为六角锥结构的形成和长大, 这时粗化不足; 第二阶段为六角锥结构长大至布满整个表面,

这时粗化效果达到最佳; 第三阶段为六角锥结构由大变小, 表面又出现很多平台, 这时粗化已经过头。不管是粗化不足还是粗化过头, 对于 LED 出光而言都不是较好的粗化效果。另外, 六角锥结构的尺寸对出光也有明显影响, 六角锥的尺寸要明显大于 LED 发出光子的波长, 若六角锥尺寸过小, LED 内部的光经六角锥时会产生衍射、反射等现象, 不利于光从 LED 内部出射。由图 2 可以看出, 样品 A, C 经粗化 2 min 后的效果较佳, 样品表面布满了尺寸为 1 μm 左右的六角锥结构, 正是由于这些六角锥结构的形成, 破坏了 LED 内部和外界之间的全反射角, 使 LED 内部发出的光经粗化表面顺利出射, 明显提升了 LED 的出光效率 [7]。样品 D 经粗化 1 min 后也形成了粗化表面, 但形成的六角锥相互之间不够独立, “多胞”现象严重, 且经粗化 2 min 后, 出现了明显的粗化过头现象, 如图中白色椭圆标出的区域。未经 RIE 刻蚀的样品 E 经 KOH 溶液粗化后, 表面也形成了众多的六角锥结构, 但其尺寸明显偏小, 表面形貌不够粗糙, 不足以使芯片的出光效率得到最大化的提高。综上所述, D 样品粗化过快, 容易出现粗化过头以及“多胞”现象; E 样品粗化尺寸过小, 未达到较佳的粗化效果; 只有 A, C 样品获得了较好的粗化效果。另外, 我们也分析了 B 样品粗化 1 min 和 2 min 后的 SEM 形貌图, 和 A, C 样品的形貌非常接近, 鉴于篇幅原因本文未给出 B 样品粗化后的 SEM 图片。

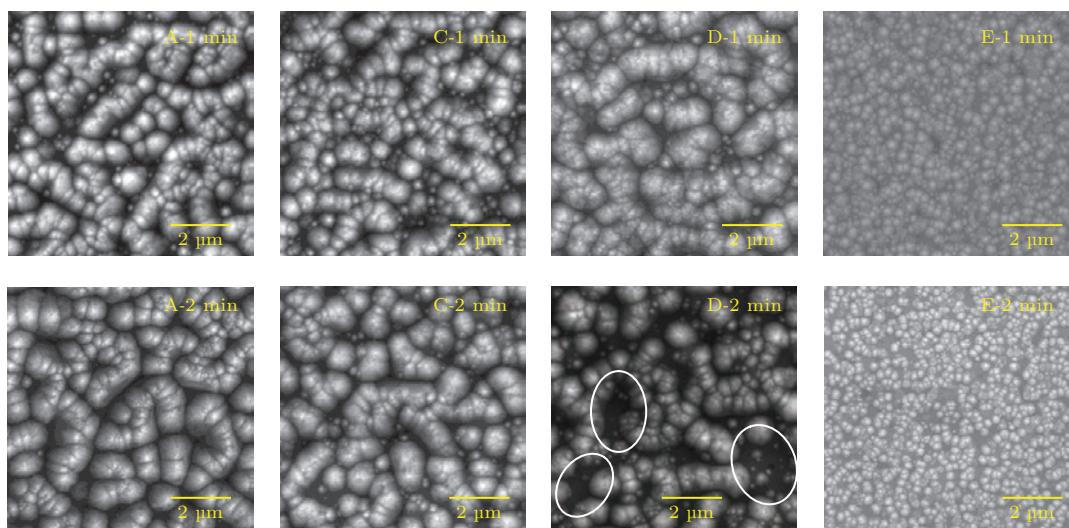


图 2 (网刊彩色) 样品 A, C, D, E 在 KOH 热碱溶液中粗化 1 min 和 2 min 后的 SEM 图 样品 A 为经 RIE 刻蚀 10 min, 样品 C 为经 RIE 刻蚀 30 min, 样品 D 为经 RIE 刻蚀 40 min, 样品 E 为未经 RIE 刻蚀

Fig. 2. (color online) SEM images of sample A, C, D, E after roughening 1 min and 2 min in the hot alkali solution (85 °C, 20% KOH mass concentration of solution). sample A of RIE etching 10 min, sample C of RIE etching 30 min, sample D of RIE etching 40 min, sample E of none RIE etching.

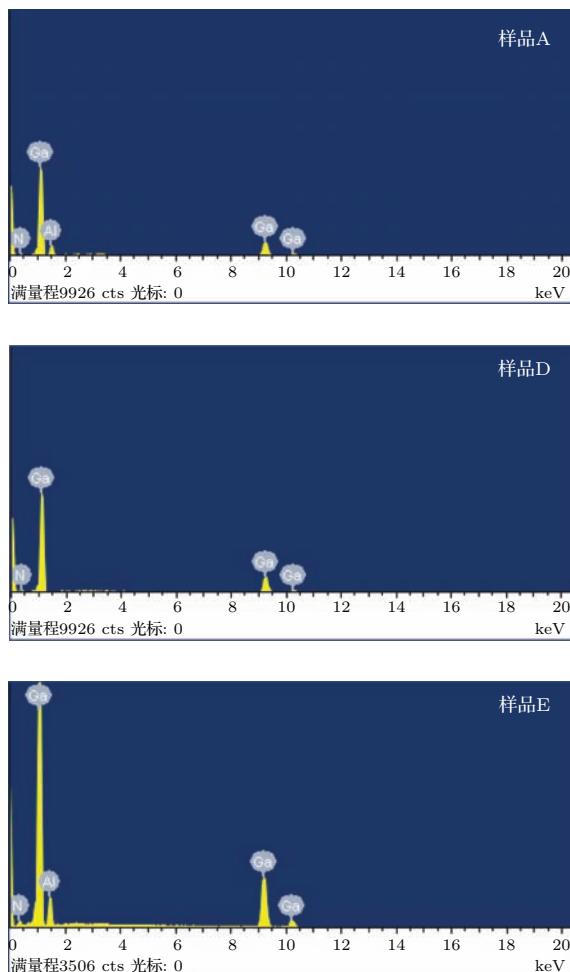


图3 (网刊彩色) 样品 A, D, E 的 EDS 能谱图 A 样品经 RIE 刻蚀 10 min, D 样品经 RIE 刻蚀 40 min, E 样品未刻蚀

Fig. 3. (color online) EDS energy spectrum diagrams of sample A, D, E. Sample A of RIE etching 10 min, sample D of RIE etching 40 min, sample E of none RIE etching.

对 RIE 刻蚀不同时间后的样品 A—E 表面进行了 EDS 元素分析, 其中 A, B, C 三个样品的 EDS 能谱类似, 组分接近, 文中仅给出样品 A 的 EDS 谱图作为代表。图 3 为经 RIE 刻蚀 10 min 和 40 min 后的样品 A, D 以及未经 RIE 刻蚀的样品 E 的 EDS 能谱成分分析结果, 其中 1.48 keV 为 Al 元素特征 X( $K_{\alpha 1}$ ) 谱线的能量值。由图 3 可以看出, D 样品通过 40 min 的 RIE 刻蚀后, EDS 能谱中 Al 的特征峰已完全消失, 说明表面没有 Al 元素存在, 而 A 样品和 E 样品的 EDS 谱中的 Al 特征峰明显, 且 E 样品的 Al 特征峰强度明显高于 A 样品。这表明样品 A 经过 10 min 的 RIE 刻蚀后, AlN 缓冲层只被部分去除, 而样品 D 经过 40 min 的 RIE 刻蚀后, AlN 缓冲层已被完全去除。结合图 2 说明, 粗化前样品表面 AlN 缓冲层的状态对 n-GaN 的粗化行为影响很

大, 采用干法刻蚀将表面 AlN 缓冲层的一部分去除, 可以提高 N 极性 GaN 在 KOH 溶液中的粗化效果, 不经刻蚀处理的带 AlN 缓冲层的 N 极性 GaN 在 KOH 中的粗化速度过慢, 而 AlN 缓冲层被完全去除的 N 极性 GaN 在 KOH 中则很容易出现粗化过头的现象。我们认为, 干法刻蚀 AlN 缓冲层能够提高表面费米能级, 降低粗化液和样品表面之间的肖特基势垒 [21–23], 从而有利于表面粗化, 而完全去除 AlN 缓冲层后, 表面 GaN 晶体质量可能受刻蚀影响, 从而容易出现“多胞”以及粗化过快的现象。

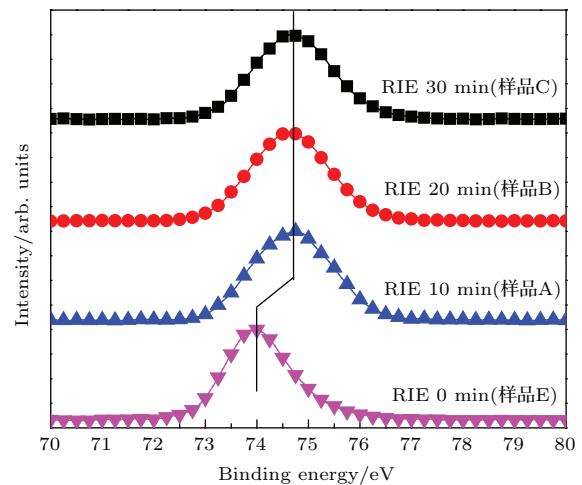


图4 (网刊彩色) RIE 刻蚀时间对样品表面 Al 2p XPS 谱的影响

Fig. 4. (color online) Effect of RIE etching time on the Al 2p XPS spectra.

图 4 为样品 A, B, C, E 表面 Al 2p XPS 谱。样品 E 对应图中 RIE 0 min, 样品 A 对应图中 RIE 10 min, 样品 B 对应图中 RIE 20 min, 样品 C 对应图中 RIE 30 min。由图 4 可知, 在未经过刻蚀处理的样品 E 表面, AlN 的 Al 2p 轨道电子结合能为 74 eV, 刻蚀后的样品 A, B, C 表面 Al 2p 电子结合能约为 74.7 eV, 提高了 0.7 eV 左右。一方面, 通过查询 XPS 的电子结合能峰值对照表, 可能是刻蚀后的样品表面生成了铝氧化物; 另一方面, 电子结合能的升高说明费米能级提高, 代表电子填充水平的提高, 使得表面材料的功函数减小, 因此降低了粗化液和样品表面之间的肖特基势垒, 更有利于界面处电子和空穴的迁移, 不仅提高了粗化的速率, 而且提高了粗化的均匀性。从图 4 中还可以得知, RIE 刻蚀 10, 20 和 30 min 后, AlN 的 Al 2p 峰位没有发生明显变化, 这表明只要采用干法刻蚀去除表面部分 AlN, 就可以达到提高费米能级、降低功函

数的作用。这也进一步说明了只要对 AlN 缓冲层做适当的干法刻蚀，无须将 AlN 缓冲层全部去除，就可以使 N 极性 GaN 在 KOH 溶液中获得较好的粗化效果，这恰好解释了图 2 中经过 RIE 刻蚀 10 min 的样品 A 和刻蚀 30 min 的样品 C 具有较好粗化效果的现象。

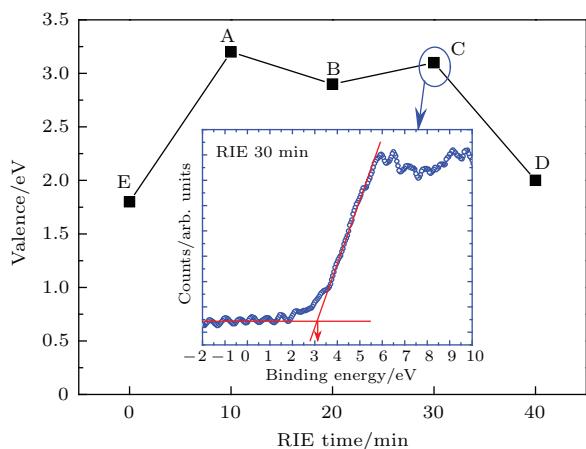


图 5 (网刊彩色) RIE 刻蚀对样品 A—E 表面价带的影响  
样品 A 经 RIE 刻蚀 10 min, 样品 B 经 RIE 刻蚀 20 min,  
样品 C 经 RIE 刻蚀 30 min, 样品 D 经 RIE 刻蚀 40 min,  
样品 E 未经 RIE 刻蚀。插图为刻蚀 30 min 的样品 C 的表面价带谱

Fig. 5. (color online) Effect of RIE etching on the valence band of sample surface. RIE 0 min corresponding to sample E, RIE 10 min corresponding to sample A, RIE 20 min corresponding to sample B, RIE 30 min corresponding to sample C, RIE 40 min corresponding to sample D. The illustration shows the XPS valence band spectra of sample C.

图 5 为随着 RIE 刻蚀时间的增加，表面价带顶对应能量值的变化。插图为 XPS 测得的样品 C 的表面价带谱，插图中横坐标为电子结合能，纵坐标为检测到的信号强度。通过对 XPS 价带谱曲线做简单的线性处理，便可得到材料价带顶的位置，如插图红线所示；两条线性拟合交点对应的横坐标便是材料的价带顶对应的能量值。由图 5 可知，经过 RIE 刻蚀后，样品表面价带顶对应的结合能明显升高，而且经过 RIE 刻蚀 10, 20, 30 min 后的样品的价带顶对应的结合能变化不大，都在 3.0 eV 左右。价带顶对应的结合能的升高代表费米能级在禁带中的位置得到提高，材料表面的功函数降低，这与图 4 中的现象及解释相一致。另外，XPS 可以测试出各样品表面的主要原子含量百分比，未经 RIE 刻蚀的样品 E 表面上的 N 原子含量为 11.85%，而经 RIE 刻蚀 20 min 的样品 B 表面上的 N 原子含量为 0.61%，这表明 RIE 刻蚀后表面 N 原子含量明显减少。我们

认为在 RIE 刻蚀过程中，样品表面产生了大量的 N 空位，N 空位为施主，提供电子，使得材料表面能级中电子填充水平提高，从而费米能级升高，价带顶对应的结合能也相应提高。经过 RIE 刻蚀 40 min 后，样品表面的 AlN 缓冲层已被完全去除，留下的 是 GaN 材料，故此时价带顶对应的结合能发生了较大变化。

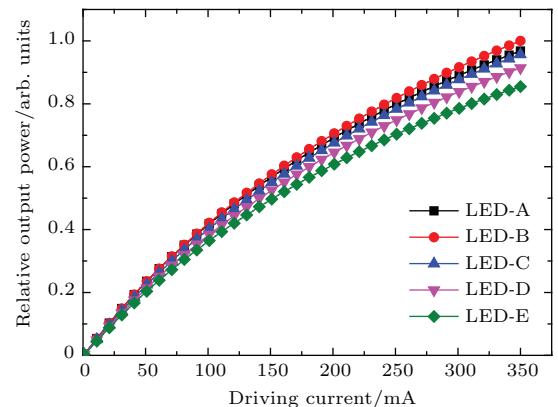


图 6 (网刊彩色) 样品 A—E 制作成 LED 器件后的相对光功率随电流的变化. LED-A 代表粗化前经 RIE 刻蚀 10 min 的样品 A, LED-B 代表粗化前经 RIE 刻蚀 20 min 的样品 B, LED-C 代表粗化前经 RIE 刻蚀 30 min 的样品 C, LED-D 代表粗化前经 RIE 刻蚀 40 min 的样品 D, LED-E 代表粗化前未经 RIE 刻蚀的样品 E

Fig. 6. (color online) Curves of relative optical power versus current of LED devices: LED-A corresponding to sample A of RIE etching 10 min before roughening, LED-B corresponding to sample B of RIE etching 20 min before roughening, LED-C corresponding to sample C of RIE etching 30 min before roughening, LED-D corresponding to sample D of RIE etching 40 min before roughening, LED-E corresponding to sample E of none RIE etching before roughening.

图 6 为样品 A—E 制作成 LED 器件后的相对光功率随电流的变化曲线。LED-A—C 分别代表粗化前经 RIE 刻蚀 10—30 min 的样品 A—C，粗化前 AlN 缓冲层仅被部分刻蚀掉；LED-D 代表粗化前经 RIE 刻蚀 40 min 的样品 D，粗化前 AlN 缓冲层被完全刻蚀掉；LED-E 代表粗化前未经 RIE 刻蚀处理的样品 E。由图 6 可知，在相同的电流下，LED-A—D 的光功率明显高于 LED-E 的光功率，这说明经过 RIE 刻蚀处理后的样品制备成 LED 器件后，其在相同电流下的光功率较未经 RIE 刻蚀处理的有显著的提高。在相同的电流下，LED-A—C 的光功率明显高于 LED-D 的光功率，这说明粗化前 AlN 缓冲层仅被部分刻蚀掉的样品制备成 LED 器件后，其在相同电流下的光功率较粗化前 AlN 缓冲层被完全刻蚀掉的也有明显的提高。简而言之，粗

化前经过 RIE 刻蚀表面 AlN 缓冲层能够有效提升 LED 器件的出光效率, 且 AlN 缓冲层不宜被完全刻蚀掉。

## 4 结 论

本文采用等离子体干法刻蚀对 AlN 缓冲层进行表面处理, 提高了硅衬底上的 N 极性 n-GaN 在热 KOH 溶液中的粗化效果, 并通过 XPS 等分析手段对其机理进行了阐述。结果表明, 表面 AlN 缓冲层的状态对 N 极性 n-GaN 的粗化行为影响很大, 采用干法刻蚀去除一部分表面 AlN 缓冲层即可以有效提高 N 极性 n-GaN 在 KOH 溶液中的粗化效果; 而未经任何刻蚀处理的 AlN 缓冲层, 其 N 极性 n-GaN 在 KOH 中的粗化速度过慢; AlN 缓冲层被干法刻蚀完全去除后, N 极性 n-GaN 在 KOH 中则很容易出现粗化过头的现象。由 XPS 分析可知, 等离子体刻蚀 AlN 缓冲层能够提高样品的表面费米能级, 降低 KOH 粗化液和样品表面之间的肖特基势垒, 从而有利于表面粗化。AlN 缓冲层被完全去除后, 表面 GaN 晶体质量可能受刻蚀影响, 从而容易出现“多胞”以及粗化过快的现象。将粗化后的样品制备成 LED 器件后, 通过光功率测试表明, 粗化前经过 RIE 刻蚀表面 AlN 缓冲层能够有效提升 LED 器件的出光效率, 且 AlN 缓冲层不宜被完全刻蚀掉。

## 参考文献

- [1] Wang G, Tao X, Liu J, Jiang F 2015 *Semicond. Sci. Tech.* **30** 15018
- [2] Luo Y, Wang L 2014 *Physics* **43** 802 (in Chinese) [罗毅, 汪莱 2014 物理 **43** 802]
- [3] Mo C L, Fang W Q, Pu Y, Liu H C, Jiang F Y 2005 *J. Cryst. Growth* **285** 312
- [4] Jiang F Y, Liu J L, Wang L, et al. 2015 *Sci. Sin. Phys.: Mech. Astron.* **45** 7302 (in Chinese) [江风益, 刘军林, 王立等 2015 中国科学: 物理学 力学 天文学 **45** 7302]
- [5] Wang G X, Tao X X, Xiong C B, Liu J L, Feng F F, Zhang M, Jiang F Y 2011 *Acta Phys. Sin.* **60** 078503 (in Chinese) [王光绪, 陶喜霞, 熊传兵, 刘军林, 封飞飞, 张萌, 江风益 2011 物理学报 **60** 078503]
- [6] Mao Q H, Liu J L, Quan Z J, Wu X M, Zhang M, Jiang F Y 2015 *Acta Phys. Sin.* **64** 107801 (in Chinese) [毛清华, 刘军林, 全知觉, 吴小明, 张萌, 江风益 2015 物理学报 **64** 107801]
- [7] Fujii T, Gao Y, Sharma R, Hu E L, Denbaars S P, Nakamura S 2004 *Appl. Phys. Lett.* **84** 855
- [8] Gao Y, Fujii T, Sharma R, Fujito K, Denbaars S P, Nakamura S, Hu E L 2004 *Jpn. J. Appl. Phys.* **43** L637
- [9] Zhou Y H, Tang Y W, Rao J P, Jiang F Y 2009 *Acta Opt. Sin.* **29** 252 (in Chinese) [周印华, 汤英文, 饶建平, 江风益 2009 光学学报 **29** 252]
- [10] Xiong C, Jiang F, Fang W, Wang L, Mo C, Liu H 2007 *J. Lumin.* **122-123** 185
- [11] Liu M G, Wang Y Q, Yang Y B, et al. 2015 *Chin. Phys. B* **24** 038503
- [12] Gong Z N, Yun F, Ding W, et al. 2015 *Acta Phys. Sin.* **64** 018501 (in Chinese) [弓志娜, 云峰, 丁文等 2015 物理学报 **64** 018501]
- [13] Liu J, Zhang J, Mao Q, Wu X, Jiang F 2013 *Crystengcomm* **15** 3372
- [14] Doan M H, Kim S, Lee J J, Lim H, Rotermund F, Kim K 2012 *Aip. Adv.* **2** 22122
- [15] Kim D W, Lee H Y, Yoo M C, Yeom G Y 2005 *Appl. Phys. Lett.* **86** 52108
- [16] Wang G X, Xiong C B, Liu J L, Jiang F Y 2011 *Appl. Surf. Sci.* **257** 8675
- [17] Qiu H, Liu J L, Wang L, Jiang F Y 2011 *Chin. J. Lumin.* **32** 603 (in Chinese) [邱虹, 刘军林, 王立, 江风益 2011 发光学报 **32** 603]
- [18] Liu J, Feng F, Zhou Y, Zhang J, Jiang F 2011 *Appl. Phys. Lett.* **99** 111112
- [19] Zhuang D, Edgar J H 2005 *Materials Science and Engineering: R: Reports* **48** 1
- [20] Gao Y D, Craven M D, Speck J S, Denbaars S P, Hu E L 2004 *Appl. Phys. Lett.* **84** 3322
- [21] Chen E H, Mcinturff D T, Chin T P, Melloch M R, Woodall J M 1996 *Appl. Phys. Lett.* **68** 1678
- [22] Steinhoff G, Hermann M, Schaff W J, Eastman L F, Stutzmann M, Eickhoff M 2003 *Appl. Phys. Lett.* **83** 177
- [23] Jang H W, Jeon C M, Kim J K, Lee J 2001 *Appl. Phys. Lett.* **78** 2015

# Influence of etching AlN buffer layer on the surface roughening of N-polar n-GaN grown on Si substrate\*

Wang Guang-Xu<sup>†</sup> Chen Peng Liu Jun-Lin Wu Xiao-Ming Mo Chun-Lan  
Quan Zhi-Jue Jiang Feng-Yi

(National Institute of LED on Silicon Substrate, Nanchang University, Nanchang 330047, China)

(Received 8 October 2015; revised manuscript received 2 January 2016)

## Abstract

Light extraction efficiency of thin-film GaN-based light-emitting-diode (LED) chip can be effectively improved by surface roughening. The film transfer is an indispensable process in the manufacture of thin-film LED chip, which means transferring the LED film from the growth substrate to a new substrate, and then removing the growth substrate. After the growth substrate is removed, the buffer layer is used to cushion the mismatch between the substrate and the n-GaN exposed, which has a significant influence on the roughening behavior of n-GaN. Unlike the GaN buffer layer grown on sapphire substrate, AlN buffer layer is usually used when n-GaN is grown on Si substrate. In this paper, the surface treatment of the AlN buffer layer by reactive ion etching (RIE) is used to improve the surface roughening effect of N-polar n-GaN grown on the silicon substrate in the hot alkali solution (85 °C, 20% KOH mass concentration of solution), and the mechanism of the influence of the surface treatment on the roughening behavior is discussed by X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) and other advanced methods. The degree of etching surface AlN buffer layer is detected by energy dispersive spectrometer (EDS), the sample surface state after RIE etching is analyzed by XPS, the morphology of the surface roughening is observed by scanning electron microscope (SEM) and the effect of surface roughening on the optical power of LED devices is verified by the photoelectric performance test. The EDS results show that the AlN buffer layer remains after RIE etching 10–30 min and the AlN disappears after RIE etching for 40 min. The SEM results show that surface states of AlN buffer layer have a great influence on the roughening behavior of n-GaN in KOH solution. The sample with part of AlN buffer layer has a good roughening effect and proper size hexagonal pyramid distributing uniformly. In addition, the rate of coarsening is too fast for the samples with AlN buffer layer completely removed, while the rate is too slow for the samples without any etching process. In summation, using RIE etching to remove a part of the AlN buffer layer can effectively improve the roughening effect of N-polar n-GaN in KOH solution. We believe that lots of N-vacancies are produced on the surface of the sample after RIE etching, which provides the electrons, thereby causing the surface Fermi level to be elevated. The XPS analysis shows that the RIE etching can improve the electronic binding energy of Al 2p of AlN buffer layer, resulting in a shift of the surface Fermi level near to the conduction band, and reducing the Schottky barrier between the KOH solution and the surface of the sample, which is beneficial to the surface roughening. To remove a part of the AlN buffer by using plasma etching layer can improve the roughening effect of N-polar n-GaN in KOH solution, resulting in the output power of the corresponding LED device being improved obviously.

**Keywords:** GaN, AlN, surface roughening, light-emitting diodes

**PACS:** 85.60.jb, 52.77.Bn, 79.60.-i, 68.35.Ct

**DOI:** 10.7498/aps.65.088501

\* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 61334001, 11364034, 21405076), the National Key Technology Research and Development Program of the Ministry of Science and Technology of China (Grant No. 2011BAE32B01), the National High Technology Research and Development Program of China (Grant No. 2011AA03A101), and the Key Technology Research and Development Program of Jiangxi Province, China (Grant No. 20151BBE50111).

† Corresponding author. E-mail: [guangxuwang@ncu.edu.cn](mailto:guangxuwang@ncu.edu.cn)