

# GaN 用衬底材料 LiGaO<sub>2</sub> 晶体 超精密抛光的初步实验

谢 伦 高宏刚 陈 斌 曹健林

(中国科学院长春光学精密机械研究所, 应用光学国家重点实验室, 长春 130022)

王建明 刘 琳

(中国科学院物理研究所, 北京 100080)

**摘要** 主要介绍了作为发光半导体 GaN 衬底材料的 LiGaO<sub>2</sub> 单晶超精密抛光方法及初步结果。利用聚氨酯抛光盘配合 SiO<sub>2</sub> 悬浮液, 采用机械化学抛光方法, 已加工出表面粗糙度优于 0.1 μm, 的超光滑表面。

**关键词:** 超精密抛光; 表面粗糙度; 聚氨酯; LiGaO<sub>2</sub>; SiO<sub>2</sub>

## 1 引 言

近年来, 全固化蓝、绿强光源的研究和开发已经形成世界性的热潮, 这是由于这类光源在光信息存储、高速激光打印、光显示和照明、医学等方面有广泛的应用前景和巨大商业效益。在诸多的蓝绿光源研究方案中, 最主要的是利用直接宽能隙半导体的发射。氮化镓(GaN)在室温下的直接宽能隙(Direct band gap)为  $E_g = 3.39 \text{ eV}$ , 是制作紫外、兰、绿光区的激光二极管和发光二极管很有前途的材料。因为块状的 GaN 晶体还不适应作为基片使用, 所以研究人员在力图找与 GaN 有良好晶格匹配和热匹配的衬底材料。已用过做衬底材料的有 GaAs、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Si、MgO 等, 其中 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 使用得最多, 但是 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 与 GaN 的晶格失配率为 13%, 热匹配率也不好, 生长出的晶体 GaN 膜的缺陷密度很高。<sup>[1~2]</sup> 在最近的研究中发现 LiGaO<sub>2</sub>、LiAlO<sub>2</sub>、Si、ZnO、晶体是与 GaN 有良好匹配的衬底材料。其中尤其值得注意的是 LiGaO<sub>2</sub> 与 GaN 的晶格失配率仅有 0.2%, P. kung 及其合作者利用 MOCVD (metalorganic chemical vapor deposition) 方法, 在温度 700 °C 成功地在 β-LiGaO<sub>2</sub> 基片上外延 GaN 膜, 这比在 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 基片上外延 GaN 所需要的温度低 300 °C 生长在 β-LiGaO<sub>2</sub> 基片上的 GaN 的外延 GaN 膜 MQW 发射光电子能为 3.44 eV, 半宽度为 180 meV。<sup>[3]</sup>

$\text{LiGaO}_2$  作为异质外延的衬底材料, 需要具有完整的超光滑表面。衬底晶体缺陷和表面不完整抑制外延生长, 如衬底表面有损伤、杂质以及微缺陷将导致异质外延膜的高密度位错、晶格畸变等现象。

单晶材料加工基本采用游离磨粒的研磨和抛光, 但这种方法通常留有很大的加工变质层, 为了消除加工变质层一般采用化学抛光和电解抛光, 而这两种方法又易造成面形精度下降。为了避免上述缺点我们采用了在机械作用上施加化学作用的机械化学抛光。

本文将介绍我们采用机械化学抛光实现  $\text{LiGaO}_2$  晶体的超精密抛光的初步实验。它适合于软质晶体的超精密抛光, 易实现表面光滑、无缺陷、无损伤。

## 2 晶体的初加工

本文所研究的  $\text{LiGaO}_2$  晶体是由中科院物理所晶体生长组用 Czochralski 提拉法拉制的低位错单晶。整块晶体由内圆切割机切成厚 3 mm 的切片, 内圆切割机转速为 3000 rpm ~ 5000 rpm, 加工表面平整度达 0.01 mm, 切片平行度为 0.02 mm, 定向切割精度  $< 0.5^\circ$ ; 切割后样品尺寸为  $10 \times 10 \times 3$  mm, 样品各边需倒边以防止在抛光过程中边角的碎裂。

样品在研磨机上采用 W40、W20、W10 的金刚砂微粉依次研磨, 目的是避免磨料粒度相差过大, 砂眼不均匀影响细磨和抛光质量。样品的细磨是在英国的 Logitech PM4 研磨机上进行的。用石蜡将样品固定在不锈钢基板上, 再把基板固定在抛光头上。然后在铸铁抛光盘上用 W7(粒度为  $7 \sim 5 \mu\text{m}$ ) 的金刚砂微粉进行研磨。细磨后用流水将样品和抛光头上的磨料冲掉, 然后将样品放入超声波清洗器中彻底清洗掉样品和抛光头上的磨料。

## 3 晶体的超精密抛光

### 3.1 抛光机理

机械化学抛光可简化分为两大类: 一类是借助施加机械作用引起晶体表面发生物理化学变化, 产生固相反应的机械化学抛光; 另一类是在存在机械作用同时再施加化学作用, 借助加工中的摩擦热和局部应力应变由抛光液促进化学作用的机械化学作用, 达到微量去除表面材料的目的<sup>[4]</sup>。

在抛光过程中所用的抛光剂、抛光模对晶体的表面质量起决定作用。在实验中选用胶态  $\text{SiO}_2$  悬浮液作为抛光液, 胶态  $\text{SiO}_2$  是将  $10 \sim 20 \text{ nm}$  的  $\text{SiO}_2$  超微细粒子悬浮于碱性胶体液体溶液中(占重量 30%)制成的, 其作用是产生化学吸附及微量腐蚀。在抛光过程中由于抛光盘和晶体之间摩擦压力和摩擦热作用, 推动自由表面能使处于不稳定将态的  $\text{SiO}_2$  胶体微粒与被抛单晶表面吸附产生微量腐蚀, 形成一层易被擦除的膜。由于胶体  $\text{SiO}_2$  的较强的吸附作用, 增大了抛光过程中晶体表面与抛光盘表面的摩擦系数, 也增大了抛光磨耗作用。

抛光模的性能不仅影响表面的形状精度, 而且还影响抛光质量和抛光效率。在实验中根据  $\text{LiGaO}_2$  晶体的质地软、易损伤选用了硬度低、质地软的聚氨酯为抛光模。聚氨酯是嵌段共聚物, 具有微相分离的性质<sup>[5]</sup>。抛光模硬度低, 从表到里充满微孔, 因此对磨料的容纳能力强, 磨料在抛光中易嵌入, 抛光中呈微刃滑动切削状态, 大大增强了磨擦力, 提高抛光效率。并且质地

软的抛光盘可使抛光磨料受力均匀,不产生大的划痕。聚氨酯弹性变形较大表面柔韧,可获得较高的抛光质量,但不易获得高的面形精度。

### 3.2 工艺过程

抛光环境:超洁净实验室,室温

24

抛光设备:英国 CLogitech PM4 抛光机,其装置如图-1所示; Logitech PP5 抛光头,其装置如图2所示

抛光液:胶态 SiO<sub>2</sub> 悬浮液,粒度为 0.01 ~ 0.02 μm

抛光模:多微孔的聚氨酯

如图1所示,抛光液由抛光机自动滴液系统供给,抛光液在抛光模上分布均匀,防止抛光模的局部升温。工件在抛光前用 W7 的金刚砂微粉精磨其粗糙度值为 0.3 μm,抛光进行 1 小时后,工件表面粗糙度迅速降到

1.5 mm 左右,这表明工件表面在抛光初期与聚氨酯盘发生强烈作用,使之在短时间内吻合,工件表面的材料被很快去除。

抛光完成后,把装有样品的抛光头置于装有超净去离子水的超声波清洗器进行清洗,再用浸满无水乙醇的棉花擦拭样品,把样品从抛光头上取下后,在无水乙醇溶液中浸泡几个小时左右去除样品上残留的抛光液和石蜡,然后再用浸有无水乙醇的棉花或绸布将样品轻轻擦后晾干。值得注意的是,如果样品表面没有清洗干净而残留下抛光液,则只能用浸有超净水的棉花擦拭,其它如酒精、丙酮、汽油都擦不掉。

为了测定样品抛光过程中的去除率,我们选用了这样的方法:如图2所示,抛光前设定好了抛光头上表针的位置,当加工一段时间后,如

1 小时,记下表针移动的位置,这种方法简单易行。通过实验测得样品的去除率为 1.0 μm/h。

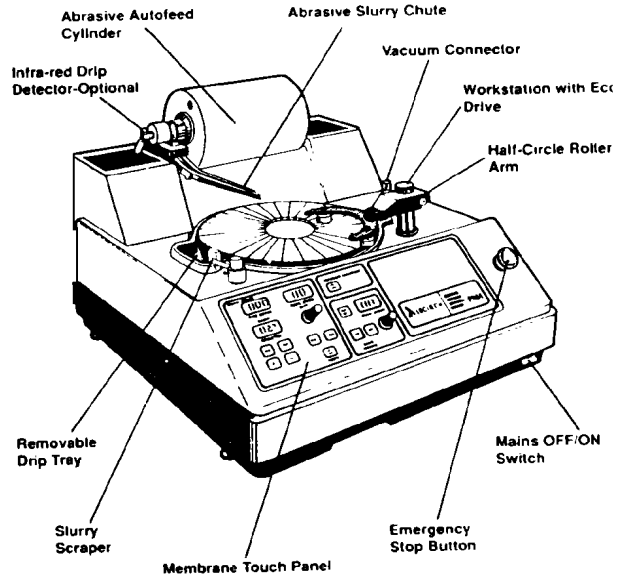


Fig. 1 Schematic diagram of Logitech PM4 polisher

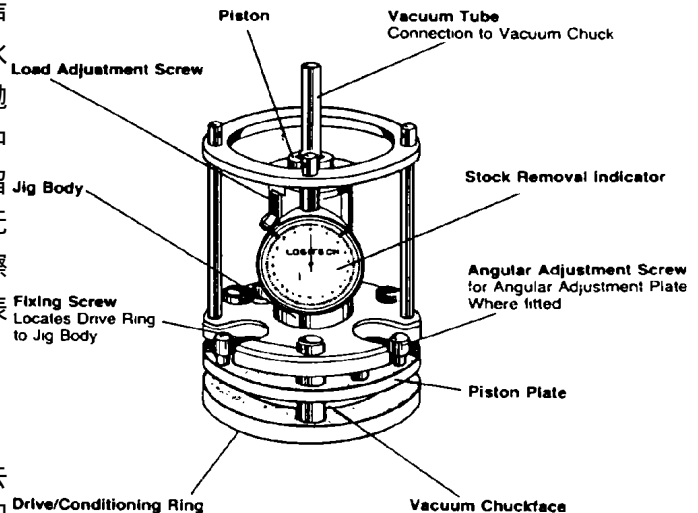


Fig. 2 Schematic illustration of Logitech PP5 polishing head

## 4 实验结果分析

在抛光中发现,影响晶体表面粗糙度值的因素很多,如抛光压力,抛光时间,抛光速度,抛光液粒度,抛光模特性等等。各个因素的变化都会导致表面粗糙度的变化,图 3 所示为抛光 4 小时后晶体表面粗糙度值。我们采用了原子力显微镜(Atommic Force Microscopy)来测量晶体的表面粗糙度值,AFM 与最初使用的触针式轮廓仪相比,测量精度更高(0.1 nm),可以提供样品表面的粗糙度参数值和表面精细结构(如图 3b)<sup>[6]</sup>。

抛光时间对表面粗糙度的影响很大。抛光过程中保持其它条件不变,只改变时间,每隔 1 小时测一次,其结果如图 4 所示。

实验结果表明 抛光时间在 4 h 左右表面粗糙度值最好,表面粗糙度值  $Ra = 0.05 \text{ nm}$ 。时间太短,抛光还不够完善,晶体表面的损伤层还没完全去掉,影响了表面粗糙度值。

抛光压力对表面粗糙度的影响也很大,随着抛光压力的增大,则表面粗糙度值增大。压力小,抛光效率降低,但获得的表面质量高。在本实验采用的抛光方法中,有一种准接触抛光法。这种方法的抛光压力接近于 0,所以表面质量很高,无划痕,无损伤。



Fig. 3 The surface roughness of  $\text{LiGaO}_2$  sample after 4 hour polishing measured by AFM

(a) 2D surface roughness (b) 3D surface morphology

表面波度是介于宏观的面型误差和微观的表面粗糙度之间的结构偏差之一。在测量表面粗糙度时发现,对于接触式光学抛光表面,即使是超光滑表面也存在表面波度。表面波度的幅值分布范围为 5 ~ 30 nm,波距分布范围为 100 ~ 150  $\mu\text{m}$ 。通过研究,可以认为表面波度的主要原因是<sup>[7]</sup>:

- ① 抛光时抛光表面的粘滑摩擦振动。
- ② 抛光表面接触压力的不均匀分布;
- ③ 抛光运动轨迹分布密度不均匀及波动。

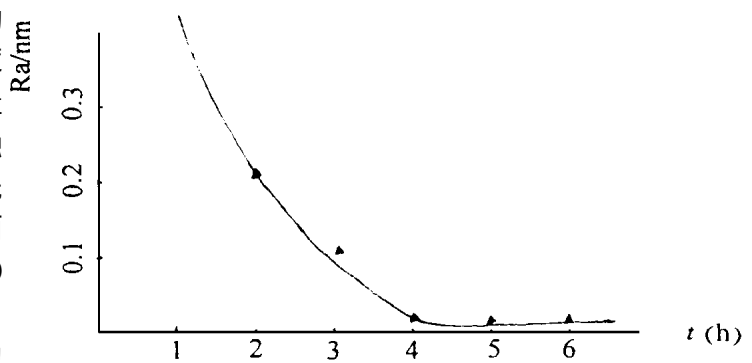


Fig.4 The change of the surface roughness vs polishing time

## 5 结 论

LiGaO<sub>2</sub> 作为发光半导体的衬底材料,要求 LiGaO<sub>2</sub> 单晶表面超光滑无缺陷、无损伤。实现上述要求依靠单纯的机械抛光和化学抛光都是不可行的。机械化学抛光的机理是结合了抛光液对晶体的微观化学作用和微小软磨料的磨削作用,因此是实现超光滑无损伤晶体表面的一种极佳的加工方法。通过此方法获得了表面粗糙度 < 0.1 nm 的超光滑无损伤表面。

致谢:作者对中科院物理研究所 LiGaO<sub>2</sub> 晶体生长组及基片加工组的全体同志对本工作的支持和帮助表示衷心地感谢。

## 参 考 文 献

- [1] Takao Ishii et al. LiGaO<sub>2</sub> Single Crystals for a Substrate of Hexagonal GaN Thin Film Jpn J Appl Phys, 1997, 2(2), 139 ~ 141
- [2] Masakatsu Suzuki et al Theoretical Study of Momentum Matrix Elements of GaN. Jpn J Appl Phys, 1996, 35(2A), 543 ~ 545
- [3] Kung P et al. Metalorganic Chemical Vapor Deposition of Monocrystalline GaN Thin Films on  $\beta$ -LiGaO<sub>2</sub> Substrate. Appl Phys Lett, 1996, 69(14), 2116 ~ 2118
- [4] 吴明根, 何雅全. 超精密加工技术的研究. 1995
- [5] 李焕生. 聚氨酯微孔抛光衬垫材料. 高分子材料科学与工程, 1991, 3: 119 ~ 123
- [6] De Chiffer L et al. Investigation on the Surface Topography in Polishing Using atomic Force Microscopy. Annal of the CIRP, 1996, 45(1), 523 ~ 528
- [7] 滕 霖, 任敬心. 超精密光学抛光研究的进展及其发展趋势. 航空精密制造技术, 1996, 32(3), 5 ~ 8

## The Primary Study of Superpolishing of $\text{LiGaO}_2$ Single Crystal for a Substrate of GaN Thin Film

Xie Lun, Gao Honggang, Chen Bin, Cao Jianlin

(*Changchun Institute of Optics and Fine Mechanics,*

*The State Key Laboratory of Applied Optics, Academia Sinica, Changchun 130022*)

Wang Jianming, Liu Lin

(*Beijing Institute of Physics, Academia Sinica, Beijing 10080*)

### Abstract

This paper represents a method and primary experimental results of superpolishing of  $\text{LiGaO}_2$  single crystal as a substrate for GaN. We have achieved supersmooth surface roughness of less than 0.1nm by the chemo-mechanical polishing with polyurethane lap and  $\text{SiO}_2$  solution.

**Keywords:** Superpolishing, Surface roughness, Polyurethane,  $\text{LiGaO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$

谢论女, 1973年出生, 1995年毕业于长春光机学院光电工程系, 同年攻读长春光机所光学专业硕士学位。