

Freestanding GaN 기판의 Ga-polar 면에 기계적 연마 방법을 적용한 Bow 제어 및 그 특성 연구

김진원¹, 손호기¹, 임태영¹, 이미재¹, 김진호¹, 전대우^{1,a}, 황종희¹, 정정영², 오해곤², 김진훈², 최영준², 이해용², 윤대호³

¹ 한국세라믹기술원 광디스플레이소재팀

² 루미지엔테크

³ 성균관대학교 신소재공학부

Effect of the Control of Bowing in Free-standing GaN by Mechanical Polishing

Jinwon Gim^{1,3}, Hoki Son¹, Tae-Young Lim¹, Mijai Lee¹, Jin-Ho Kim¹, Dae-Woo Jeon^{1,a}, Jonghee Hwang¹, Jung-Young Jung², Hae-Kon Oh², Jin-Hun Kim², YoungJun Choi², Hae-Yong Lee², and Dae-Ho Yoon³

¹ Optic & Display Materials Team, Korea Institute of Ceramic Engineering & Technology, Jinju 52851, Korea

² LumiGNtech, Gwangmyeong 14322, Korea

³ School of Advanced Materials Science & Engineering, Sungkyunkwan University, Suwon 16419, Korea

(Received October 30, 2015; Revised November 24, 2015; Accepted November 24, 2015)

Abstract: In this paper, we have studied the effect of mechanical polishing to Ga-polar face for reducing the wafer bowing and strain in free-standing GaN. After the mechanical polishing to Ga-polar face, the bowing of the free-standing GaN substrate significantly decreased with increasing the size of diamond slurry, and eventually changed the bowing direction from concave to convex. Furthermore, the full width at half maximum (FWHM) of high-resolution X-ray diffraction (HR-XRD) were decreased, especially the FWHM of (1 0 2) reflection for 1.0 μm size of diamond slurry was significantly decreased from 630 to 203 arcsec. In the case, we confirmed that the compressive strain in Ga-polar face was fully released by Raman measurement.

Keywords: Bowing, Freestanding GaN, Mechanical polishing, Refractive index

1. 서 론

GaN 기반의 III족 질화물 반도체는 고온 및 고출력 광전자 기기에 적합하여 청색 발광 다이오드 (blue LEDs)와 청색 레이저 다이오드(LDs) 시장의 대부분을 차지하고

있다 [1]. GaN은 높은 녹는점과 N_2 평형증기압 때문에 큰 부피를 갖는 단결정으로 성장시키기 어려운 문제가 있어 homo-epitaxy를 위한 GaN 기판의 개발은 여전히 어렵다 [2]. 현재 이런 문제의 대안으로 사파이어 (Al_2O_3)와 같은 이종기판 위에 후막 GaN를 수소화물기상증착법(hydride vapor phase epitaxy, HVPE)으로 성장하고, 이를 LLO (laser-lift off)법을 이용한 기판 분리 방법으로 사파이어 기판을 제거하여 homo-epitaxial 성장을 위한 free-standing GaN 기판을 얻는 방법이 대안으로 제시되고 있다 [3]. 그러나 HVPE법을 이용한

a. Corresponding author; dwjeon@kicet.re.kr

Copyright ©2015 KIEEME. All rights reserved.
 This is an Open-Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

사파이어기판에 GaN층을 성장 시에는 후막 GaN층과 사파이어기판의 열팽창계수 차이로 인하여 치명적인 bowing이 발생된다 [4]. 가장 큰 문제는 LLO 공정을 통해 만들어진 free-standing GaN 기판에 발생하는 bowing이다. 일반적으로 GaN 박막을 사파이어 기판에 성장 후에 냉각 중에는 열팽창계수 차이로 인하여 convex bowing을 갖는다 [5]. 그리고 lift-off되면 GaN 층은 사파이어 기판의 구속에서 해방되면서 일반적으로 수백 μm 정도의 concave bowing (2 inch wafer)을 가진다 [6]. 이렇게 만들어진 free-standing GaN 기판은 concave bowing에 의해 homo-epitaxy 방법으로 성장함에도 불구하고 결함이 발생하고 재성장 중에 깨지는 문제도 발생하게 된다.

본 연구는 HVPE법과 LLO법을 통해 얻은 free-standing GaN 기판에 형성되는 concave bowing을 Ga-polar 면에 평탄화 공정 시에 사용되는 기계적 연마 방법의 공정을 최적화 하여, bowing을 최소화 하고, 그 특성 변화를 알아보고자 한다.

2. 실험 방법

그림 1은 실험에 사용된 후막 GaN층을 성장시키기 위한 home-built HVPE system의 모식도이다. HVPE 공정파트는 크게 source zone과 growth zone 2개의 공정파트로 나눌 수 있다. 암모니아(NH_3)와 염산(HCl)이 source zone의 활성 기체로 사용되었으며, 액체 갈륨 (liquid gallium)이 3족 precursor로 사용되었다. Hetero-epitaxy를 위한 이종기판으로 2 inch(0001)면의 사파이어가 사용되었다. Ga boat는 750°C 에서 독립된 튜브에 위치하고 있다. GaCl 기체는 Ga boat가 있는 독립된 튜브에서 HCl과 반응하여 생성되고, 운반 기체로 질소(N_2)가 사용되었다. GaN epi-layer는 growth zone에서 암모니아와 염화갈륨이 반응하여 사파이어 위에 epitaxial 성장이 이루어진다. 후막 GaN 층은 laser-lift off (LLO)법으로 분리하여 concave bowing 형태를 갖는 free-standing GaN 기판을 준비하였다.

표 1에는 준비된 free-standing GaN 기판의 Ga-polar 면에 기계적 연마를 진행하고 실시 조건을 표시 하였다. 연마는 grinding, lapping, polishing 공정 등 3개의 part로 구성되며, 평탄화는 grinding 공정에서 diamond mesh #1500을 사용하였다. lapping 및 polishing의 정반은 주석(tin, Sn)을 사용하였고, 정반의 rotation per minute (RPM)은 40, 압력은 5 kg으로 동일하게

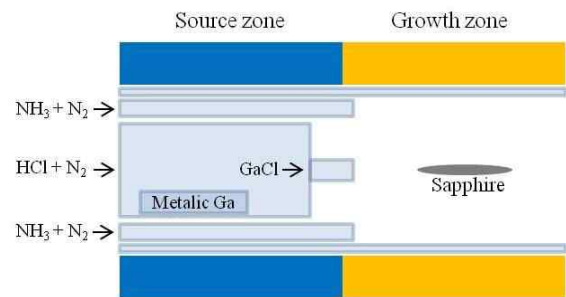


Fig. 1. Schematic diagram of the home-built HVPE system.

Table 1. Condition of mechanical polishing to Ga-polar face.

Sample ID	#1	#2	#3
Grinding	#1500	#1500	#1500
Abrasive size (μm)	0.1	1	3
Lapping & Polishing			
Platen pressure (kg)	5	5	5
Platen rotation (min^{-1})	40	40	40
Platen material	Sn	Sn	Sn

적용하였다. 실험에 사용한 샘플 3장 (#1, #2, #3)으로 연마제(diamond slurry)의 입자 크기는 각각 #1에는 $0.1 \mu\text{m}$, #2에는 $1 \mu\text{m}$, #3에는 $3 \mu\text{m}$ 사이즈를 달리 적용하였다. 연마 시 diamond slurry 입자 크기에 따라 연마 양의 속도 차이로 연마 시간에서도 큰 편차를 보였다. 따라서 연마 양에 따른 변수를 최소화하기 위해 각 샘플에 대해서 약 $40 \mu\text{m}$ 정도로 일정하게 연마하였다.

기계적 연마 전후로 후막 GaN 기판의 bowing은 stylus surface profiler (Dektak 150, Veeco, USA)를 사용하여 2 inch 웨이퍼를 scanning하여 측정하였다. AFM (SPA-300, Seiko, Japan)으로 연마한 free-standing GaN의 Ga-polar면을 $5 \times 5 \mu\text{m}$ 로 평균 거칠기를 측정하였다. High-resolution X-ray diffraction (HR-XRD, Rigaku, Japan)으로 (0 0 2) 면과 (1 0 2) 면의 ω -rocking curve의 반치폭 (full width half maximum, FWHM)을 측정하여 결정성을 평가하였다. 연마된 free-standing GaN 기판의 strain을 분석하기 위해 Raman $E_2(\text{high})$ peak (NSR-3100, Jasco, Japan)을 측정하였다. 측정 위치는 각 기판의 상하좌우 및 가운데를 포함하는 총 5 포인트를 측정하였으며 가운데 위치의 측정값을 대표로 하였다.

3. 결과 및 고찰

본 연구에서는 가장 먼저 준비된 concave bowing을 갖는 free-standing GaN 기판(2 inch)의 Ga-polar 면에 크기가 다른 diamond slurry를 사용하여 기계적 연마를 실시하고 그에 따른 특성 변화를 관찰하였다. 그림 2는 free-standing GaN 기판의 기계적 연마전후 샘플 이미지이다. 기계적 연마 후에 3개 샘플 모두 연마 전보다 불투명해지는 현상을 확인하였다. 이는 기계적 연마에 의해 Ga-polar 면에 표면 거칠기 변화에 따른 결과로 판단된다.

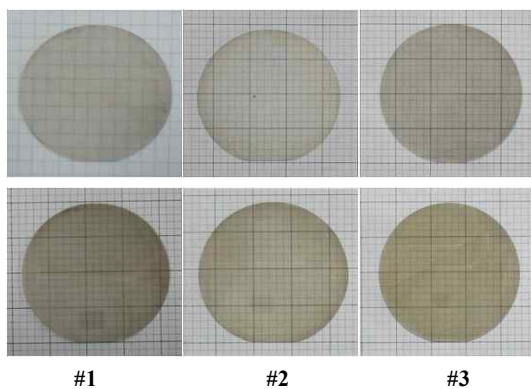


Fig. 2. Photographs of each FS-GaN samples before polishing (top), after polishing (bottom).

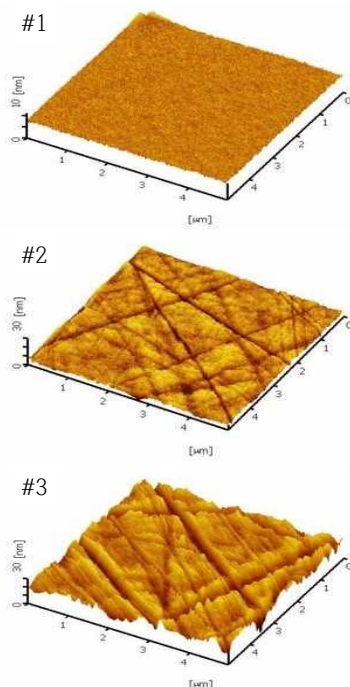


Fig. 3. AFM images of Ga-polar face of free-standing GaN after mechanical polishing.

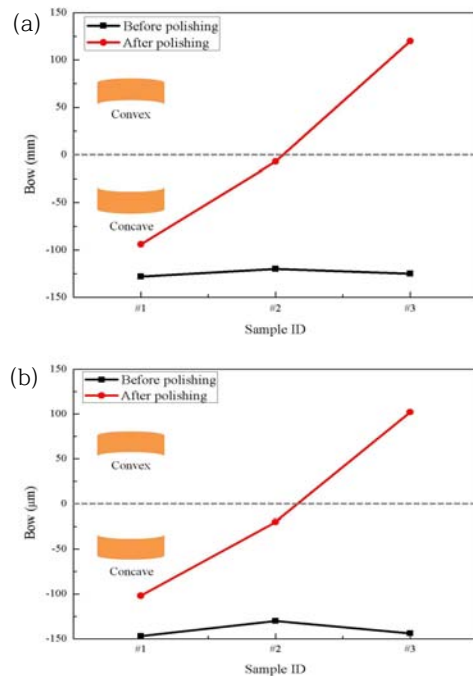


Fig. 4. Bow values of free-standing GaN for before and after mechanical polishing, (a) m-axis and (b) a-axis, respectively.

그림 3은 연마된 3개 샘플의 Ga-polar 면의 AFM 측정 결과이다. 각각의 샘플을 연마 후 평균 거칠기 (roughness average, R_a)값은 연마입자의 크기가 $0.1 \mu\text{m}$ 크기로 연마한 #1은 0.26 nm , $1.0 \mu\text{m}$ 크기로 연마한 #2는 0.87 nm , $3.0 \mu\text{m}$ 크기로 연마한 #3은 2.82 nm 이었다. 이 결과에서 연마입자 크기가 증가하면 Ga-polar면의 표면 거칠기가 커지는 것을 확인하였다. 이는 polishing 과정 중에 표면은 입자 크기에 영향을 직접적으로 받기 때문에 표면 거칠기가 증가하는 것으로 판단된다.

그림 4는 free-standing GaN 기판의 기계적 연마전후 bowing 값을 나타낸 그래프이다. $0.1 \mu\text{m}$ 의 입자 크기를 사용하여 연마한 #1의 m-축은 -128 에서 $-94 \mu\text{m}$ 로 a-축은 -147 에서 $-102 \mu\text{m}$ 로 bowing 값이 각각 변하였다. $1 \mu\text{m}$ 입자 크기로 연마한 #2의 m-축은 -120 에서 $-7 \mu\text{m}$ 로 a-축은 130 에서 $-20 \mu\text{m}$ 로 거의 flat하게 bowing 값이 변하였다. $3 \mu\text{m}$ 입자 크기로 연마한 #3의 m-축은 -125 에서 $+120 \mu\text{m}$ 로 a-축은 -144 에서 $+102 \mu\text{m}$ 로 크게 변하여 연마 전에는 concave 형태의 bowing를 보였지만 연마 후에는 convex 형태의 bowing를 갖게 되었다. 이 결과에서는 Ga-polar 면에 기계적 연마 시에 compressive strain이 완

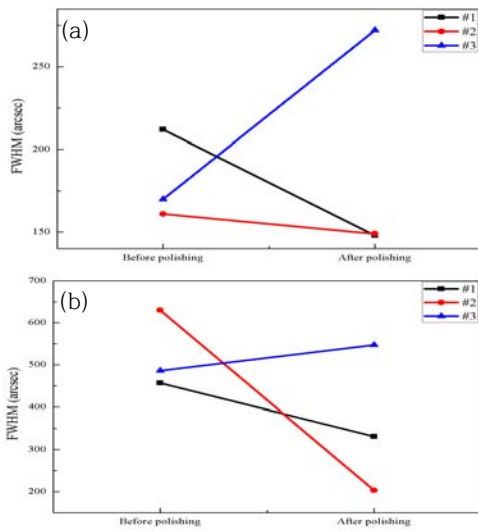


Fig. 5. FWHM values of free-standing GaN for before and after mechanical polishing, (a) (002) plane and (b) (102) plane, respectively.

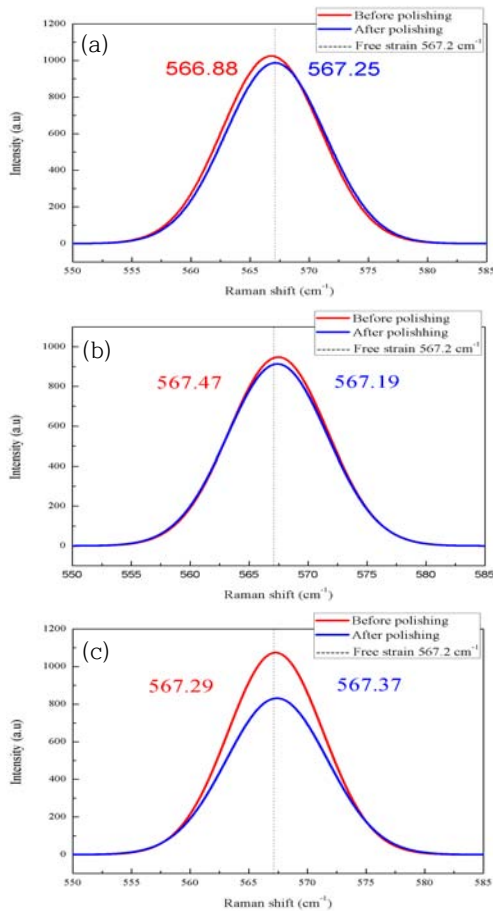


Fig. 6. E₂(high) peak position of Raman measurement for before and after polishing (a) #1, (b) #2, (c) #3, respectively.

화되고, 그 크기는 입자 크기와 비례함을 의미하고 연마 시에 발생하는 표면 변형에 의한 원인으로 판단된다. 연마 전에 free-standing GaN 기판의 3장의 두께는 1.6% 정도 ($310 \mu\text{m} \pm 5 \mu\text{m}$)의 uniformity를 보여주고 있으며, 연마 후에는 2.6% ($265 \mu\text{m} \pm 7 \mu\text{m}$)의 uniformity를 보여주고 있다. 이는 연마된 free-standing GaN 기판의 두께와 연마 량의 차이는 거의 없으므로 주된 원인이 아니며 연마 입자의 크기 변화에 따른 기계적 연마 시에 표면 응력의 변화가 주된 원인으로 판단된다.

그림 5는 기계적 연마를 적용한 후에 bowing이 변한 샘플들의 결정성을 평가하기 위하여 HR-XRD ω -rocking curve의 반치폭을 연마전후로 측정된 결과이다. #1과 #2의 (0002)는 연마 전에는 각각 212, 161 arcsec에서 연마 후에는 148, 149 arcsec로 (10-12)는 연마 전에는 각각 457, 630 arcsec에서 연마 후에는 331, 203 arcsec로 반치폭이 크게 감소하였다. 반면에 연마 후에 bowing이 concave 형태에서 convex 형태로 변한 #3의 (0002)는 연마 전에는 170 arcsec에서 연마 후에는 272 arcsec로 (10-12)는 연마 전에 486 arcsec에서 연마 후에 547 arcsec로 반치폭이 증가하였다. #1, #2에서는 기계적 연마 후에 N-polar 면과 Ga-polar 면의 사이에 존재하던 strain 차이로 인해 존재하던 bowing이 완화되면서 bowing에 의한 FWHM 값의 증가에 반영되었던 영향이 크게 해소된 결과에 의한 것으로 판단된다. #3의 경우 연마전후로 Ga-polar 면에 strain이 크게 변하여 bowing의 형태가 바뀌어 기판의 내부 여러 곳에서 격자 불일치가 나타나 결정성이 감소된 것으로 판단된다.

그림 6은 각 샘플의 기계적 연마 전·후 Raman E₂(High) peak shift를 나타낸 그래프이다. Raman 측정에서 E₂(High) peak의 position은 GaN의 내부에 존재하는 strain에 의해 크게 영향을 받는 것으로 잘 알려져 있으며 [8-12], free-strain GaN층의 E₂(High) peak는 567.2 cm⁻¹로 알려져 있다 [13]. 연마 후 Raman E₂(High) peak변화는 bowing이 감소한 #1은 566.88 cm⁻¹에서 567.25 cm⁻¹로 free-strain GaN 상태인 567.2 cm⁻¹에 가깝게 변화하였으며, 특히 연마 후에 bowing이 거의 flat하게 변한 #2는 567.47 cm⁻¹에서 567.19 cm⁻¹로 free-strain GaN 상태인 567.2 cm⁻¹에 가장 근접하게 변화된 값을 보였다. 반면 #3은 567.29 cm⁻¹에서 연마 후에 567.37 cm⁻¹로 변화 되면서 #1,2와는 반대 방향으로 shift를 보였다. 이로써 Raman E₂(High) peak 측정으로 분석한 strain 변화 결과도 앞서 나온 결과인 HR-XRD 및 bowing 측정

결과와 동일한 경향성을 가지는 것을 확인하였다.

4. 결론

본 연구에서는 HVPE법을 이용하여 성장된 free-standing GaN 기판에서 나타나는 bowing 현상을 후가공을 통해 제어하기 위한 방법을 제시하였다. Concave 형태의 free-standing GaN 기판에 Ga-polar 면을 0.1, 1, 3 μm 의 diamond slurry를 이용하여 연마하였다. 그 결과 연마 입자 크기가 증가할수록 연마된 면에 존재하던 compressive strain이 크게 감소하는 것을 확인하였다. 1 μm 크기의 연마입자로 연마한 free-standing GaN 기판에서 bowing 값이 크게 감소 (85~94% 향상)하였고, HR-XRD로 측정된 FWHM로 기존에 bowing에 의한 FWHM의 증가폭이 크게 감소하였음을 확인하였다. 또한, Raman 측정의 $E_2(\text{high})$ mode로 평가한 strain도 free-strain GaN의 측정값인 567.2 cm^{-1} 에 가까워진 것을 확인할 수 있었다.

본 연구에서는 기계적 연마 시에 사용되는 연마입자 크기를 조절하여 bowing 제어가 가능하였고, strain 감소에 따른 결정성 향상 효과를 확인하였다. 이는 기계적 연마 방법을 이용한 bowing 제어가 고품질 GaN 성장을 위한 homo-epitaxial growth에 도움이 될 것이라고 기대한다.

감사의 글

본 연구는 산업통상자원부의 소재원천 기술개발사업의 지원으로 이루어졌으며 이에 감사드립니다. (과제번호: 10041188)

REFERENCES

- [1] S. Nakamura, T. Mukai, and M. Senon, *Appl. Phys. Lett.*, **64**, 1687 (1994). [DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.111832>]
- [2] C. D. Thurmond and R. A. Rogan, *J. Electrochem. Soc.*, **119**, 622 (1972). [DOI: <http://dx.doi.org/10.1149/1.2404274>]
- [3] C. R. Miskys, M. K. Kelly, O. Ambacher, and M. Stutzmann, *Phys. Stat. Sol. C*, **0**, 1627 (2003). [DOI: <http://dx.doi.org/10.1002/pssc.200303140>]
- [4] M. Mynbaeva, A. Sitnikova, A. Tregubova, and K. Mynbaev, *J. Cryst. Growth*, **303**, 472 (2007). [DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2006.12.041>]
- [5] E. M. Goldys, T. Paskova, I. G. Ivanov, B. Arnaudov, and B. Monemar, *Appl. Phys. Lett.*, **73**, 3583 (1998). [DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.122831>]
- [6] B. Monemar, H. Larsson, C. Hemmingsson, I. G. Ivanov, and D. Gogova, *J. Cryst. Growth*, **281**, 17 (2005). [DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2005.03.040>]
- [7] D. L. Rousseau and J. Raman, *Spectrosc.*, **10**, 94 (1981). [DOI: <http://dx.doi.org/10.1002/jrs.1250100116>]
- [8] P. Perlin, C. Jaubertie-Carillon, J. P. Itie, A. S. Miguel, I. Grzegory, and A. Polian, *Phys. Rev. B*, **45**, 83 (1992). [DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.45.83>]
- [9] C. Kisielowski, J. Krueger, S. Ravimov, T. Suski, J. W. Ager III, E. Jones, Z. Liliental-Weber, M. Rubin, E. R. Weber, M. D. Bremser, and R. F. Davis, *Phys. Rev. B*, **54**, 17745 (1996). [DOI: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.54.17745>]
- [10] M. Seon, T. Prokofyeva, M. Holtz, S. A. Nikishin, N. N. Fleev, and H. Temkin, *Appl. Phys. Lett.*, **76**, 1842 (2000). [DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.126186>]
- [11] T. Prokofyeva, M. Seon, J. Vanbuskirk, M. Holtz, S. A. Nikishin, N. N. Fleev, H. Temkin, and S. Zollner, *Phys. Lett.*, **76**, 1842 (2000).
- [12] Y. J. Choi, H. K. Oh, J. G. Kim, H. H. Hwang, H. Y. Lee, W. J. Lee, B. C. Shin, and J. H. Hwang, *Phys. Status Solidi, C*, **7**, 1770 (2010). [DOI: <http://dx.doi.org/10.1002/pssc.200983632>]
- [13] C. Nootz, A. Schulte, and L. Chernyak, *Appl. Phys. Lett.*, **80**, 1355 (2002). [DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1449523>]