

文章编号: 1001-3806(2006)03-0301-03

## GaN 基材料局域光学厚度均匀性的检测方法

陈贵宾<sup>1,2</sup>

(1. 淮阴师范学院 物理系 低维材料化学省重点建设实验室, 淮阴 223001; 2 中国科学院 上海技术物理研究所 红外物理国家重点实验室, 上海 200083)

**摘要:** 为了表征严重影响材料生长和器件性能均匀性的微米尺度的局域非均匀性, 采用非接触、快捷的荧光光谱的测量方法, 并经数据处理后直接得到微米量级薄膜光学厚度参数的均匀性。结果表明, 拟合后获得的斜率分布均匀性可直接反映材料厚度的均匀性, 可为材料生长工艺优化研究提供重要的信息。

**关键词:** 激光技术; GaN 基材料; 局域光学厚度; 荧光光谱

中图分类号: TB34 文献标识码: A

### Uniformity test of the local optical thickness for GaN-based material

CHEN Gui-bin<sup>1,2</sup>

(1. Jiangsu Key Laboratory for Chemistry of Low Dimensional Material, Department of Physics, Huaiyin Teachers College, Huaiyin 223001, China; 2 National Laboratory for Infrared Physics, Shanghai Institute of Technical Physics, the Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200083, China)

**Abstract** Based on the interference signal in the micro-photoluminescence ( $\mu$ -PL) spectra, a practical method of getting local optical thickness for GaN-based material is presented. By means of analyzing the sequence energy of interference peaks, the optical thickness of the GaN-based films can be determined. The non-uniformity of the fitted parameter can correspondingly show that of the optical thickness. This can give the important information for optimizing the material growth technique.

**Key words** laser technique; GaN-based material; local optical thickness; photoluminescence spectra

### 引 言

光电子材料是发展光电信息技术的先导和基础, 是发展最快、最有前途的信息材料, 光电子材料与器件已成为我国高技术研究发展的战略性技术领域之一。

族氮化物 GaN, AlN, InN 可形成连续固溶体, 其带隙能覆盖从红光波段的 0.7 eV (InN) 到紫外波段的 6.2 eV (AlN) 这一很宽的范围, 加上其具备高发光效率、高热导率、耐高温、抗辐射、耐酸碱、高强度和高硬度等特性, 成为制作红、黄、绿, 特别是蓝光发光二极管 (LED)<sup>[1]</sup>、激光二极管 (LD)<sup>[2,3]</sup>、大功率晶体管的理想材料, 在可见光源和紫外光源领域有着广阔的应用前景。蓝、绿光二极管具有体积小、冷光源、响应时间短、防爆、节能和使用寿命长等特点, 可用于大屏幕彩色显示、汽车照明和交通信号、多媒体显示、光通讯等

领域; 白光二极管可广泛替代传统的白炽灯、日光灯等电光源; 蓝光激光器具有短波长、体积小、容易制作高频调制等特点, 将取代目前红外激光等广泛应用于民用和军事上, 可在光纤通讯、光电探测、数据存储 (将使光盘的存储量提高数倍) 及激光高速印刷领域大显身手。

自从 1992 年, 被誉为 GaN 产业应用鼻祖的美国 NAKAMURA 教授制造出第 1 个 GaN 基发光二极管以来, GaN 基半导体薄膜、单晶材料生长技术、光电器件方面的技术取得了重大突破<sup>[4,5]</sup>, GaN 基半导体材料的生长工艺的研究受到广泛关注。大尺寸且均匀的 GaN 基材料的生长具有较大难度, 必定制约器件均匀性和性能的提高。GaN/InGaN 量子阱是发光二极管的有源区, 其层厚决定发光波长, 晶体质量影响发光效率。导致材料非均匀性主要包括设备结构、生长工艺参数以及衬底表面的清洁度和光洁度等因素, 其中设备结构与生长工艺参数导致的非均匀性范围通常较大, 而由衬底问题导致微小区域的非均匀性问题, 对器件质量损害是严重的。大范围非均匀性容易检测, 可以通过常规的透射、反射等光谱方法 (光斑直径通常在几个毫米以上); 而微区, 如微米量级的非均匀性采用常规的光学方法则难以进行, 目前, 还未见有采用非

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (10234040); 上海市科技攻关计划资助项目 (036511008); 江苏省高校自然科学基金资助项目 (05KJB140038)

作者简介: 陈贵宾 (1972-), 男, 博士, 主要从事光电功能材料生长、器件制备及性能优化等。

E-mail: gbchen@mail.sip.ac.cn

收稿日期: 2005-02-28 收到修改稿日期: 2005-10-24

破坏、快捷地检测区域性非均匀性技术的报道,而这些非均匀性信息对材料生长工艺改进是十分重要的。作者在单层 GaN 薄膜厚度检测的基础上,介绍通过微区荧光光谱的测量直接获得材料中所测试区域的光学厚度,达到高空间分辨率光学厚度检测的目的。

## 1 实验

### 1.1 GaN基材料制备

所采用的氮化镓基材料是采用金属有机化学气相沉积 (metal organic chemical vapor deposition, MOCVD) 方法外延生长的 GaN-LED 材料,衬底为蓝宝石 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 波长 400nm~500nm 范围内折射率  $n \approx 1.78$ ) 的 (0001) 面。其中多量子阱 InGa<sub>0.1</sub>N/GaN 中 In 组分为 0.1, AlGa<sub>0.1</sub>N/GaN 超晶格中 Al 的组分约为 0.2。多量子阱、超晶格均只有 5 个周期,总厚度分别约为 60nm 和 50nm,其它外延层的厚度均在微米量级。图 1 为 GaN 基外延材料的结构示意图。

Mg-doped p-GaN mono-crystal
Mg-doped p-Al <sub>0.2</sub> Ga <sub>0.8</sub> N/GaN superlattice
Mg-doped p-GaN mono-crystal
In <sub>0.1</sub> Ga <sub>0.9</sub> N/GaN multiquantum well
Si-doped n-GaN mono-crystal
GaN mono-crystal
GaN multi-crystal
substrate of sapphire(1000)plane

Fig 1 Schematic structure of GaN-based material

### 1.2 显微荧光光谱测量

显微荧光光谱测试设备为英国 ACCENT 公司生产的 RPM 2000 型荧光光谱仪,其中探测器为电荷耦合器件 (CCD); 激光器为 K 系列的 He-Cd 激光器,激光波长为 325nm。荧光测试的条件为:室温 28.3°C; 激光器的功率为 6.4mW。

对生长好的材料选择不同的位置进行显微荧光光谱 ( $\mu$ -PL) 测试。两个不同位置的  $\mu$ -PL 实验结果如图 2 中的细线所示,可以看出其中存在明显的振荡干

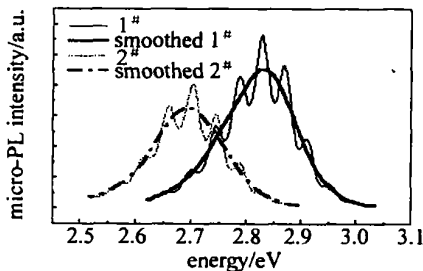


Fig 2  $\mu$ -PL measured spectra (thin) and smoothed lines (thick) for different position

涉信号。对测量的光谱经简单处理可以得到与薄膜光学厚度密切相关的振荡干涉条纹的信息,并从干涉振荡条纹直接获得所探测材料区域的光学厚度,达到材料光学厚度高空间分辨率检测的目的。

## 2 结果及分析

### 2.1 $\mu$ -PL 空间分辨率的讨论

该方法涉及的主要技术是显微荧光测量和数据处理。显微荧光光谱的测量技术具有高空间分辨率、高信噪比等优点,在半导体材料的光学性质研究中得到广泛采用<sup>[6-8]</sup>。荧光光谱测试的空间分辨率由聚焦到样品表面的激光光斑尺寸决定,而激光光斑直径  $\Phi$  可通过下式估算:

$$\Phi = \frac{1.22\lambda}{NA} \quad (1)$$

式中,  $\lambda$  为激光波长,  $NA$  为显微物镜的数值孔径。对于波长为 514.5nm 的 Ar<sup>+</sup> 激光和数值孔径为 0.90 的 100 $\times$  物镜,容易得到聚焦光斑的直径  $\Phi = 0.69\mu\text{m}$ 。如果采用波长为 325nm 的紫外激光,就可将光斑聚焦到 0.5 $\mu\text{m}$  以下,即达到亚微米的分辨水平,大大提高了检测的空间分辨率。

### 2.2 光学厚度的获取

由于所研究的材料中 In 或 Al 的组分值均比较低, InGa<sub>0.1</sub>N、AlGa<sub>0.1</sub>N 层厚度均非常薄,故可忽略 InGa<sub>0.1</sub>N、AlGa<sub>0.1</sub>N 层的影响而使多层结构简化为单层薄膜的情形。首先对光谱经数据处理获得其中的振荡干涉谱:即采取常用的数据处理方法,如傅里叶滤波函数等消除数据中的振荡条纹,获得光滑曲线。具体实施途径采用商业化的 ORIGIN 软件菜单 Analysis 中“Smooth / FFT filter...”的曲线光滑功能对光谱进行光滑处理(光滑过程中的点数取 13~15),光滑后曲线在图 2 中同时给出(粗线),明显显示出与非均匀性导致的荧光峰位的显著变化;再用原始测量结果中强度数值除以光滑后相应能量处的强度可以获得单纯的振荡干涉光谱。其次利用 ORIGIN 软件菜单 Tools 中的“pick peaks”获得干涉峰位对应的能量值,将读出的干涉峰能量位置,按峰位的能量值大小顺序,从小到大赋以序号;以序号为横坐标,峰位能量为纵坐标即得到图 3 中

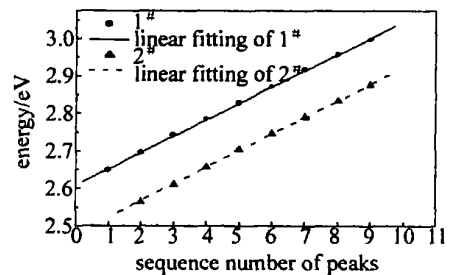


Fig 3 Linear fitted results of experimental interference peaks (points)

的结果(点),并利用函数  $Y = A + B \times X$  进行线性拟合。从拟合的结果可以看出,峰位的能量值依次构成非常好的线性关系,这从一个侧面同时证实等间距振荡谱线确实来自干涉,表明数据处理过程是可行的,而光滑后的

谱线 (见图 2 中粗线) 才是材料真实的荧光光谱。

拟合获得的斜率  $B$  就等于干涉谱中的相邻干涉峰之间的能量间隔, 相邻干涉峰的能量差与光学厚度  $nd$  有关 (成反比关系), 也就是说线性拟合获得的斜率  $B$  的分布均匀性就直接反映了材料光学厚度分布的均匀性。同时, 第  $k$  个干涉极大的能量值  $E_k$  与材料的折射率  $n$  和厚度  $d$  之间存在关系  $E_k = \frac{h c}{2 n d}$  所以斜率就是  $\frac{h c}{2 n d}$ , 其中  $h$  是普朗克常数,  $c$  是光速。所以光学厚度  $L$  与参数  $B$  之间有关系式:

$$L = n d = \frac{h c}{2 B} = \frac{0.6199}{B} (\mu\text{m}) \quad (2)$$

拟合的结果及相应的光学厚度  $L$  在表 1 中给出。表 1

Table 1 Fitted results of the interference patterns at different position

position	A / eV	B / eV	L / $\mu\text{m}$	d / $\mu\text{m}$
1 <sup>#</sup>	2.609 ± 0.001	0.0435 ± 0.0003	14.2 ± 0.1	5.92
	2.479 ± 0.002	0.0443 ± 0.0003	14.0 ± 0.1	
2 <sup>#</sup>				5.83

的结果表明, 位置 1<sup>#</sup> 的光学厚度比位置 2<sup>#</sup> 的大了 1.4%, 相应地导致荧光峰位发生了明显的变化 (见图 2), 相应地所制备发光二极管的中心发光波长也一定存在较大的不均匀性。同时, 由于多量子阱层、超晶格层中的组分变化、所占厚度均非常小, 将薄膜材料折射率的变化忽略不计, 而用 GaN 材料折射率 (取  $n=2.4$ , GaN 的折射率的变化: 413.33nm 附近约为 2.49, 496.0nm 附近约为 2.38) 作为薄膜材料折射率的数值, 即可获得材料几何厚度的参考数值。对于位置 1<sup>#</sup> 和位置 2<sup>#</sup> 分别是 5.92  $\mu\text{m}$  和 5.83  $\mu\text{m}$ , 同时列入表 1 中。有了各测量点的光学厚度  $L$ , 采用常规的统计方法就可直接得到其厚度均匀性及厚度的分布特征; 如果能通过微区荧光光谱的面扫描测量来直接获得高分辨率的局域光学厚度二维分布图像, 直观描述由衬底表面状况相关因素引起的非均匀性, 就可以为材料生长过程中衬底的表面处理、进行材料筛选等提供直接依据, 最终可为制备出高性能的器件提供保证, 能够很大程度上节约材料、器件的生产成本。

### 3 结束语

GaN 基材料中的局域非均匀性严重影响器件质量的一致性, 对材料生长工艺的优化也具有重要意义。作者详细介绍了通过  $\mu$ -PL 谱方法测量并通过 PL 谱中的振荡干涉峰进行简单数据处理获取 GaN 基材料微米量级的厚度非均匀性的方法, 该方法具有非接触、快捷的特点。获得的光学厚度  $L$  与数据拟合获得的斜率  $B$  之间具有关系式  $L = \frac{0.6199}{B} (\mu\text{m})$ 。如果能将该方法与面扫描测量相结合即可以获得高分辨率的局域光学厚度二维分布图像, 直观描述由衬底表面状况相关因素引起的非均匀性, 直接反映了材料生长工艺中衬底表面处理状况, 可为最终制备出高性能的器件提供保证。

感谢中国科学院上海技术物理研究所红外物理国家重点实验室陆卫研究员、李志锋研究员和物理研究所周均铭研究员的支持。

### 参 考 文 献

- [1] LESTER S D, PONCE F A, CRAFORD M G *et al* High dislocation densities in high efficiency GaN-based light emitting diodes [J]. *A P L*, 1995, 66(10): 1249~1251.
- [2] NAKAMURA S, SENOH M, NAGAHAMA S *et al* Optical gain and carrier lifetime of InGaN multiquantum well structure laser diodes [J]. *A P L*, 1996, 69(11): 1568~1570.
- [3] LANG J H, GU B, XU Y *et al* The GaN-based semiconductor materials LDs [J]. *Laser Technology*, 2003, 27(4): 321~324 (in Chinese).
- [4] NAKAMURA S, MUKA I T. High-quality InGaN films grown on GaN films [J]. *Japan J A P*, 1992, 31(10B): L1457~L1459.
- [5] LI Z L, HU X D, ZHANG B *et al* Thin film GaN-based membranes by laser lift-off and cleaved InGaN LD facet [J]. *Laser Technology*, 2004, 28(1): 29~32 (in Chinese).
- [6] LI Z Q, CHEN H, LIU H F *et al* Photoluminescence study of Si doping cubic GaN grown on (001) GaAs substrates by MBE [J]. *J Crystal Growth*, 2001, 227~228: 420~424.
- [7] RESHCHIKOV M A, HUANG D, YUN F *et al* Photoluminescence of GaN grown by molecular beam epitaxy on a freestanding GaN template [J]. *A P L*, 2001, 79(23): 3779~3781.
- [8] CHEN G B, LIU W, MAO Z L *et al* Study on implantation induced intermixing effect of quantum well by using photoluminescence spectroscopy [J]. *Acta Physica Sinica*, 2002, 51(3): 659~662 (in Chinese).