

# MOCVD 生长高反射率 AlN/GaN 分布布拉格反射镜\*

尚景智<sup>1</sup>, 张保平<sup>1\*\*</sup>, 吴超敏<sup>1</sup>, 蔡丽娥<sup>1</sup>, 张江勇<sup>1,2</sup>, 余金中<sup>1,2</sup>, 王启明<sup>1,2</sup>

(1. 厦门大学物理系, 半导体光子学研究中心, 福建 厦门, 361005; 2. 中国科学院半导体研究所集成光电子学国家重点联合重点实验室, 北京 100083)

**摘要:** 利用金属有机物化学气相沉积(MOCVD)方法在蓝宝石c面衬底上制备出高反射率AlN/GaN分布布拉格反射镜(DBR)。利用分光光度计测量,在418 nm附近最大反射率达到99%。样品表面显微照片显示,有圆弧缺陷和少量裂纹出现;在缺陷和裂纹以外的区域, DBR具有较为平坦的表面,其粗糙度在 $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ 面积上为3.3 nm左右。样品的截面扫描电镜(SEM)照片显示, DBR具有良好的周期性。对反射率和表面分析的结果表明,该样品达到了制备GaN基垂直腔面发射激光器(VCSEL)的要求。

**关键词:** 金属有机物化学气相沉积(MOCVD); 分布布拉格反射镜(DBR); 高反射率; 氮化物

**中图分类号:** TN248.4 **文献标识码:** A **文章编号:** 1005-0086(2008)12-1592-03

## MOCVD growth of high reflectivity AlN/GaN distributed Bragg reflectors

SHANG Jing-zhi<sup>1</sup>, ZHANG Bao-ping<sup>1\*\*</sup>, WU Chao-min<sup>1</sup>, CAI Li-e<sup>1</sup>, ZHANG Jiang-yong<sup>1,2</sup>, YU Jin-zhong<sup>1,2</sup>, WANG Qi-ming<sup>1,2</sup>

(1. Department of Physics and Semiconductor Photonics Research Center, Xiamen University, Xiamen 361005, China; 2. State Key Laboratory on Integrated Optoelectronics, Institute of Semiconductors, Chinese Academy of Science, Beijing 100083, China)

**Abstract:** A high reflectivity AlN/GaN distributed Bragg reflector (DBR) is grown on c-plane sapphire substrate by metalorganic chemical vapor deposition(MOCVD). A peak reflectivity of 99% is observed around 418 nm by spectrophotometer. Compass shape defects and a few cracks are observed on the surface. The surface root mean square(RMS) of roughness in the flat area is around 3.3 nm over a  $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$  area. The cross-sectional scanning electron microscope (SEM) image reveals the good periodicity of DBR. Considering the peak reflectivity and surface morphology, the DBR can be used to fabricate GaN-based vertical cavity surface emitting laser(VCSEL).

**Key words** metalorganic chemical vapor deposition(MOCVD); distributed Bragg reflector(DBR); high reflectivity; nitride

## 1 引言

目前,用于GaN基垂直腔面发射激光器(VCSEL)中的分布布拉格反射镜(DBR)主要有介质材料和氮化物材料。与 $\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2$ 等介质膜DBR<sup>[1]</sup>相比,氮化物DBR的折射率差较小,要获得满足激射条件的高反射率氮化物DBR结构,常需更多的周期数(25~60周期)。在氮化物DBR中,已经尝试过 $\text{AlInN}/\text{GaN}$ <sup>[2]</sup>、 $\text{AlN}/\text{GaN}$ <sup>[3]</sup>、 $\text{AlGaIn}/\text{GaN}$ <sup>[4]</sup>和 $\text{AlGaIn}/\text{AlGaIn}$ <sup>[5]</sup>等多周期的DBR结构,其中AlN/GaN DBR结构具有较大的折射率差、所需的周期数相对较少等特点,目前已引起了格外的关注并有实验报道<sup>[6]</sup>。然而,由于AlN和GaN间有较大的晶格失配(~2.4%)和热膨胀系数差异(~25%)<sup>[7]</sup>,DBR中存在大量的应力和因此造成的位错和裂纹<sup>[3]</sup>,从而降低其光学质

量,使得其最大反射率和阻带宽度比理论结果要低很多。因此,生长具有高反射率和高质量AlN/GaN DBR结构仍然比较困难。

本文通过调整GaN缓冲层厚度,采用金属有机物化学气相沉积(MOCVD)方法制备出了中心波长在418 nm的高反射率(99%)AlN/GaN DBR。虽然光学显微镜下样品表面有圆弧缺陷和少量裂纹出现,但缺陷和裂纹以外区域相对比较平整。原子力显微镜(AFM)测量显示样品在 $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ 面积上的粗糙度约为3.3 nm。样品的横断面扫描电镜(SEM)照片显示DBR有良好的周期性。

## 2 实验

采用低压Thomas Swan MOCVD系统在蓝宝石c面衬底

\* 收稿日期: 2008-03-25 修订日期: 2008-09-06

\* 基金项目: 国家高技术研究“863”计划资助项目(2006A A03Z409)

\*\* E-mail: bzhang@xmu.edu.cn

上制备 AlN/GaN DBR 样品。II 族 Ga 源和 Al 源分别采用三甲基镓(TMGa)和三甲基铝(TMAI), V 族 N 源使用 NH<sub>3</sub>。样品结构如图 1 所示。首先使用标准的两步生长法生长~ 1.3 μm 的 GaN 缓冲层,生长前先在 1100 °C 高温下对衬底热处理 10 min,然后在 H<sub>2</sub> 气氛下生长 25 nm 低温 GaN 成核层,再升高温度到 1035 °C,生长~ 1.3 μm 的 GaN 缓冲层。然后,调整生长温度到 1030 °C,将气氛从 H<sub>2</sub> 调整为 N<sub>2</sub> 气氛,重复交替生长 AlN 和 GaN 制备 DBR。生长 AlN 和 GaN 过程中,NH<sub>3</sub> 流量分别为~ 3.5 和~ 5.0 slm,TMAI 和 TMGa 流量分别为 26.7 和 97.6 μmol/min。设计 DBR 中心波长为 420 nm,相应的 AlN/GaN DBR 厚度分别设为 47.3 和 42.7 nm,交替重复生长 35 周期。在保证较好的 GaN 缓冲层晶体质量和表面状况的同时,尽量降低了 GaN 缓冲层的厚度(~ 1.3 μm)。

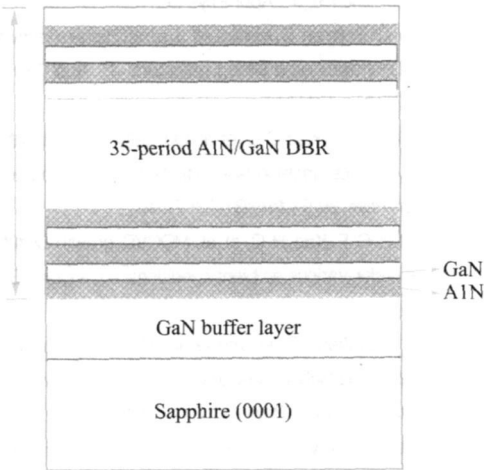


图 1 样品的结构示意图

Fig. 1 Schematic structure of the DBR

利用 Olympus BX51M 金相显微镜观察了样品表面;使用 Seiko SPA400 AFM 的轻敲模式测量了样品表面微区的粗糙度;利用 XL30 ESEM 观察了样品的横断面;采用 Cary 5000 分光光度计,在近垂直入射条件下测量了 AlN/GaN DBR 样品的反射谱。

### 3 结果和讨论

图 2 是样品表面的显微镜照片,光学显微镜下放大倍数为 50 倍。为使表面形貌更加清晰,拍摄中使用了暗场。样品表面观察到少量裂纹,密度约为  $2.5 \text{ mm}^{-1}$ 。此外,有圆弧形缺陷结构出现。裂纹和缺陷的产生,可能来自 DBR 结构中伴随生长累积的应力,该应力起源于 AlN/GaN 间的较大晶格失配和热膨胀系数的不同。裂纹和缺陷以外较为平整。使用 AFM 的轻敲模式测得  $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$  和  $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$  面积上的粗糙度分别为 3.3 和 3.0 nm,其中  $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$  表面形貌照片如图 3 所示。该样品表面裂纹少于 Schenk 等人<sup>[8]</sup>报道 21 周期 Al<sub>0.39</sub>Ga<sub>0.61</sub>N/GaN DBR 的结果,其原因可能是我们减少了缓冲层厚度所致。因为这样做可以通过利用蓝宝石衬底对 GaN 缓冲层的背景压应力<sup>[9]</sup>,使得 GaN 缓冲层的 a 轴晶格常数比无应变状态小,进而减少其与 DBR 结构中首先生长的 AlN 层

间晶格失配,最终达到减少裂纹的目的。Yao 等人<sup>[7]</sup>曾将 GaN 缓冲层厚度降得更低(~ 1 μm),获得了无裂纹的表面,但是其表面粗糙度(~ 8 nm)比本文所得结果大很多,而粗糙的表面将不利于后续器件结构的生长。

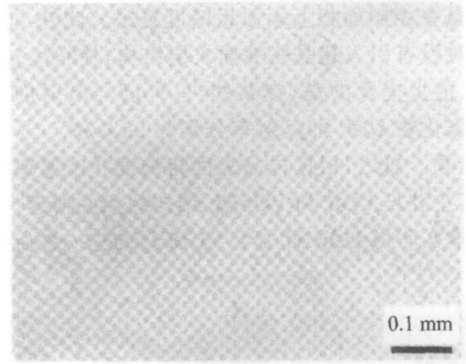


图 2 DBR 表面在光学显微镜下放大 50 倍的显微照片

Fig. 2 Plan view optical microscope image with 50× magnification of DBR

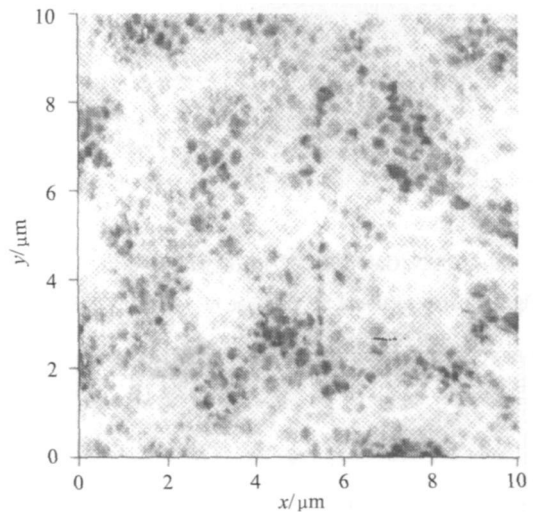


图 3 AFM 测量所得 DBR 表面形貌

Fig. 3 AFM image of AlN/GaN DBR over  $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$  surface area

图 4 是样品横断面的 SEM 照片,可以清楚地看到,蓝宝石衬底上生长的 GaN 缓冲层和 AlN/GaN DBR 两部分。DBR 中 GaN 为亮白色条纹,AlN 为暗黑色条纹,两种材料的排列有良好重复性,相应的每层厚度均匀一致。这表明,本研究所得 DBR 具有良好的周期性。

图 5 是样品在近垂直入射情况下测得的反射谱,中心波长为 418 nm,最大反射率达到 99%,半高宽为 40.5 nm,高反带(> 97%)为 9.8 nm。此结果与 Ive 等人<sup>[10]</sup>使用分子束外延系统在 SiC 衬底上生长的 AlN/GaN DBR 相似。而相对于 AlInN/GaN<sup>[2]</sup>、AlGaIn/GaN<sup>[4]</sup> DBR,在相同工作波段并有相同最大反射率的情形下,本文的 DBR 不仅对数更少,而且具有更大的半高宽。此优点在生长 GaN 基 VCSEL 结构时允许量子阱发光波段有更大的调整范围,进而

将易于实现激光激射。已经实现了光泵和电注入 GaN 基 VCSEL 激射的 Wang 等人<sup>[6,11]</sup>所使用的 AlN/GaN DBR 中,通过引入超晶格等插入层结构消除了表面裂纹,获得了  $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$  面积上  $3.5\ \text{nm}$  的粗糙度。与之相比,虽然我们的样品表面有少量裂纹,但与其有相近的最大反射率,并且在相同面积上表面粗糙度更小。此外,本文在制备 DBR 时没有引入超晶格等插入层结构,使得生长过程大为简化。值得提及的是,在某些<sup>[12,13]</sup>已经激射的 VCSEL 结构中,氮化物 DBR 的反射率分别为 98% 和 94%, 小于本文所得结果。总之,根据样品表面粗糙度和反射率的结果,并对比其它波长 DBR 和 VCSEL 结构的相关报道<sup>[4, 15]</sup>, 我们认为, 本文所得 DBR 可用于 VCSEL 的进一步研究。

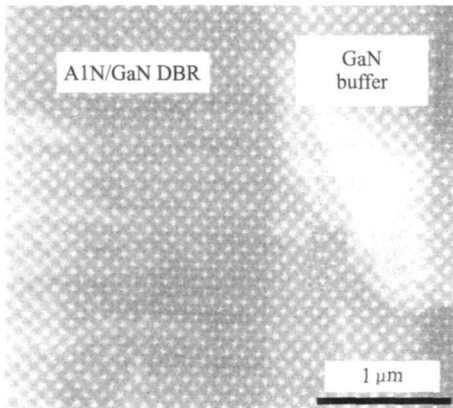


图 4 AlN/GaN DBR 样品横断面 SEM 照片

Fig. 4 Cross sectional SEM image of AlN/GaN DBR

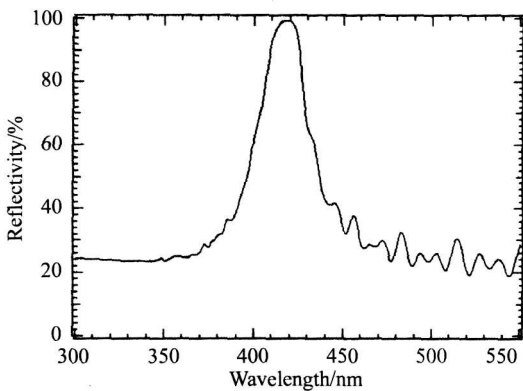


图 5 AlN/GaN DBR 样品的反射谱

Fig. 5 Reflectance spectrum of AlN/GaN DBR

### 4 结论

利用 MOCVD 系统制备了高反射率 AlN/GaN DBR, 其工作波长在 418 nm 附近最大反射率达到 99%。虽然样品表面有圆弧形缺陷和少量裂纹产生,但其余部分较为平整。样品断面的 SEM 照片表明, DBR 中两种材料的交替排列结构有良好的周期性和均匀的周期厚度。从反射率和表面粗糙度的分析表明, 该研究所制备的 DBR 可用于 GaN 基 VCSEL。

### 参考文献

- [1] Tawara T, Gotch H, Akasaka T, et al. Low threshold lasing of InGaN vertical cavity surface emitting lasers with dielectric distributed Bragg reflectors[J]. Appl Phys Lett, 2003, 83(5): 830-832.
- [2] Feltin E, Butté R, Carlin J F, et al. Lattice-matched distributed Bragg reflectors for nitride-based vertical cavity surface emitting lasers[J]. Electron Lett, 2005, 41(2): 94-95.
- [3] Huang G S, Lu T C, Yao H H, et al. Crack-free GaN/AlN distributed Bragg reflectors incorporated with GaN/AlN superlattices grown by metalorganic chemical vapor deposition[J]. Appl Phys Lett, 2006, 88(6): 0619041-0619043.
- [4] Diagne M, He Y, Zhou H, et al. Vertical cavity violet light emitting diode incorporating an aluminum gallium nitride distributed Bragg mirror and a tunnel junction[J]. Appl Phys Lett, 2001, 79(22): 3720-3722.
- [5] Mitrcanov O, Schmidt S, Manfra M J, et al. High-reflectivity ultraviolet AlGaIn/AlGaIn distributed Bragg reflectors[J]. Appl Phys Lett, 2006, 88(17): 1711011-1711013.
- [6] Wang S C, Lu T C, Kao C C, et al. Optically pumped GaN based vertical cavity surface emitting lasers: technology and characteristics[J]. Jpn J Appl Phys, 2007, 46(8B): 5397-5407.
- [7] Yao H H, Lin C F, Kuo H C, et al. MOCVD growth of AlN/GaN DBR structures under various ambient conditions[J]. J Cryst Growth, 2004, 262: 151-156.
- [8] Scherk H P D, Mierry P de, Venregues P, et al. In situ growth monitoring of distributed GaN/AlGaIn Bragg reflectors by metalorganic vapor phase epitaxy[J]. Appl Phys Lett, 2002, 80(2): 174-176.
- [9] Harutyunyan V S, Aivazyan A P, Weber E R, et al. High-resolution x-ray diffraction strain-stress analysis of GaN sapphire heterostructures[J]. J Phys D: Appl Phys, 2001, 34: A35-A39.
- [10] Iye T, Brandt O, Ploog K H. Conductive and crack free AlN/GaN: Si distributed Bragg reflectors grown on 6H-SiC(0 0 0 1)[J]. J Cryst Growth, 2005, 278: 355-360.
- [11] Lu T C, Kao C C, Kuo H C, et al. CW lasing of current injection blue GaN based vertical cavity surface emitting laser[J]. Appl Phys Lett, 2008, 92(14): 1411021-1411023.
- [12] Someya T, Werner R, Forchel A, et al. Room temperature lasing at blue wavelengths in Gallium Nitride microcavities[J]. Science, 1999, 285(5435): 1905-1906.
- [13] Kao C C, Peng Y C, Yao H H, et al. Fabrication and performance of blue GaN based vertical cavity surface emitting laser employing AlN/GaN and Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> distributed Bragg reflector[J]. Appl Phys Lett, 2005, 87(8): 0811051-0811053.
- [14] HAN Jun, LI Jianjun, DENG Jun, et al. Wide reflected angle DBR red light LED[J]. Journal of Optoelectronics • Laser(光电子·激光), 2008, 19(4): 456-458. (in Chinese)
- [15] WANG Qiqi, CAO Yulian, HE Guorong, et al. Theoretical design method of strain compensated quantum well in high power VCSELs[J]. Journal of Optoelectronics • Laser(光电子·激光), 2008, 19(3): 304-307. (in Chinese)

作者简介:

尚景智 (1984-), 硕士研究生, 主要从事 GaN 基光电子材料和器件的 MOCVD 生长与测试分析。