

# GaN 的 RBS/沟道、X 射线双晶衍射 和光致发光谱\*

姚冬敏 辛 勇 王 立 李述体 熊传兵 彭学新 刘念华 江风益

(南昌大学材料科学研究所, 南昌 330047)

**摘要:** 采用卢瑟福背散射及沟道效应、X 射线双晶衍射和光致发光谱三种技术对两类未故意掺杂的 MOVPE 生长的 GaN 样品进行综合测试。它们在表征 GaN 单晶膜质量方面结果一致。

**关键词:** GaN; RBS/沟道; X 射线双晶衍射; 光致发光

**PACC:** 7360F; 6855; 7920N; 7855; 6110

**中图分类号:** TN304. 2<sup>1</sup> 3    **文献标识码:** A    **文章编号:** 0253-4177(2000)05-0437-04

## Rutherford Backscattering and Channeling, Double Crystal X-ray Diffraction and Photoluminescence of GaN<sup>\*</sup>

YAO Dong-min, XIN Yong, WANG Li, LI Shu-ti, XIONG Chuan-bing,  
PENG Xue-xin, LIU Nian-hua and JIANG Feng-yi

(Institute of Materials Science, Nanchang University, Nanchang 330047, China)

Received 9 February 1999, revised manuscript received 4 May 1999

**Abstract:** Rutherford Backscattering and Channeling、double crystal X-ray diffraction、photoluminescence technique are used to study the quality of undoped GaN layers grown by organometallic vapor phase epitaxy on Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> substrates. The results show that they have good agreements with each other in characterizing the quality of GaN films.

**Key words:** GaN; RBS/channeling; XRD; PL

**PACC:** 7360F; 6855; 7920N; 7855; 6110

\* 国家“863”新材料领域及国家自然科学基金, 江西省跨世纪人才基金等资助项目[Project Supported by National High Technology (863) Research and Development Program of China, by National Natural Science Foundation of China and by Foundation for Scientists Going Beyond the Century].

姚冬敏 女, 1972年出生, 研究生, 当前从事 GaN 发光物理工作。

江风益 男, 1963年出生, 教授, 当前从事 GaN 发光材料及器件研究工作。

1999-02-09收到, 1999-05-04定稿

**Article ID:** 0253-4177(2000)05-0437-04

## 1 引言

GaN 及其固溶体(GaInAlN)的禁带宽度覆盖了1.9—6.2eV,是直接跃迁材料,可用于制造从可见光到紫外波段的光电器件<sup>[1]</sup>.因而备受广大科技工作者的关注.目前从事GaN 研究的研究组很多,用来表征GaN 薄膜质量及其特性的方法也很多.其中光致发光是最基本、最重要的一种方法.这一方面是由于其实验数据采集和样品制备简单,另一方面也因它能提供半导体能带结构、声子结构、束缚和自由激子行为等基本物理性质.GaN 外延薄膜虽然也称为单晶,但它还是由许多晶体的马赛克结构组成<sup>[2—4]</sup>.在GaN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>异质外延中,由于生长层与衬底晶体间存在较大的晶格失配和热失配,难以获得结晶性优良的半导体单晶膜.因此,研究外延层的结晶学特性十分必要.X 光双晶衍射测量特别适合测量结晶学特性.上述手段在测定薄膜厚度、组分配比、掺杂元素分布等问题上遇到了困难,而卢瑟福背散射(Rutherford Backscattering Spectrometry)/沟道(channeling)技术则可以获得薄膜外延层和过渡层的厚度、杂质分布、结晶品质等重要信息.迄今为止,采用这一手段研究GaN 的文章并不多<sup>[5—8]</sup>.本文采用RBS/channeling、X 光双晶衍射及光致发光技术对两类未故意掺杂的GaN 样品进行综合测试和分析比较,得到了一些有价值的信息.

## 2 实验

GaN 外延膜是在(0001)面 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>衬底上,用自行研制的立式旋转MOVPE 系统,NH<sub>3</sub>、TMGa 分别作为N 源和 Ga 源,采用两步生长法生长的.即先低温(约520℃)生长GaN 缓冲层,厚度约15nm,再升高温度到1060℃,重新结晶6min,生长GaN 外延膜.本文使用两类样品,其中A 类样品的V、III族流量摩尔比为6600,B 类样品的V、III族流量摩尔比为12000.样品的光致发光(PL)谱的激发光源是He-Cd 激光器线325nm(15mW),发射光经光栅单色仪分光,由光电倍增管接收后,通过计算机采样收集数据.采用中国科学院上海冶金研究所研制的双晶衍射仪,进行样品的双晶衍射回摆曲线测试,选用Cu 靶X 射线管作为光源,所用电压为30kV,电流为18mA,调节单道的道宽与阈值,使定标器噪声计数小于3CPS,定标器时间常数选择为10s.第I 光阑和第II 光阑狭缝都选用0.1mm.第一晶体选用Si(111),探测器固定在2θ(34.5°)角度,样品作为第二晶体,由步进机带动,使之在半衍射角θ附近摆动,获得衍射峰.第一晶体和第二晶体采用(1,-1)排列,这样做可以宽化第二晶体的衍射曲线,窄化第一晶体的衍射曲线,使双晶回摆曲线更接近第二晶体的衍射曲线<sup>[9]</sup>.样品的RBS/channeling 图谱是在中国科学院上海原子核研究所核分析技术开放实验室测试的.测试时用的离子束是能量为2.8MeV 的He<sup>+</sup>,背散射角为170°.

## 3 实验结果与分析

图1、图2是我们用MOVPE 技术生长的GaN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>单晶膜的RBS/channeling 谱.从随机谱中Ga 分谱的宽度即反粒子能量差可准确地算出样品的GaN 外延薄膜的厚度,见表1.沟道谱与随机谱在近表面区域的最小高度比定义为最低产额X<sub>min</sub>.从图1得到样品A 的X<sub>min</sub>为4.3%,从图2得到样品B 的X<sub>min</sub>为1.5%.目前国际上得到的GaN 的最低X<sub>min</sub>为1.2%<sup>[5]</sup>.这种高质量的GaN 是用气态源分子束外延法(GSMBE)生长得到的.文献[5]中同时报道的用MOVPE 法生长的GaN 的X<sub>min</sub>为3%.Vispute 等人<sup>[6]</sup>用MOVPE 法生长的GaN 的最好的X<sub>min</sub>为2%—3%;文献[8]报道的GaN 的X<sub>min</sub>为2.7%.著名的离子束专家朱唯干教授曾指出<sup>[10]</sup>:完美晶体的X<sub>min</sub>一般在1%—3% 的范围内.由此可见,样品B 结晶性优良.随着深度的增加,非沟道粒子相当少.据我们所知,X<sub>min</sub>= 1.5% 是目前文献中报道的关于MOVPE 法生长的GaN 的最好结果.样

品 B 中随机谱随着深度的增加轻微地上升(不像文献[5]报道的那样明显地增加),这并不是样品中晶格缺陷存在的表征,而是由于背散射截面随着粒子能量的降低而增大,导致谱在低能侧的计数高于高能侧<sup>[11]</sup>.在外延薄膜与衬底的界面处,  $X_{\min}$  相对增加, A 样品的  $X_{\min}$  约为 25%, B 样品的  $X_{\min}$  约为 12%. 这主要是由

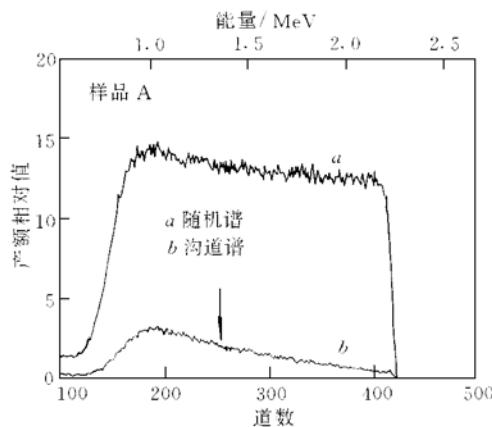


图1 样品 A 的卢瑟福背散射及沟道谱  
背散射角 170°, 入射粒子为 2.8MeV He<sup>+</sup>

FIG. 1 Rutherford Backscattering/Channeling Spectra of GaN Single Crystal Films-Sample A Grown by MOVPE on Sapphire(0001)

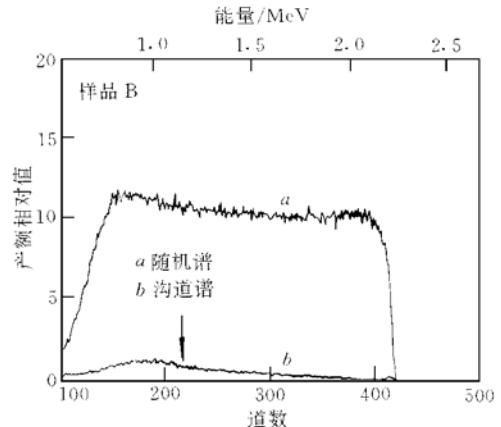


图2 样品 B 的卢瑟福背散射及沟道谱  
背散射角 170°, 入射粒子为 2.8MeV He<sup>+</sup>

FIG. 2 Rutherford Backscattering/Channeling Spectra of GaN Single Crystal Films-Sample B Grown by MOVPE on Sapphire (0001)

GaN 薄膜与衬底的大晶格失配造成的. 从两图中沟道谱的上升趋势来看, 两图中箭头处上升有一个突变,  $X_{\min}$  增加, 表明样品中的缺陷浓度升高, 通过计算其厚度, 得到 A 样品中缺陷浓度较高的区域在离界面交界处的约 0.6 μm 范围内, 在表面以下的约 0.93 μm 厚度内, 缺陷较少, 结晶品质良好; 而 B 样品中缺陷浓度较高的区域只在离界面约 0.56 μm 厚的范围内, 在表面以下 1.1 μm 厚的范围内, 缺陷较少, 结晶品质很好.

图3是样品 A、B 所对应的(0002)晶向的 X 射线双晶回摆曲线. 样品峰的半高宽分别为 20.37' 和 8.3'. 说明样品 B 的面与面之间的结晶性能远远好于样品 A. 与上述沟道测试结果一致.

图4是两个样品在室温下的 PL 谱. 可以看到样品 B 的 PL 谱是处于 364.5 nm (3.4 eV, 标为峰1) 附近的带边发射峰占主导地位, 峰的 FWHM 约为 7.2 nm (64.3 meV), 这说明样品的发光性能较好. 除

了这个峰以外, 在 420 nm (2.95 eV, 标为峰2) 附近出现一个宽的发光带(蓝带), 其强度与峰1相比, 大大降低, 约为峰1强度的三分之一, 没有观测到黄带. 样品 A 的 PL 谱也出现了这两个峰, 但占主导地位的却是峰2, 在 540 nm (2.3 eV) 附近出现了与缺陷有关的微弱黄带. 说明样品 A 的发光性能比较差. 样品 B 中没有出现黄带, 在很大程度上与生长 GaN 外延膜时 V/III 族的流量摩尔比有关. V 族流量增大时, 黄带强度降低直至消失, 确切原因还不清楚.

#### 4 总结

用 RBS/channeling、X 射线双晶衍射、PL 谱三种技术测试了两类未故意掺杂的 GaN 样品, 结果表明:

表1 MOVPE 生长的 GaN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(0001) 结构参数

Table 1 Structural Parameters of GaN Crystal Films Grown by MOVPE on Sapphire (0001)

样品	厚度/μm	双晶半高宽 FWHM/(')	沟道 $X_{\min}$
A	1.534	24.5	4.3%
B	1.667	8.8	1.5%

V/III族的流量摩尔比大的样品,最小产额 $X_{\min}$ 比较小,缺陷浓度较高的区域较薄,其双晶衍射峰的半高宽比较小,在PL谱中带边发射很强,且没有黄带出现.这三种材料质量表征技术在分析GaN单晶膜中得到很好的一致性.

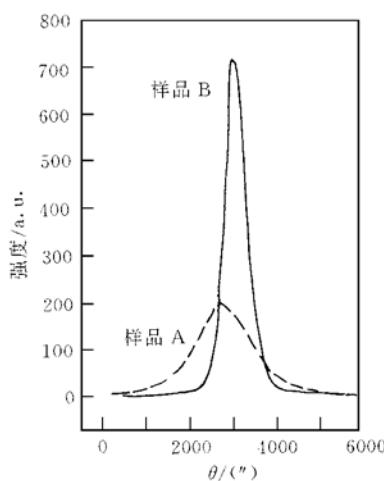


图3 MOVPE 生长的 GaN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(0001)

单晶膜的X射线双晶回摆曲线

Cu 靶 X 光管, 30kV, 18mA

FIG. 3 Double Crystal X-ray Diffraction

Pattern of GaN Single Crystal Films Grown by  
MOVPE on Sapphire (0001) Using Target of  
Copper with Power of 30kV × 18mA

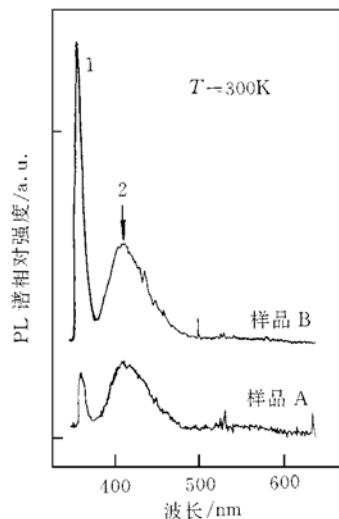


图4 MOVPE 生长的 GaN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(0001)

单晶膜的室温光致发光谱

激发光源为15mW He-Cd 激光器325nm 线

FIG. 4 Room-Temperature Photoluminescence

Spectra of the GaN Single Crystal Films Grown

by MOVPE on Sapphire (0001) with the

Excitation of the He-Cd Laser Line

of 325nm( 15mW)

致谢 RBS/channeling 谱是由谢东珠博士在中国科学院上海核分析技术开放实验室测试提供的,在此对他深表谢意.

## 参 考 文 献

- [1] 段树坤, 陆大成, 半导体学报, 1997, **18**(5): 385 [DUAN Shukun and LU Dacheng, Chinese Journal of Semiconductors, 1997, **18**(5): 385(in Chinese)].
- [2] L. C. Bobb, H. Holloway, K. H. Maxwell and E. Zimmerman, J. Appl. Phys., 1966, **37**: 4687.
- [3] G. W. Cullén, J. F. Corboy and R. T. Smith, J. Cryst. Growth, 1975, **31**: 274.
- [4] N. Itoh, J. C. Rhee, T. Kawabata and S. Koike, J. Appl. Phys., 1985, **58**: 1828.
- [5] B. Holländer, S. Mantl, M. Mayer *et al.*, Nucl. Instr. and Meth. In Phys. Res. B, 1998, **136~138**: 1248—1252.
- [6] R. D. Vispute, V. Talyansky, R. P. Sharma, S. Choopun *et al.*, Appl. Phys. Lett., 1997, **71**(1): 102.
- [7] 姚淑德, 吴名枋, 陈守元, 等, 半导体学报, 1999, **20**: 25 [YAO Shude, WU Mingfang, CHEN Shouyuan *et al.*, Chinese Journal of Semiconductors, 1999, **20**: 25(in Chinese)].
- [8] M. Lindén, E. Ejder and R. Hellborg, Phys. Stat. Sol., 1978, (a) **45**: k167.
- [9] D. A. Neumann, H. Zabel, H. Morkoc, J. Appl. Phys., 1988, **64**: 3204.
- [10] Wei-Kan Chu, Backscattering Spectrometry, 1978, 223~275.
- [11] 潘传康, 郑戴仇, 华东物理学联合年会论文, 1987 [PAN Chuankang, ZHENG Daiqiu, Annual Conference on Physics at East-China, 1987].