

## 垂直腔面发射半导体激光器氧化优化研究

陈中标, 崔碧峰\*, 郑翔瑞, 杨春鹏, 闫博昭, 王晴, 高欣雨

北京工业大学信息学部光电子技术教育部重点实验室, 北京 100124

**摘要** GaAs 基垂直腔面发射激光器在干法刻蚀过程中, 台面侧壁形成的缺陷会导致器件出现层结构分层、断裂以及氧化孔不规则等问题。针对该问题, 提出了一种干法刻蚀与硫化铵钝化相结合的氧化前预处理方案, 研究了硫化铵钝化处理对器件层结构以及氧化工艺稳定性的影响。扫描电子显微镜测试结果表明: 器件侧壁层结构的分层现象减少, 器件结构稳定性更好; 高 Al 层的氧化速率更稳定, 氧化孔形状更为规则。将该工艺方案用于制备氧化孔直径为 5  $\mu\text{m}$  的 940 nm 垂直腔面发射激光器, 室温下, 与传统工艺制备的器件相比, 钝化后的器件的斜率效率提高了 5%, 各器件之间的性能一致性更好。同时, 在 1 mA 的驱动电流下, 激光器的边模抑制比可达 36 dB, 处于单模激射状态。在优化后的氧化工艺条件下, 制备了形状规范的氧化孔结构, 进一步改善了氧化限制型垂直腔面发射激光器的性能。

**关键词** 激光器; 垂直腔面发射激光器; 氧化孔; 湿法氧化; 钝化; 干法刻蚀

中图分类号 TN248.4

文献标志码 A

DOI: 10.3788/CJL231351

## 1 引言

垂直腔面发射激光器 (VCSEL) 具备单纵模、低阈值、易于二维集成等优点<sup>[1-2]</sup>, 已在数据传输<sup>[3]</sup>、偏振开关<sup>[4]</sup>、光通信<sup>[5]</sup>、3D 传感<sup>[6]</sup>、泵浦源<sup>[7]</sup>等领域中得到广泛的应用。氧化工艺是氧化限制型 VCSEL 最常用的制备技术<sup>[8]</sup>, 氧化后所形成的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  在器件上形成电流注入限制窗口, 从而显著改善器件的阈值特性和光束质量<sup>[9]</sup>。但是, 湿法氧化过程中存在诸多难以解决的困难, 很难实现氧化孔径形状和大小的精确制备, 氧化后器件的外延结构易发生畸变等问题。

为了改善湿法氧化工艺的可控性和稳定性, 国内外学者对湿法氧化的机理以及氧化的影响因素等进行了大量的研究。2018 年, 李颖等<sup>[10]</sup>通过自制的红外光源显微镜和电荷耦合器件 (CCD) 观测系统对氧化过程进行了实时的动态监测, 显著提高了氧化孔形状和大小的制备精度。2020 年, 陈磊等<sup>[11]</sup>对湿法氧化过程的热稳定性进行了细致研究, 探究了氧化温度对氧化速率、氧化孔形状的影响, 通过对氧化温控曲线进行优化, 提高了氧化孔形状和大小的可控性。2022 年, Fabbro 等<sup>[12]</sup>利用扫描透射电子显微镜 (TEM) 对 AlAs 层在氧化过程中形成的缺陷进行了细致的研究, 提出了一种原位 TEM 分析的失效分析方法, 有助于开发高度可靠的 VCSEL。同年, 张玉岐等<sup>[13]</sup>深入研究了导致 VCSEL 氧化区域位错缺陷形成的主要因素, 氧化

过程中氧化层的体积收缩以及氧化应力将会导致层结构出现分层或者裂纹现象, 严重影响 VCSEL 的可靠性。

本文对 VCSEL 的干法刻蚀和湿法氧化工艺进行了实验研究, 提出了一种干法刻蚀和硫化铵钝化相结合的氧化预处理优化工艺方案: 采用  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  溶液对干法刻蚀后的台面结构进行钝化处理, 实现了稳定的氧化速率, 改善了氧化孔形状质量。利用扫描电子显微镜 (SEM) 观察钝化氧化后样品的表面和侧壁微观结构, 验证了台面表面和侧壁层结构无明显畸变现象, 各层结构的线条分明、清晰整齐, 氧化后器件的侧壁层结构稳定可靠。对两种不同工艺制备的 VCSEL 光电特性进行显微镜观察和测试分析, 结果表明: 新工艺方案制备的 VCSEL 氧化孔形状更为规则; 器件结构更加稳定, 器件斜率效率提高了 5%; 在 1 mA 的驱动电流下, 激光器的边模抑制比 (SMSR) 为 36 dB, 处于单模激射状态。随着电流的增大, 钝化后的器件依旧能保持少模激射状态。

## 2 实验

利用金属有机化学气相淀积 (MOCVD) 技术在 n 型 GaAs 衬底上生长出 VCSEL 外延结构, 图 1 显示了氧化限制型 VCSEL 主要结构的二维截面。实验采用的是 GaAs 基 940 nm VCSEL, 其主要结构包括由 28 对 AlAs/ $\text{Al}_{0.12}\text{Ga}_{0.88}\text{As}$  和 3.5 对  $\text{Al}_{0.90}\text{Ga}_{0.10}\text{As}/\text{Al}_{0.12}\text{Ga}_{0.88}\text{As}$

收稿日期: 2023-11-01; 修回日期: 2023-12-19; 录用日期: 2024-01-04; 网络首发日期: 2024-01-10

基金项目: 国家自然科学基金 (60908012, 61575008, 61775007)、北京市自然科学基金 (4172011)

通信作者: \*cbf@bjut.edu.cn

组成的 n 型分布式布拉格反射镜 (n-DBR), 及由 23 对  $\text{Al}_{0.90}\text{Ga}_{0.10}\text{As}/\text{Al}_{0.12}\text{Ga}_{0.88}\text{As}$  组成的 p 型分布式布拉格反射镜 (p-DBR); 为降低 DBR 的串联电阻, 在 n-DBR 和 p-DBR 各层材料之间均插入渐变层; 有源区由 5 对应变补偿量子阱组成, 势阱层材料为  $\text{In}_{0.16}\text{Ga}_{0.84}\text{As}$ , 厚度

为 4.4 nm; 势垒层材料为  $\text{GaAs}_{0.88}\text{P}_{0.12}$ , 厚度为 6.2 nm; 有源区与两侧的  $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{As}$  限制异质层构成一波长腔; 高 Al 组分层  $\text{Al}_{0.98}\text{Ga}_{0.02}\text{As}$  的厚度为 30 nm, 位于 p 型 DBR 与有源区之间; 利用湿法氧化工艺生成  $\text{Al}_2\text{O}_3$  层, 作为器件的光电限制层。

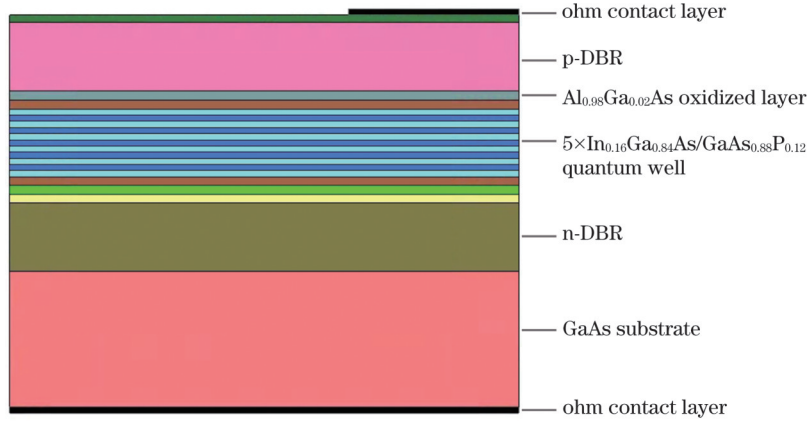


图 1 VCSEL 外延结构示意图  
Fig. 1 Schematic of VCSEL epitaxial structure

本文提出了一种干法刻蚀和硫化铵钝化相结合的氧化前预处理工艺方案, 在传统的电感耦合等离子体 (ICP) 干法刻蚀工艺之后, 增加了湿法钝化工艺, 之后再行湿法氧化, 从而制备出形状规则的氧化孔结构, 具体工艺流程如图 2 所示。

首先将 VCSEL 外延片洗净, 通过等离子体增强化学气相沉积 (PECVD) 法蒸镀  $\text{SiO}_2$  薄膜; 利用光刻技术和湿法腐蚀技术将掩模层图形转移到  $\text{SiO}_2$  薄膜上; 采用电感耦合等离子增强反应刻蚀机对 VCSEL 上的 DBR 进行干法刻蚀, 以确保  $\text{Al}_{0.98}\text{Ga}_{0.02}\text{As}$  氧化限制层暴露出来, 便于后续进行氧化孔的湿法氧化制备; 氧化前, 将清洗完成的样品

放进  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  溶液 (硫的质量分数  $>8\%$ ) 进行水浴加热钝化。为了分析硫化铵溶液的钝化作用对器件侧壁结构的影响, 讨论了硫化铵钝化对氧化速率、氧化孔形状的改善作用。在  $420\text{ }^\circ\text{C}$  炉温、 $96\text{ }^\circ\text{C}$  水浴温度、 $1.1\text{ mL/min}$  氧化载气  $\text{N}_2$  流量的工艺条件下, 将未经过硫化铵钝化处理的样品 1 和已经过硫化铵钝化处理的样品 2 同炉次放入氧化装置进行氧化孔的湿法氧化制备; 通过磁控溅射工艺制备正面 (P 面) 电极, 并减薄器件衬底的厚度, 制备背面 (N 面) 电极; 对器件进行退火处理, 使得正面电极和背面电极能够形成良好的欧姆接触<sup>[14]</sup>, 最终制备得到 VCSEL。

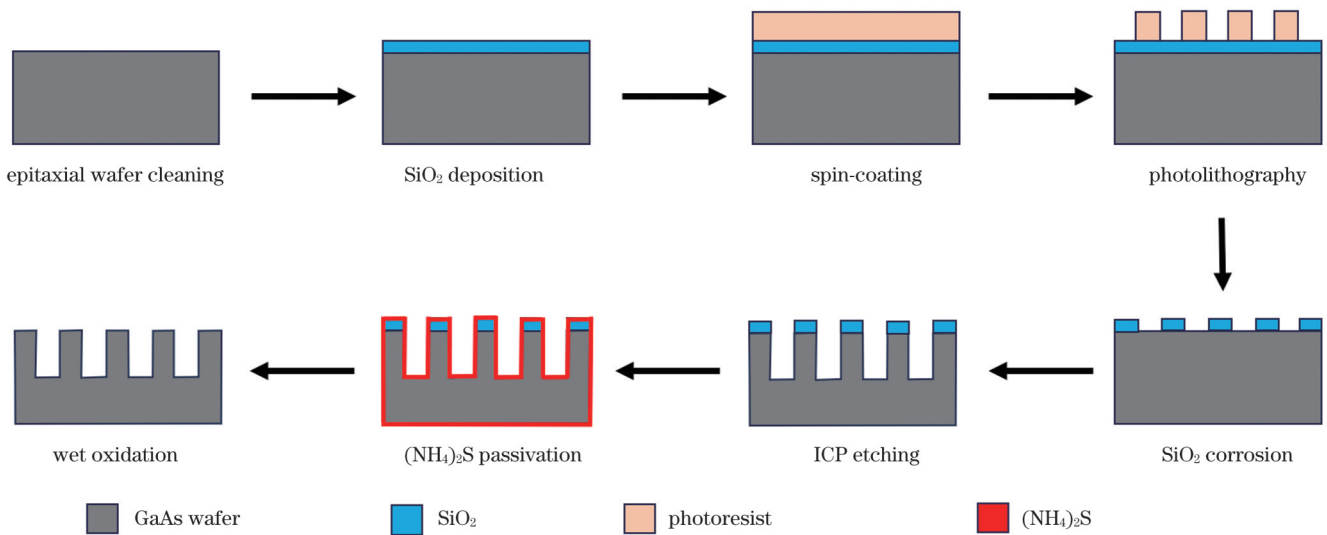


图 2 基于硫化铵湿法钝化的 VCSEL 的氧化孔制备工艺流程图  
Fig. 2 Production process of oxide aperture for VCSEL based on  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  wet passivation

### 3 实验结果与讨论

#### 3.1 样品结构稳定性的改善

经过刻蚀的 GaAs 台面与外界接触的表面以及侧壁处的半导体材料的化学性质极其活跃<sup>[15]</sup>,这些界面态暴露在空气中会被潮解和氧化形成 GaAs 氧化物<sup>[16]</sup>,这种不易挥发的非目标产物易残留在晶格中,导致器件的 p-DBR 在氧化过程中出现分层现象<sup>[11]</sup>。DBR 是由多层高 Al 组分和低 Al 组分的 GaAs 材料交叠形成的,这些层结构在湿法氧化过程中也会被水汽氧化,被氧化的层结构的氧化应力会累积,从而破坏层结构稳定性。同时,各层累积而成的应力甚至会改变有源区的带隙,从而影响器件的性能,所以除去非目标产物是成功制备高性能激光器的关键。因此,在刻蚀之后、氧化之前,对器件进行合适的钝化处理,避免这类非目标产物的生成。结合上述氧化机理,采用硫化铵对刻蚀后的台面进行湿法钝化预处理。在钝化过程中,  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  首先水解生成  $\text{NH}_4^+$  和  $\text{S}^{2-}$ , 之后进一步反应产生  $\text{HS}^-$ , 器件侧壁及表面的镓砷氧化物在碱性  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  溶液中浸泡时发生溶解, GaAs 生成的氧化物被去除<sup>[17]</sup>, 并进一步形成镓的硫化物和砷的硫化物钝化层<sup>[18]</sup>。镓的硫化物有着较好的稳定性,可抑制侧壁与环境的反应,提供了一个保护层,有效地抑制了 GaAs 表

面活性,减小了界面态密度,实现了 GaAs 的钝化。

增加上述钝化过程,一方面,可以有效清除  $\text{As}_2\text{O}_3$ 、 $\text{As}_2\text{O}_5$ 、 $\text{Ga}_2\text{O}_3$  等非目标反应产物,减少这些非目标产物在晶格结构中的残留。另一方面,硫化铵钝化作用形成的硫化物在侧壁上形成一层隔离层,减缓了湿法氧化作用对 DBR 层结构的氧化速率,有利于层结构的氧化应力的释放,从而改善台面结构的完整性。质量良好的侧壁层结构有利于高 Al 组分层  $\text{Al}_{0.98}\text{Ga}_{0.02}\text{As}$  在湿法氧化过程中获得均匀稳定的氧化速率,从而制备出形状规则的氧化孔结构。图 3 所示为未经过硫化铵钝化处理的样品 1 和已经过硫化铵钝化处理的样品 2 在进行湿法氧化后的 SEM 照片。图 3(a) 中的层结构存在断裂和层结构分离的现象,样品结构发生了明显的畸变。层结构的破坏会对器件后续的氧化产生不利影响,甚至影响器件性能。图 3(b) 中出现的断裂或分层现象较少,侧壁完整性更好,样品品质有所提高。因此,对刻蚀后的器件外延结构进行适当的硫化铵钝化处理,可以有效地防止非目标产物残留在晶格中。钝化后生成了稳定的硫化物薄膜,这些硫化物不易在高温下分解<sup>[19]</sup>,也不易在应力的作用下引起器件的结构变化,因此可以有效地避免器件分层断裂等问题,从而提高了器件结构的稳定性。

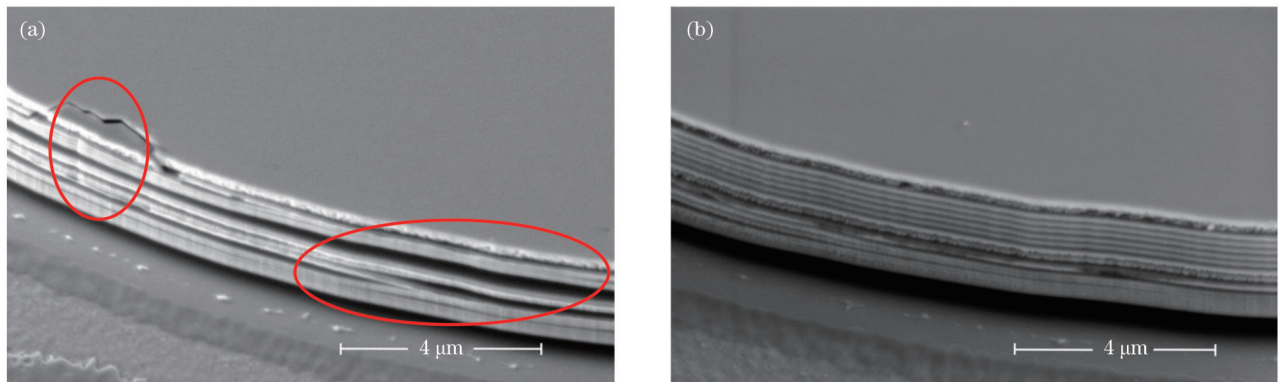


图 3 不同氧化工艺条件下样品侧壁的 SEM 照片。(a) 样品 1, 传统氧化;(b) 样品 2, 钝化后氧化

Fig. 3 SEM pictures of sample sidewalls under different oxidation process conditions. (a) Sample 1, traditional oxidation; (b) sample 2, oxidation after passivation

#### 3.2 硫化铵钝化处理对氧化孔形状的影响

GaAs 氧化物在氧化过程中对层结构的破坏影响了规则氧化孔的制备,ICP 刻蚀工艺不可避免对晶格完整性造成破坏形成损伤,导致氧化时难以形成规则的形状。在 AlGaAs 氧化限制层的实际氧化过程中,多种因素导致所制备的氧化孔形状和大小不符合预期,这对器件的激光模式<sup>[20]</sup>、阈值电流<sup>[21]</sup>、发散角<sup>[22]</sup>等产生了严重影响。因此,对于特定高 Al 组分的 VCSEL,如何稳定可控地制备形状规则的氧化孔是器件制备过程中亟须解决的关键问题。

在氧化前,利用硫化铵钝化处理刻蚀后的台面。

图 4 给出了在两种不同工艺条件下制备的器件氧化孔

照片。由于氧化后的 AlGaAs 层的折射率会发生变化,在腐蚀一定深度的 p-DBR 后,利用显微镜观察器件表面不同的颜色区域以判断氧化孔的形状和大小<sup>[23]</sup>。如图 4 所示,A 组为经过硫化铵钝化处理的湿法氧化后的氧化孔形状,B 组为未经过硫化铵钝化处理的氧化孔的显微图。器件台面直径为  $60\ \mu\text{m}$ ,当器件两侧氧化深度为  $20\sim 25\ \mu\text{m}$ ,氧化孔直径为  $10\sim 20\ \mu\text{m}$  时,氧化孔较大,相对未进行钝化处理的器件[图 4(b<sub>1</sub>)、(b<sub>2</sub>)],经过硫化铵钝化处理的样品的氧化孔边缘光滑,氧化孔形状更规则[图 4(a<sub>1</sub>)、(a<sub>2</sub>)]。当器件两侧的氧化深度约为  $28\ \mu\text{m}$  时,钝化后的样品的氧化孔形状近似菱形[图 4(a<sub>3</sub>)],这是因为随着氧化深度

的增大,各向异性占主导地位。而未钝化的样品的氧化孔形状呈现出规则的五边形[图 4(b<sub>3</sub>)],这是由于未钝化的样品的侧壁不均匀地附着一些反应产物,氧化限制层各方向的受热不均匀,故高 Al 组分层各方向的氧化速率不均匀,进而氧化跟随性差,氧化孔形状不规则。而硫化铵钝化处理减少了刻蚀过程中形成的自

体氧化物,且钝化后生成的硫化物均匀地附着在器件侧壁,相当于改变了氧化层的材料成分,进一步降低了氧化速率,大大提高了氧化孔形状和大小的可控性。实验结果表明,对刻蚀后的台面进行适当的硫化铵钝化处理,可以改善器件侧壁的完整性,有利于制备出形状规则的氧化孔。

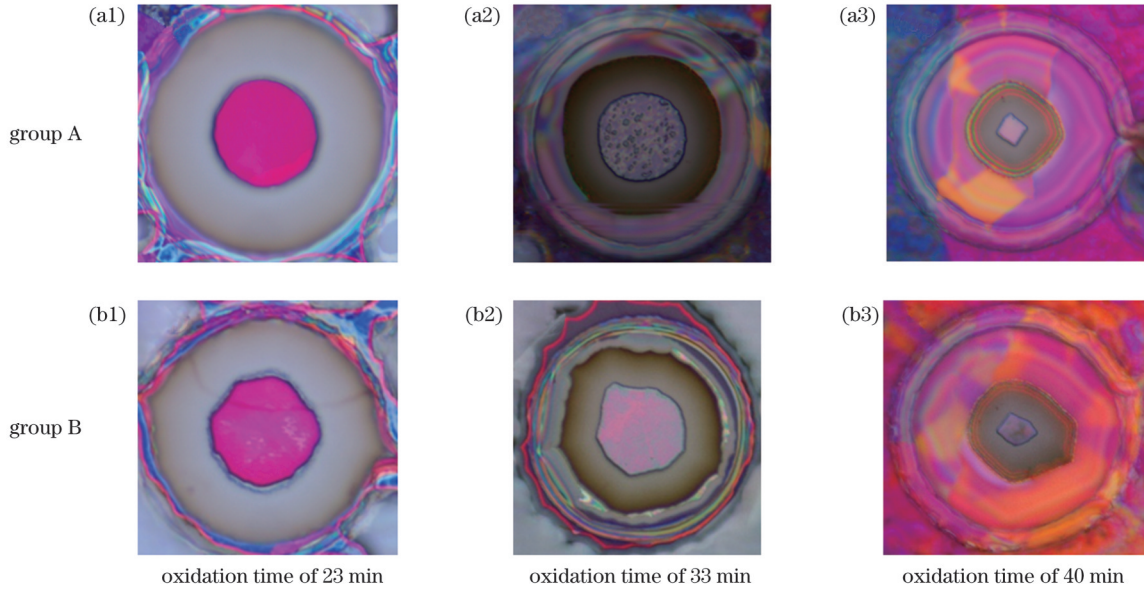


图 4 样品的氧化孔显微镜照片

Fig. 4 Micrographs of sample oxide apertures

### 3.3 硫化铵溶液对高 Al 组分 AlGaAs 层氧化速率的影响

将未经过硫化铵钝化处理的样品 1 和已经过硫化铵钝化处理的样品 2 同炉次放入氧化炉,炉温设置为 420 °C,鼓泡器中的去离子水温度设置为 95 °C,氧化载气 N<sub>2</sub> 流量设置为 1.1 mL/min,控制上述条件不变,氧化时间分别设置为 5.0、10.0、17.5、24.0、35.5、43.5 min。实验结束后先利用 GaAs 腐蚀液除去 p-DBR,再通过显微镜观测氧化深度。图 5 所示为两样品的氧化深度随时间的变化曲线。在 10~25 min 的氧化时间内,经过钝化处理的样品的氧化深度与氧化时间呈线性变化关系,氧化速率稳定不变;随着氧化时间的延长,两样品的氧化速率都逐渐降低,近似为抛物线的变化趋势,该氧化现象与文献[24]所述一致。

实验结果还表明,样品 1 在各个时间段的氧化速率都大于样品 2。这是因为经过硫化铵钝化处理的样品侧壁的高 Al 组分层出现了一层薄的 Ga 和 As 的硫化物,所以水汽扩散进入高 Al 组分层的量少且扩散速度慢,这种薄的 Ga 和 As 的硫化物有效解决了氧化速率过大的问题,改善了氧化反应的可控性。缓慢且均匀的氧化速率有助于应力释放,提高了器件结构的稳定性。

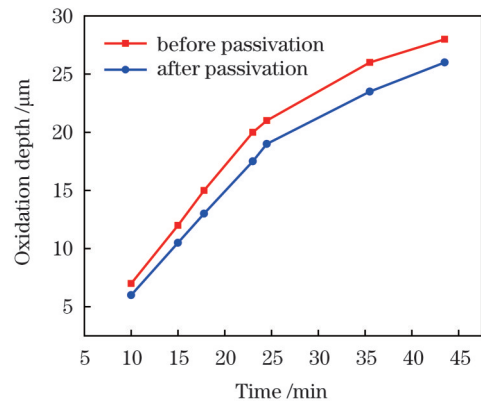


图 5 氧化深度随时间的变化曲线

Fig. 5 Oxidation depth versus time

### 3.4 器件性能测试

将上述制备的孔径为 5 μm 的氧化孔结构作为光电限制层,应用于 940 nm 垂直腔面发射激光器。首先,在室温(25 °C)下分别对经过硫化铵钝化处理的和未经过钝化处理的 VCSEL 进行光电输出特性测试。图 6 所示为两种不同工艺制备出的 VCSEL 的功率-电流-电压(P-I-V)曲线,每种 VCSEL 各三组(试样 I、II、III 和试样 IV、V、VI)。测试结果表明,钝化后 VCSEL 之间的性能一致性更好,而未钝化的 VCSEL 的性能不稳定,各器件之间的性能存在差异性。两种 VCSEL

的阈值电流( $I_{th}$ )都接近 0.80 mA,但钝化后的 VCSEL 的阈值电流都有所降低,为 0.72 mA。经过硫化铵钝化处理的 VCSEL 的饱和输出功率基本稳定在 6.16 mW,而未钝化的 VCSEL 的饱和输出功率在 5.18~6.14 mW 范围内变化。对这两种 VCSEL 的  $P-I-V$  曲线的线性部分进行拟合,计算相应的斜率效率,发现:未经过硫化铵钝化处理的 VCSEL 的斜率效率在 0.40~0.42 W/A 范围内波动,经过硫化铵钝化处理的 VCSEL 的斜率效率提升了 5%,并稳定在 0.44 W/A。这是由于硫化铵钝化预处理后的 VCSEL 的层结构更加稳定,光子所经历的增益长度受氧化区域层结构的体积膨胀的影响较小,器件的吸收损耗降低,故 VCSEL 的阈值电流和斜率效率得到改善。

室温下对这两种不同工艺制备的 VCSEL 进行了光谱测试,测用设备为光谱仪,其分辨率可达到 0.02 nm。如图 7(a) 所示,可以看出,在 1 mA 驱动电流下,经过硫化铵钝化处理的 VCSEL 的主峰输出波长为 945.4 nm,其边模抑制比可达 36 dB,这表明 VCSEL 处于单模激射状态。而未经过硫化铵钝化处理的 VCSEL 的主峰输出波长为 946.2 nm,边模抑制比为 22 dB,出现两个激射模式,波长红移量相对更大。由

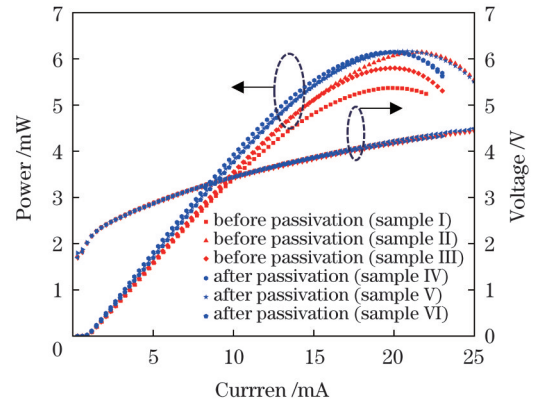


图 6 室温 (25 °C) 下氧化孔径为 5  $\mu\text{m}$  的 940 nm VCSEL 的  $P-I-V$  测试曲线  
Fig. 6  $P-I-V$  test curves of 940 nm VCSEL with oxide aperture size of 5  $\mu\text{m}$  at room temperature (25 °C)

图 7(c) 可以看到,随着电流的增大,当电流达到 8 倍阈值( $I_{th}$ )时,钝化后的 VCSEL 激射了两个模式,第三个模式逐渐开始出现,但依然能保持较少的模式输出,而未钝化的 VCSEL 出现了四个及以上模式数量 [图 7(b)]。传统工艺制备的 VCSEL 台面的不光滑侧壁会导致氧化孔形状不规则,进而使得氧化孔在各个方向上的折射率大小不一致,导致更多模式激射,边模

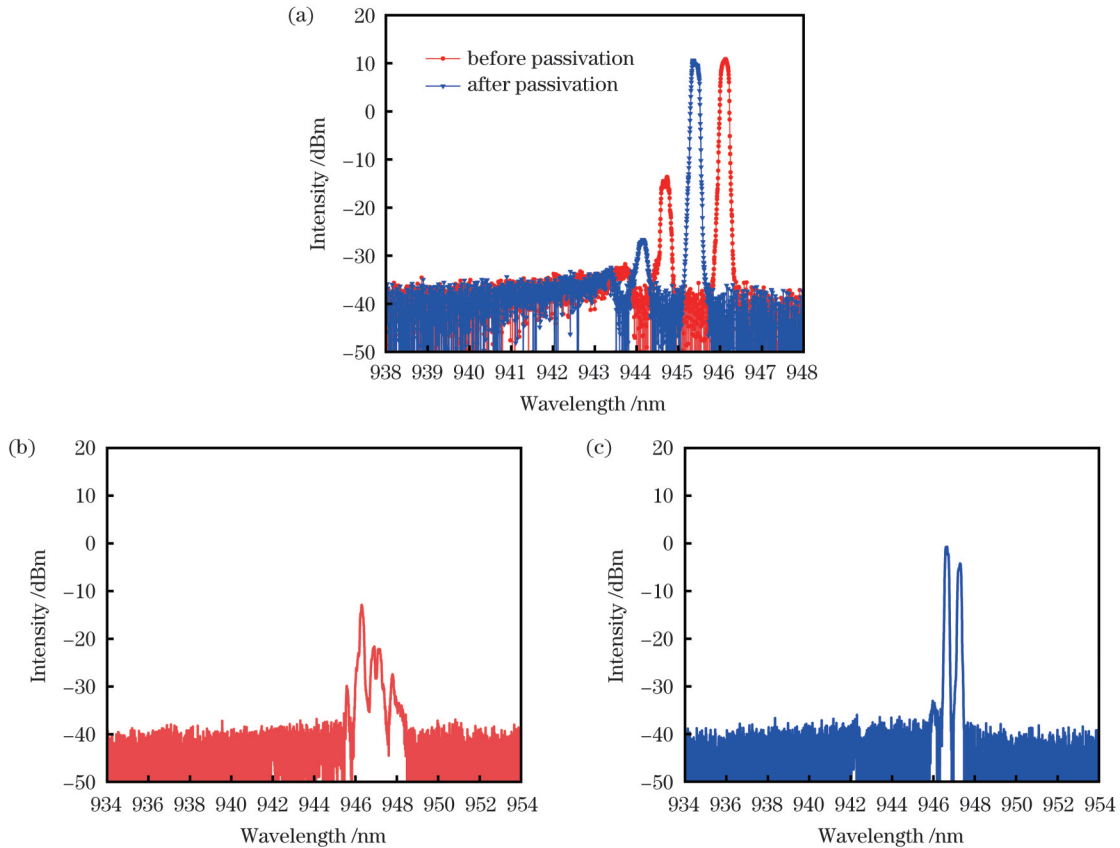


图 7 室温 (25 °C) 下 VCSEL 的光谱测试图。(a) 当驱动电流为 1 mA 时,两种工艺条件下 VCSEL 的光谱对比图;(b) 当电流达到 8 倍阈值时,未钝化的 VCSEL 的光谱图;(c) 当电流达到 8 倍阈值时,钝化后的 VCSEL 的光谱图  
Fig. 7 Measured spectra of VCSEL at room temperature (25 °C). (a) Comparison of spectra of VCSEL under two process conditions when driving current is 1 mA; (b) spectrum of VCSEL before passivation when current is  $8I_{th}$ ; (c) spectrum of VCSEL after passivation when current is  $8I_{th}$

抑制比降低。而硫化铵钝化处理可以改善侧壁完整性,制备出的氧化孔形状规则,更为规则的氧化孔结构使得半导体激光器具有很好的选模特性<sup>[25]</sup>。增加硫化铵钝化处理后,生成的硫化物钝化层也能在一定程度上减缓水汽对 p-DBR 的氧化,降低 DBR 层结构的氧化应力对有源区带隙的影响,提高 VCSEL 的光谱特性。

## 4 结 论

通过理论及实验研究了干法刻蚀与硫化铵钝化相结合的氧化前预处理工艺方案对 VCSEL 侧壁完整性以及氧化孔制备的影响。实验结果表明:硫化铵钝化技术可以有效地去除台面侧壁的氧化物等非目标产物,减少氧化工艺过程中的器件分层和断裂现象,使得侧壁完整性更好,样品品质有所提高;侧壁的高铝组分 AlGaAs 层的氧化速度更加均匀稳定,氧化孔形状规则。将该工艺方案用于制备氧化孔直径为 5  $\mu\text{m}$  的氧化限制型垂直腔面发射激光器,对比实验结果表明,利用该工艺方案制备的器件的最大斜率效率和阈值电流特性均有所改善,器件性能一致性更好。在 1 mA 的驱动电流下,激光器的边模抑制比可达 36 dB,处于单模激射状态。因此,该基于干法刻蚀和硫化铵钝化的氧化优化工艺方案有助于提高器件结构的稳定性,改善氧化限制型垂直腔面发射激光器的器件性能,并为使用干法刻蚀技术和湿法氧化技术制备形状规则、跟随性良好的 GaAs 基 VCSEL 氧化孔结构提供了参考。

## 参 考 文 献

- [1] 张星, 张建伟, 宁永强, 等. 高功率人眼安全波段垂直腔面发射激光器[J]. 中国激光, 2023, 50(19): 1901008.  
Zhang X, Zhang J W, Ning Y Q, et al. Vertical-cavity-surface-emitting laser with high power in eye-safe band[J]. Chinese Journal of Lasers, 2023, 50(19): 1901008.
- [2] Wilmsen C W, Temkin H, Coldren L A. Vertical-cavity surface-emitting lasers: design, fabrication, characterization, and applications[M]. Cambridge: Cambridge University Press, 1999.
- [3] Ledentsov N N, Makarov O Y, Shchukin V A, et al. High speed VCSEL technology and applications[J]. Journal of Lightwave Technology, 2022, 40(6): 1749-1763.
- [4] 陈建军, 钟祝强, 李林福. 连续可变偏振光注入垂直腔面发射激光器的偏振开关及双稳特性[J]. 光学学报, 2022, 42(7): 0714003.  
Chen J J, Zhong Z Q, Li L F. Characteristics of polarization switching and bistability in vertical-cavity surface-emitting laser subject to continuous variable-polarization optical injection[J]. Acta Optica Sinica, 2022, 42(7): 0714003.
- [5] Grabowski A, Gustavsson J, He Z S, et al. Large-signal equivalent circuit for datacom VCSELs[J]. Journal of Lightwave Technology, 2021, 39(10): 3225-3236.
- [6] Kondo T, Hayakawa J, Iguchi D, et al. All-monolithically integrated self-scanning addressable VCSEL array for 3D sensing[J]. Photonics, 2023, 10(3): 304.
- [7] 李溶涛, 孟俊清, 陈晓, 等. VCSEL 端面泵浦的全固体激光器[J]. 中国激光, 2022, 49(18): 1801002.  
Li R T, Meng J Q, Chen X, et al. VCSEL end-pumped all-solid-state laser[J]. Chinese Journal of Lasers, 2022, 49(18): 1801002.
- [8] Huffaker D L, Deppe D G, Kumar K, et al. Native-oxide defined ring contact for low threshold vertical-cavity lasers[J]. Applied Physics Letters, 1994, 65(1): 97-99.
- [9] Liu A J, Wolf P, Lott J A, et al. Vertical-cavity surface-emitting lasers for data communication and sensing[J]. Photonics Research, 2019, 7(2): 121-136.
- [10] 李颖, 周广正, 兰天, 等. 垂直腔面发射激光器湿法氧化工艺的实验研究[J]. 发光学报, 2018, 39(12): 1714-1721.  
Li Y, Zhou G Z, Lan T, et al. Study on wet oxidation process in vertical cavity surface emitting laser[J]. Chinese Journal of Luminescence, 2018, 39(12): 1714-1721.
- [11] 陈磊, 罗妍, 冯源, 等. 基于 VCSEL 的湿法氧化工艺的温度依赖性研究[J]. 中国激光, 2020, 47(7): 0701023.  
Chen L, Luo Y, Feng Y, et al. Temperature dependence of wet oxidation process based on VCSEL[J]. Chinese Journal of Lasers, 2020, 47(7): 0701023.
- [12] Fabbro R, Coppeta R, Pusterhofer M, et al. *In-situ* observation of lateral AlAs oxidation and dislocation formation in VCSELs[J]. Micron, 2022, 158: 103264.
- [13] 张玉岐, 左致远, 阚强, 等. 氧化型垂直腔面发射激光器的常见失效模式和机理分析[J]. 中国光学, 2022, 15(2): 187-209.  
Zhang Y Q, Zuo Z Y, Kan Q, et al. Common failure modes and mechanisms in oxide vertical cavity surface emitting lasers[J]. Chinese Optics, 2022, 15(2): 187-209.
- [14] 张琛辉, 李冲, 王智勇, 等. 金属/p-GaAs 界面态对接触电阻作用机理的研究[J]. 光电子·激光, 2023, 34(4): 358-363.  
Zhang C H, Li C, Wang Z Y, et al. Study on the mechanism of metal/p-GaAs interface state on contact resistance[J]. Journal of Optoelectronics·Laser, 2023, 34(4): 358-363.
- [15] Lu H H, Xu J P, Liu L, et al. Improved interfacial quality of GaAs metal-oxide-semiconductor device with  $\text{NH}_3$ -plasma treated yttrium-oxynitride as interfacial passivation layer[J]. Microelectronics Reliability, 2016, 56: 17-21.
- [16] 谢长坤, 徐法强, 徐彭寿. GaAs 表面硫钝化研究新进展[J]. 物理, 2000, 29(11): 673-678.  
Xie C K, Xu F Q, Xu P S. Recent developments in GaAs surface passivation by sulfur[J]. Physics, 2000, 29(11): 673-678.
- [17] Spindt C J, Liu D, Miyano K, et al. Vacuum ultraviolet photoelectron spectroscopy of  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ -treated GaAs (100) surfaces [J]. Applied Physics Letters, 1989, 55(9): 861-863.
- [18] Yuan Z L, Ding X M, Hu H T, et al. Investigation of neutralized  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  solution passivation of GaAs (100) surfaces[J]. Applied Physics Letters, 1997, 71(21): 3081-3083.
- [19] Sun Y M, Xu P S, Xu F Q, et al. An unexpected electronic structure of GaAs[J]. Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena, 1999, 101/102/103: 393-396.
- [20] 梁静, 贾慧民, 冯海通, 等. 垂直腔面发射激光器氧化孔结构对器件激射性能的影响[J]. 中国激光, 2019, 46(3): 0301001.  
Liang J, Jia H M, Feng H T, et al. Influence of oxide aperture structure on lasing performance for vertical cavity surface emitting laser[J]. Chinese Journal of Lasers, 2019, 46(3): 0301001.
- [21] 赵红东, 张卫华, 李文超, 等. 电流孔的尺寸对双氧化限制垂直腔面发射激光器阈值的影响[J]. 物理学报, 2010, 59(6): 3948-3952.  
Zhao H D, Zhang W H, Li W C, et al. Influence of current aperture size on threshold in double oxide confined vertical-cavity surface-emitting lasers[J]. Acta Physica Sinica, 2010, 59(6): 3948-3952.
- [22] 刘发, 徐晨, 赵振波, 等. 氧化孔形状对光子晶体垂直腔面发射激光器模式的影响[J]. 物理学报, 2012, 61(5): 054203.  
Liu F, Xu C, Zhao Z B, et al. Study on influence of oxide aperture shape on modal characteristics of VCSELs[J]. Acta Physica Sinica, 2012, 61(5): 054203.
- [23] 林涛, 张天杰, 李晶晶, 等. 面向 VCSEL 的  $\text{Al}_{0.98}\text{Ga}_{0.02}\text{As}$  薄膜湿法氧化的研究[J]. 无机材料学报, 2018, 33(3): 266-272.  
Lin T, Zhang T J, Li J J, et al. Wet oxidation process to  $\text{Al}_{0.98}\text{Ga}_{0.02}\text{As}$  layer for the vertical-cavity-surface-emitting-laser fabrications[J]. Journal of Inorganic Materials, 2018, 33(3): 266-272.
- [24] Nabanja S P, Kolodziejski L A, Petrich G S. Lateral oxidation of AlAs for circular and inverted mesa saturable Bragg reflectors[J]. IEEE Journal of Quantum Electronics, 2013, 49(9): 731-738.
- [25] Debernardi P, Bava G P, Degen C, et al. Influence of anisotropies on transverse modes in oxide-confined VCSELs[J]. IEEE Journal of Quantum Electronics, 2002, 38(1): 73-84.

# Optimization of Oxidation for Vertical Cavity Surface Emitting Semiconductor Lasers

Chen Zhongbiao, Cui Bifeng\*, Zheng Xiangrui, Yang Chunpeng, Yan Bozhao,  
Wang Qing, Gao Xinyu

*Key Laboratory of Opto-Electronics Technology of Ministry of Education, Faculty of Information Technology,  
Beijing University of Technology, Beijing 100124, China*

## Abstract

**Objective** Vertical cavity surface-emitting lasers (VCSELs) have advantages such as a single longitudinal mode, a low threshold, and ease of two-dimensional integration. VCSELs have been widely used in data transmission, optical communication, and three-dimensional sensing. Oxidation is the most common process for oxide-confined VCSELs. AlGaAs materials with high Al contents are oxidized via wet oxidation to form oxide apertures of aluminum oxide, and the structures of oxide apertures with different shapes and sizes have different effects on the optoelectronic characteristics of VCSELs. However, during the actual oxidation of the AlGaAs oxide confinement layer, the shape and size of the oxide aperture do not satisfy expectations because of various factors, which adversely affect the performance of the device in terms of the excitation mode, threshold current, and divergence angle. In this study, the dry etching and wet oxidation processes of VCSELs are experimentally investigated, and an optimized process scheme for oxidation pretreatment that combines dry etching and  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  passivation is developed. An  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  solution is used to passivate the table structure after dry etching, which achieves a stable oxidation rate and improves the quality of the oxide aperture shapes, further improving the optoelectronic characteristics of VCSELs and extending the applications of VCSELs in optoelectronics.

**Methods** In this study, an  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  solution is used. Prior to oxidation, a cleaned VCSEL is passivated in a  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  (sulfur mass fraction  $>8\%$ ) solution in a heated water bath. After oxidation, the surface and sidewall microstructures of the VCSEL are observed using scanning electron microscopy (SEM). The shapes and sizes of the oxidation apertures of the VCSELs are observed separately using a microscope, and the oxidation rates of the oxidation apertures are determined. Based on this, the photoelectric properties of the unpassivated and passivated VCSELs are comparatively analyzed.

**Results and Discussions** After wet oxidation, the layered structure of the unpassivated VCSEL undergoes fracturing and separation, and the VCSEL structure undergoes distortion [Fig. 3(a)]. However, the passivation-pretreated VCSEL exhibits less significant fracture and delamination and good sidewall integrity [Fig. 3(b)]. The passivated VCSEL [Figs. 4(a<sub>1</sub>) and (a<sub>2</sub>)] has smoother oxide hole edges and more regular oxide aperture shapes than the unpassivated VCSEL [Figs. 4(b<sub>1</sub>) and (b<sub>2</sub>)]. With an increase in the oxidation depth, the oxidation aperture of the passivated VCSEL has a somewhat diamond shape [Fig. 4(a<sub>3</sub>)], whereas that of the unpassivated VCSEL has an irregular pentagonal shape [Fig. 4(b<sub>3</sub>)]. The oxidation rate of the unpassivated VCSEL always exceeds that of the passivated VCSEL (Fig. 5). The test results (Fig. 6) show that the saturated output power of the passivated VCSEL is stable at 6.16 mW, whereas that of the unpassivated VCSEL varies between 5.18 mW and 6.14 mW. Moreover, the slope efficiency of the unpassivated VCSEL fluctuates within 0.40–0.42 W/A, and the slope efficiency of the passivated VCSEL is improved by 5% and stabilizes at 0.44 W/A. In conclusion, the passivated VCSEL exhibits improved device performance consistency, whereas the unpassivated VCSEL exhibits unstable device performance. Variability in the performance of both devices exists. In addition, the threshold currents of both VCSELs are close to 0.80 mA, but the threshold currents of the passivated VCSEL decrease to 0.72 mA. As shown in Fig. 7(a), the side-mode rejection ratio of the passivated VCSEL reaches up to 36 dB at a driving current of 1 mA, whereas that of the unpassivated VCSEL is 22 dB, with the appearance of two excitation modes. When the current reaches eight times the threshold, the passivated VCSEL excites two modes, and a third mode gradually starts to appear but still manages to maintain a few mode outputs [Fig. 7(b)]; in comparison, the unpassivated VCSEL appears with four or more modes [Fig. 7(c)].

**Conclusions** In this study, the effect of a preoxidation pretreatment process scheme that combines dry etching and  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  passivation on the sidewall integrity and oxide aperture of a VCSEL is investigated. The  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  passivation technology can effectively remove nontarget products, such as oxides, on the sidewall of the stage and minimize device delamination and fracturing during oxidation, improving the sidewall integrity and sample quality. The oxidation rate of the high-alumina component AlGaAs layer on the sidewall is more uniform and stable, and the oxide aperture shape is regular. Based on this, the passivation process is applied to prepare oxide-confined VCSELs with a 5- $\mu\text{m}$ -diameter oxide aperture. Comparison experiments show that the maximum slope efficiency and threshold current characteristics of the VCSEL prepared by this process improve, and the device performance consistency is enhanced. The side-mode rejection ratio of the passivated VCSEL can reach 36 dB at a driving current of 1 mA in a single-mode excitation state. This study shows that the proposed oxide-optimized process scheme based on dry etching and  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  passivation is beneficial for the preparation of oxide aperture structures with regular shapes and good follow-through, which improves the structural stability of the device and the device performance of oxide-confined VCSELs.

**Key words** lasers; vertical cavity surface emitting laser; oxidation aperture; wet oxidation; passivation; dry etching