

电子束蒸镀 $Y_2O_3-ZrO_2$ 减反射膜 用于 $1.3\mu m$ 半导体激光器*

王浙辉 林理彬 卢铁城

(四川大学物理系 辐射物理及技术国家教委开放实验室 成都 610064)

摘要 用 DM P-450 型电子束镀膜机, 制备了 $Y_2O_3-ZrO_2$ 膜, 并将它用作 $1.3\mu m$ 半导体激光器的减反射膜. 测试结果表明, 镀膜后的半导体激光器其外微分子量效率明显提高, 线性化也有改善. 对于减反程度很高的管子, 出现了超辐射现象. 本文对这些现象及有关机理进行了讨论.

PACC: 4255P, 7865, 8115G

1 引言

$1.3\mu m$ 半导体激光器, 在光纤通讯、光纤传感领域有广阔的应用前景. 它的有源区是 $InGaAsP$, 折射率是 $3.5^{[1]}$, 因而激光器芯片解理面约有 31% 的反射率, 并非为理想的谐振腔参数. 如激光器端面的反射率趋于零时, 则可得到超辐射管. 超辐射管是光纤陀螺的关键器件^[2-4]. 因此为了减少器件的功率损失, 有效的方法是在光输出端面上镀以适当的减反射膜. 常用的材料是 SiO_2 , ZrO_2 , Al_2O_3 等. 对本实验所用激光器, ZrO_2 较其他两种材料的效果要好些. 过去各种方法制得的 ZrO_2 膜的折射率一般为 2.1 左右. 对纯 ZrO_2 膜, 有三种晶态^[5,6], 即常温下是单斜, 到 1150 转变为四方晶系, 并有 7% 的体积缩小, 这个转变是可逆的, 当 2300 时, 转变为等轴晶系, 因此, ZrO_2 从膜料熔化蒸发到最后沉积在半导体激光器的端面上, 发生了多次相变, 可能导致薄膜的结构疏松, 折射率不稳定. 文献[7]发现电子束蒸发得到的 ZrO_2 膜, 折射率可降为 1.65. 它仍偏离了为得到低反射率在 $InGaAsP$ 面上所镀减反射膜应有的折射率 (~ 1.9). 本实验发现, 将适量的 Y_2O_3 掺入 ZrO_2 膜料中, 可得到所需折射率. $Y_2O_3-ZrO_2$ 膜的化学性能稳定, 对端面有钝化作用. $Y_2O_3-ZrO_2$ 膜作为 $1.3\mu m$ 半导体激光器的减反射膜, 尚未见报道.

本实验中所用样品是 $1.3\mu m$ 半导体激光器, 它是一种适合单模光纤耦合的双电流限制腐蚀镜面新月形侧面发光的 $InGaAsP/InP$ 双异质结的激光器件, 其结构如图 1 所示. 此结构中由新月形的 $InGaAsP$ 有源区及其邻近的 InP 限制层之间的禁带宽度之差来实现载流

* 国家自然科学基金资助项目, 批准号: 69576017; 国家教委高校博士学科点专项科研基金资助项目

王浙辉 男, 1973 年出生, 硕士生, 从事半导体器件的辐照效应的研究

林理彬 女, 1934 年出生, 四川大学物理系教授、博士生导师, 主要从事固体材料及器件的辐照效应及机理方面的研究工作

1998-08-29 收到, 1998-12-18 定稿

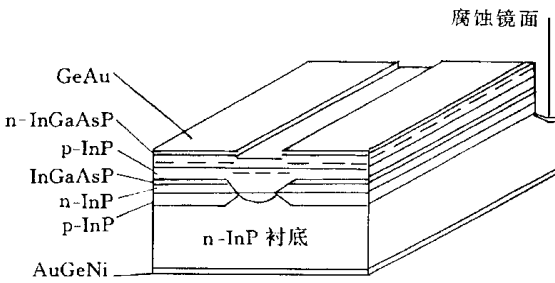


图 1 管芯结构示意图

子限制,从而构成光波导,由一端自然解理面构成光输出面,另一端面被腐蚀成斜面抑制光振荡

2 减反射膜的制备

采用 DM P-450 型电子束蒸发镀膜机,将掺有 Y_2O_3 的 ZrO_2 作为膜料蒸镀至激光器管芯解理面上 实验最佳工艺条件为:蒸

镀时电子枪电压为 6.5kV,灯丝加热电流为 23A,可得束流为 0.1A,偏转电流为 0.5A,初始真空度为 0.6×10^{-2} Pa,工作真空度为 1.07×10^{-2} Pa.蒸镀过程中,样品处于坩埚正上方 50cm 处.样品不转动.由于此管芯的端面极易受机械损伤,连接的金丝又只有 $\phi 5\mu m$,极易被折断,但端面又必须保持水平,为此制作了一个专用样品架,使待镀的端面正位于一个狭缝中,狭缝对准坩埚上方,以便在蒸发时膜料分子直接沉积在端面上.

膜料中 Y_2O_3 占总重量的 20%, ZrO_2 占 80%,膜料放置在总量和占坩埚体积的状况会影响沉积膜的生长速率和 Y_2O_3 在膜中的含量,因此要求每次膜料的放置量和状况都一致.

实验过程中的样品旁同时放置有 Si 或 InP 陪片.测量陪片上膜的情况来决定减反膜的厚度、折射率以及其他性质.用日立 S-450 型扫描电镜对膜进行形貌观察,薄膜是均匀的,无明显缺陷、断裂等.由其成分分析,可知膜中 Y 占 Y 和 Zr 的原子总数的 28.6%~31.1%.经日本 D/MAX-A 型 XRD 谱仪测试 X 射线衍射谱,只发现基体材料 Si 或 InP 的特征峰而无 ZrO_2 晶相的特征峰,说明膜是无定形的.

用 TP-77 椭圆厚仪测量膜的厚度及折射率.在获得膜厚与沉积速率的参考表后,可用蒸镀时间来控制膜厚.实验测得膜的折射率为 1.90,并发现在一定的膜厚范围内折射率不随膜厚改变,见表 1.而且在膜成分中 Y 所占总原子数的比例在 28%~38% 的范围内,此折射率也不改变.

表 1 膜厚及沉积速率

样品编号	蒸镀时间/s	膜厚/nm	生长速率/(nm · s ⁻¹)	折射率
7-3	379	115.0	0.305	1.900
10-2	373	110.0	0.305	1.900
11-2	528	227.5	0.43	1.900
22-2	580	257.5	0.447	1.900
25-2	660	245.5	0.372	1.900

3 参数测试与结果

对半导体激光器腔面增透的效果可从其外微量子效率和输入电流与输出功率间的线性反映出来.按照定义,在考虑量子效率为 1 时外微量子效率为

$$\eta_{\text{e}} = \eta \frac{1}{L} \ln \frac{1}{R_1 R_2} \left(\alpha + \frac{1}{L} \ln \frac{1}{R_1 R_2} \right)$$

式中 R_1, R_2 分别是激光器两端面的反射率; $L/2$ 是激光器谐振腔长度, 为 $250\mu\text{m}$, α_i 是损耗的常数; η_i 为内量子效率
由此式可看到减小反射率会提高外微分子量子效率 η_e 另一方面, η_e 也可表为输入电流输出工率相关曲线的斜率如

$$\eta_e = (e/h\nu)P_{\text{out}}/(I - I_{\text{th}})$$

式中 P_{out} 为输出功率; I_{th} 为阈值电流 见图 2

蒸镀有减反膜的半导体激光器, 其外微分子量子效率 η_e 和阈值电流 I_{th} 的测量结果列于表 2 中

表中 I_{th} 、 η_e 是镀膜样管的阈值电流和外微分子量子效率 I_{th0} 、 η_{e0} 是未镀膜样管的阈值电流和外微分子量子效率 I_{th} 的值已由实测温度下的值转换为测 I_{th0} 温度 (198K) 下的值

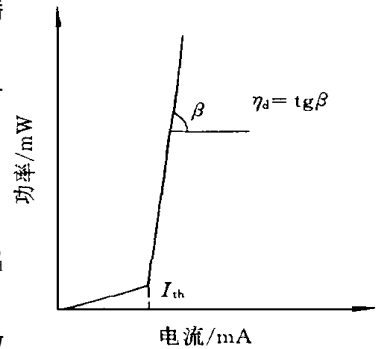


图 2 η_e 的意义

表 2 各典型样管的减反效果

管号	膜厚/nm	I_{th0} /mA	I_{th} /mA	η_{e0}	η_e	$\Delta\eta_e/\%$ *	备注
4	110.0	-	-	11.9	18.6	56	镀膜后拐点消失
5	227.5	19	20.1	11.6	12.7	9.5	
10	240.0		22.5		7.3		镀膜后改善线性
11	245.5	21	22	10.5	12.5	19	
12	224.5	34	37	10	12	20	
13	54.0		22		9		改善线性
14	163.4	30.6		15.9			镀膜后超辐现象

* $\Delta\eta_e = (\eta_e - \eta_{e0})/\eta_{e0}$

从表 2 可以看到, 镀膜后, 阈值电流都稍增大, 外微分子量子效率明显提高 其中 10# 典型样管改善线性作用最明显, 见图 3(a). 外微分子量子效率增加最大为 66%. 较为明显的有 4# 管, 见图 3(b), 可以看到 ab 段有超辐射的迹象 14# 样管的膜厚较接近 171nm, 已具有明显的超辐射特性, 如图 4 所示

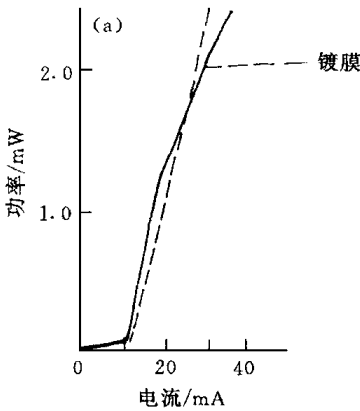


图 3(a) 镀膜后明显改善线性性质

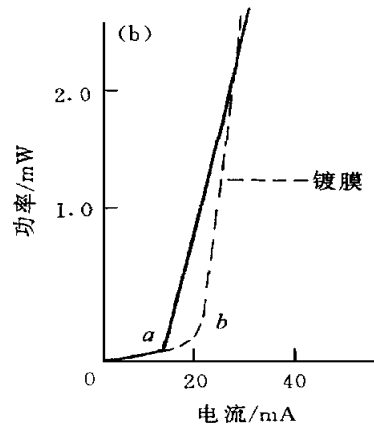


图 3(b) 镀膜后样管的 η_e 提高

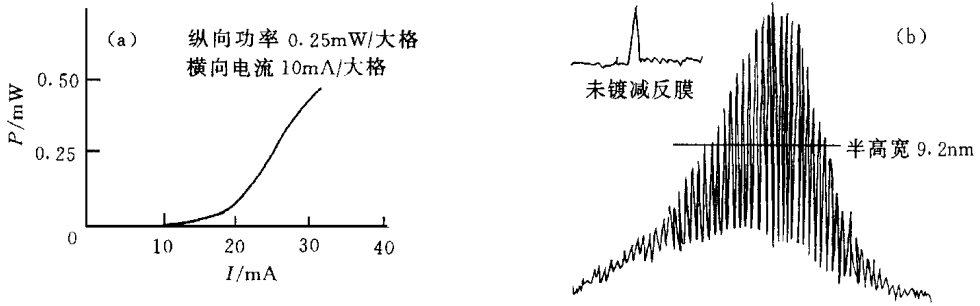


图 4 减反程度高(减反膜厚 $d=163.5\text{nm}$) 的半导体激光器的输出

(a) 输出功率曲线, (b) 输出光的光谱

从图 4(a) 中可以看出, 输出曲线的拐点消失, 曲线光滑. 并且输入电流 100mA 时, 输出功率为 2.1mW , 具有典型的超辐射管特性. 从图 4(b) 看到, 中心峰的光波长是 1289.7nm , 半高宽 9.2nm . 且光谱图中, 曲线振荡激烈, 各峰面积比较平均, 即光子均匀分布在峰尖所标志的小波段中, 不象原激光器的输出集中在一个极短的波段. 但作为超辐射管, 该管的半高宽小了一些, 这是由于端面还有一点反射引起的, 如再精确控制减反膜的厚度则将得以改善.

4 讨论

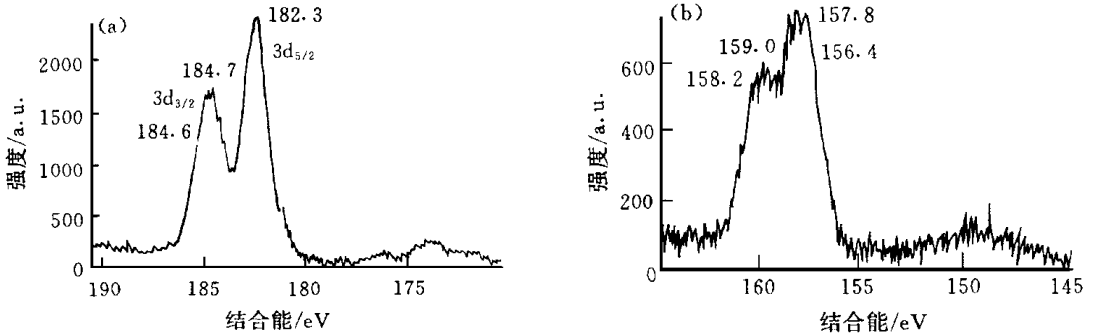
(1) 由单层减反膜公式:

$$R = \frac{n_1^2(n_0 - n_g)^2 \cos^2(2\pi n_1 d / \lambda) + (n_0 n_g - n_1^2)^2 \sin^2(2\pi n_1 d / \lambda)}{n_1^2(n_0 + n_g)^2 \cos^2(2\pi n_1 d / \lambda) + (n_0 n_g + n_1^2)^2 \sin^2(2\pi n_1 d / \lambda)} \quad (1)$$

这里 n_0, n_g, n_1 分别是有源层, 空气, 膜的折射率. 已知, 当 $n_1 = \sqrt{n_0 n_g} = 1.871, n_1 d = \frac{\lambda}{4}, d = 171.0\text{nm}$ 时, $R = 0$. 本实验中, 尽管有意使有些样管的减反膜的膜厚与 171.0nm 差别较大, 但仍有明显的减反效果, 这是因为加入了 Y_2O_3 , 使膜的折射率与 InGaAsP 匹配良好. d 在 166.7 到 175.6nm 范围内, $R < 0.001$. 因此, $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ 膜是制做超辐射管, 行波放大器的理想材料, 并已在本实验中得到证明.

(2) 通过 X 光电子能谱仪对 $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ 膜进行能谱分析, 谱中 Zr 的 $3d_{3/2}$ 和 $3d_{5/2}$ 峰位同标准 ZrO_2 谱图符合得很好, 而且两峰间能量差也与 ZrO_2 的值完全符合, 因此 Zr 是以 ZrO_2 的形式存在. 但 Y 的 $3d_{3/2}$ 和 $3d_{5/2}$ 的峰位与 Y_2O_3 的标准值相比则向高能端移动了 1.4eV , 但两峰间距却与 Y_2O_3 标准谱值精确符合. 见图 5. 这与熊绍奎等报道的结果类似^[9, 10]. 由于在蒸发过程中, 少量的 $\text{ZrO}_2, \text{Y}_2\text{O}_3$ 分解为 $\text{ZrO}, \text{Zr}, \text{YO}, \text{Y}^{[11]}$, 导致生长的膜缺氧而形成的氧空位, 此时 Y 在膜中的化学环境就不同于典型的 Y_2O_3 而引起结合能的变化. 因此可认为 Y 的 $3d$ 峰位移动是氧空位起主要作用, 与黄宁康等人的分析是一致的^[10].

(3) 5# 典型样管的膜厚比 11# 样管更接近理想膜厚, 但效果差. 这是因为原激光器端面结果和反射情况复杂, 该管出射的光不是垂直端面造成的.

图5 $Y_2O_3-ZrO_2$ 膜的XPS

(a) Zr3d分谱, (b) Y 3d分谱

通过以上结果及讨论,用 $Y_2O_3-ZrO_2$ 膜作为 $1.3\mu m$ 半导体激光器的减反射膜是有效的。镀膜后外微量子效率提高,并有改善线性作用。外微量子效率增加最大为 66%。当减反射程度很高的时候,出现超辐射现象。

参 考 文 献

- [1] 黄德修, 半导体光电子学, 成都: 电子科大出版社, 1994, 56
- [2] 朱志文, 蔡开清, 等, 半导体光电, 1995, 16(1): 57.
- [3] Haruo Magai, Appl Phys Lett, 1989, 54(18): 1719
- [4] C. H. Henty, J. Lightwave Technol, 1986, LT-4: 288
- [5] A. Lubig, Ch. Buchal, Thin Solid Films, 1992, 217: 125.
- [6] 王伟琳, 戴健, 等, 无机材料学报, 1997, 12(1): 93
- [7] 王剑格, 等, 半导体光电, 1993, 14(7): 175
- [8] 黄德修, 半导体光电子学, 成都: 电子科大出版社, 1994, 125.
- [9] 熊绍奎, 汪德志, 等, 薄膜科学与技术, 1992, 5(1): 54
- [10] 黄宁康, 将锦江, 等, 薄膜科学与技术, 1993, 6(2): 164
- [11] H. Fukumoto, L. Inura and Y. Osaka, J. Appl Phys, 1988, 27: 11404
- [12] 罗恩银, 赵新民, 等, 半导体光电, 1990, 11(4): 329

Y₂O₃-ZrO₂ Thin Film Used as Anti-Reflective Coating for 1.3 μ m Laser Diode Prepared With Electron Beam Evaporator

Wang Zhehui, Lin Libin, Lu Tiecheng

(Department of Physics, Radiation & Technology Laboratory, Sichuan University, Chengdu 610064)

Received 29 August 1998, revised manuscript received 18 December 1998

Abstract The Y₂O₃-ZrO₂ anti-reflective (AR) coatings for 1.3 μ m laser diodes have been prepared with DM P-450 electron beam evaporator. The external differential quantum efficiency of laser diode with coatings is larger than those without coatings, and the linearity of laser diodes output is improved. When the diode's back reflectivity is reduced deeply, the diodes would have some properties of superluminescent diodes. All the phenomena and the mechanism are discussed in this paper.

PACC: 4255P, 7865, 8115G