

ECR plasma CVD 法淀积 980 nm 大功率 半导体激光器端面光学膜技术

谭满清 茅冬生 陈良惠 李玉璋

(中国科学院半导体研究所光电子器件国家工程研究中心 北京 100083)

提要 介绍了电子回旋共振等离子体化学气相沉积(简称 ECR plasma CVD)法淀积 980 nm 大功率半导体激光器两端面光学膜的工艺条件,探索了膜系监控的方法和优越性,讨论了这种淀积方法的优点和淀积的光学膜的优良特性。

关键词 ECR plasma CVD 法,半导体激光器,介质光学膜

1 引 言

980 nm 大功率半导体激光器是一类重要的泵浦光源,而带有保护作用的两端面全介质高反膜(HR)和增透膜(AR)的镀制质量将直接影响 980 nm 大功率半导体激光器的特性,为此,980 nm 大功率半导体激光器的两端面介质光学膜的淀积是该类器件制造过程中的重要工艺之一。目前,实现 980 nm 大功率半导体激光器的两端面介质光学膜的主要方法为电子束蒸发物理气相沉积(简称 E-B)法,从高反膜和增透膜的光学特性来说,可以用常规的膜系结构,用 E-B 法能够实现。但是,E-B 法淀积的介质膜致密性较差,长时间使用将影响器件特性。为解决介质光学膜的质量问题,本文提出用 ECR plasma CVD 法淀积 980 nm 大功率半导体激光器两端面介质光学膜的新工艺,ECR plasma CVD 法淀积的介质膜除了有好的致密性之外,还在淀积介质膜的工艺和膜的质量上有其独到的优点,本文将从 ECR plasma CVD 法淀积介质膜工艺实验、测量结果分析等方面进行系统的探讨,并得出一些有价值的结论。

2 实 验

本技术是在 ECR plasma CVD 设备上进行的,ECR plasma CVD 法淀积介质膜的原理在许多文献中均有报道^[1~6]。ECR plasma CVD 设备淀积光学膜之前,设备淀积室用加有液氮冷井的扩散泵抽至 10^{-5} Pa 数量级的本底高真空。

我们用该设备在 980 nm 大功率半导体激光器两端面依次实现反射率为 98.5% 的高反膜和反射率为 8.1% 的增透膜。其中高反膜使用的膜料为 a:Si, SiO₂;膜系结构为 S/LHLHLH 0.2L/A, S 表示衬底, A 表示空气, H, L 分别表示光学厚度为 245 nm 的 a:Si, SiO₂, 系数 0.2 为该层 SiO₂ 膜的光学厚度倍数;而增透膜使用光学厚度为 294 nm 的单层 SiO₂ 介质膜, a:Si, SiO₂ 的

折射率分别为 3.100, 1.503。淀积折射率为 3.100 的 a:Si 膜工艺条件为:微波源正向功率为 300 W,反向功率为 128 W,磁场电流为 123 A,使用的反应气体为 SiH₄ 和 Ar 气,其流量分别为 21 sccm(standard cubic centimeters per minute)和 6 sccm,淀积室气压为 0.27 Pa;淀积折射率为 1.503 的 SiO₂ 膜工艺条件为:微波源正向功率为 300 W,反向功率为 4 W,磁场电流为 130 A,使用的反应气体为 SiH₄ 和 O₂, N₂ 气,其流量分别为 22 sccm 和 11 sccm, 4 sccm,淀积室气压为 0.24 Pa。淀积过程中衬底的温度大约为 40℃~90℃。

实验过程中,各种气体流量用质量流量计精确监控,而膜系中的 a:Si, SiO₂ 的厚度用时间监控。图 1 为用石英晶体膜厚监控仪实测的淀积 a:Si 膜和 SiO₂ 膜的几何厚度随时间 t 的变化曲线,图 1 表明,ECR plasma CVD 淀积 a:Si 和 SiO₂ 介质膜的过程为恒淀积速率的过程,a:Si 和 SiO₂ 的淀积速率分别为 0.20 nm/s 和 0.34 nm/s,由此计算出淀积光学厚度为 245 nm 的 a:Si 和 SiO₂ 的时间分别为 395 s 和 479 s,淀积其他厚度的 SiO₂ 膜所需时间线性类推。淀积器件端面 HR 膜和 AR 膜时,按相应的膜系结构,通过预先计算的时间依次监控每层膜的厚度,即可实现满足要求的光学膜。

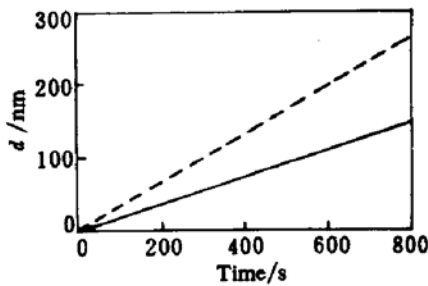


图 1 实测的淀积 a:Si(实线)和 SiO₂(虚线)膜的厚度 d 随时间变化曲线

Fig. 1 Measured thickness d of an a:Si film (solid) and a SiO₂ film (dash) vs time

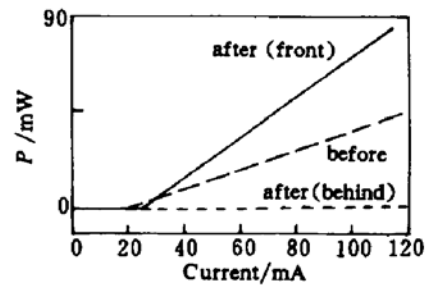


图 2 镀膜前后 980 nm 激光器的功率 P 输出比较

Fig. 2 The output power of a 980 nm laser before (dashed) and after (solid) optical coatings deposition

用时间监控端面光学膜时,精确测量 a:Si 和 SiO₂ 膜的折射率是很重要的。其测量方法是:SiO₂ 膜折射率用波长为 633 nm 的 L116B 型椭偏仪测量;a:Si 膜折射率是通过用 Cary 5E 型分光光度计测量样品的透过率后计算出波长为 980 nm 处的折射率值。大量的样品测量实验发现,a:Si 和 SiO₂ 膜的折射率的重复性很好,a:Si 膜在 980 nm 处的吸收很少,为此,这样测量的 a:Si 和 SiO₂ 膜的折射率可以作为器件端面光学膜膜料的折射率。

3 结果和分析

对于微型光电子器件的端面光学膜 0°入射角的反射特性直接进行精确测量难度很大,为此我们借助半导体器件端面镀光学膜前后量子效率变化特性进行推算。图 2 为用 ECR Plasma CVD 法镀制腔长为 800 μm,发光区宽度为 3 μm 的 980 nm 半导体激光器 HR 膜(设计 R 值为 98.5%)和 AR 膜(设计 R 值为 8.1%)后测量的量子出光效率。结果表明,正面出光效率为 0.90 W/A,阈值电流为 22 mA;反面出光效率为 0.0 W/A。该激光器未镀端面膜时的出光效率为 0.45 W/A,阈值电流为 20 mA。由此可见,ECR Plasma CVD 法镀制的端面高反膜的反射

率接近 1,与设计结果一致,由阈值电流的变化可进一步推算出前端面增透膜的反射率与设计值相符合。

实验结果与膜系设计值保持良好的一致性说明了 ECR Plasma CVD 法镀制光学膜的膜厚时间监控是一种行之有效的方法。实验过程中,在保持微波源功率、磁场电流稳定的情况下,用质量流量计精确监控各种气体的流量大小,实现了淀积的介质膜折射率恒定,淀积膜的厚度随时间线性增加,从而用时间监控光学膜有很高的精度。我们也通过大量的 ECR Plasma CVD 法淀积单层介质膜的重复性实验发现,淀积各种膜的折射率差异在 ± 0.01 以下,如 SiO_2 的折射率为 1.503 ± 0.002 (630 nm);另外, SiO_2 和 a:Si 的淀积速率为 0.34 ± 0.01 nm/s 和 0.20 ± 0.01 nm/s。由此可见,ECR Plasma CVD 法淀积介质膜的重复性也是很好的。

电子扫描显微镜测量结果显示,用 ECR Plasma CVD 法淀积的介质光学膜几乎无针孔,致密性很好。同时,对 ECR Plasma CVD 法和 PECVD 法淀积同样厚度的 SiO_2/N_2 的致密性差异进行过定性的对比实验,发现用 HF 酸缓冲液腐蚀时,PECVD 法淀积 SiO_2/N_2 的腐蚀速率快 2 倍,由此说明,ECR Plasma CVD 法淀积的膜致密性比 PECVD 法要好。另外,经端面镀高反膜和增透膜后的 980 nm 大功率半导体激光器老化处理结果表明,老化合格率几乎达到 100%。

ECR Plasma CVD 法淀积介质光学膜的过程是一种低温淀积过程,衬底温度一般在 100°C 以下,最高时也不超过 140°C ,充分保证了在高温下容易分解的 InP, GaAs 等半导体材料构成的器件在 ECR Plasma CVD 法淀积介质膜的过程中保持原有的结构和性质不变。

本实验中,我们应用的是 SiO_2 和 a:Si 膜,对于其他介质膜,如 SiO_2/N_2 , Si_3N_4 膜,都可以通过改变反应气体成分和它们的流量配比很容易地用 ECR Plasma CVD 法实现,它们的折射率变化范围是 $1.50 \sim 3.10$ ^[6]。由此可见,ECR Plasma CVD 法淀积介质膜的技术有力地克服了 E-B 法膜料选择的局限性,为实现各种要求的光学膜提供了大量的可供选择的膜料,减少了某些特定的光学膜的镀制难度。

决定介质膜折射率大小的参量除反应气体成分和它们的流量配比大小外,衬底温度增加时,介质膜的折射率也将有适度的增加。膜的淀积速率与气体成分、淀积室工作时的气压、微波功率和衬底温度等因素有关。

980 nm 大功率半导体激光器未镀膜的解释面为 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 材料,镀膜前在空气中解理后容易形成较薄的端面氧化层,而且还会有碳等的粘污,这些粘污破坏了器件和衬底的表面结构,严重影响器件的许多特性,诸如降低器件的使用寿命,减少光学膜在器件端面淀积时的附着力,淀积在端面的光学膜“起泡”等等现象,解决它们的办法是:在器件端面淀积光学膜之前,用电子回旋共振 H_2/He 的等离子体对器件端面进行去碳、氧等的清洁处理,这种处理是非常有效的。

参 考 文 献

- 1 Steven Dzioba, R. Rousina. Dielectric thin film deposition by electron cyclotron resonance plasma chemical vapor deposition for optoelectronics. *J. Vac. Sci. Technol.*, 1994, B12(1):433~440
- 2 Y. Manabe, T. Mitsuyu. Silicon nitride thin films prepared by the electron cyclotron resonance plasma chemical vapor deposition method. *J. Appl. Phys.*, 1989, 66(6):2475~2480
- 3 Jinho Ahn, Katsumi Suzuki. Stress-controlled Silicon nitride film with high optical transmittance prepared by an ultrahigh-vacuum electron cyclotron resonance plasma chemical-vapor deposition system. *Appl. Phys. Lett.*, 1994, 64(24):3249~3251
- 4 Takashi Inukai, Ken'ichi Ono. Optical characteristics of amorphous silicon nitride thin films prepared by electron

- cyclotron resonance plasma chemical vapor deposition. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 1994, **33**(5A):2593~2598
- 5 A. R. Shimkunas, E. Mauger, L. P. Bourget *et al.*. Advanced electron cyclotron resonance chemical vapor deposition SiC coatings and X-ray mask membranes. *J. Vac. Sci. Technol.*, 1991, **B9**(6):3258~3261
- 6 Tan Manqing. All-dielectric optical coatings deposition by ECR plasma CVD, in Congress for GaAs and other chemical compound in 1997, Zhangjiajie; Semiconductor material committee, institute of national color metal, 1997. 310~312

Optical Thin Films for 980 nm High-power Semiconductor Laser Devices Formed by Electron Cyclotron Resonance Plasma Chemical Vapor Deposition

Tan Manqing Mao Dongsheng Chen Lianghui Li Yuzhang

(*National Engineering Research Center of Opto-electronic Devices, Institute of Semiconductors,
The Chinese Academy of Sciences, Beijing 100083*)

Abstract This paper introduces the technology of optical thin films formation by electron cyclotron resonance plasma chemical vapor deposition (ECR plasma CVD) for 980 nm high-power semiconductor laser devices. A monitoring control method of optical thin films production is studied and the advantages of the deposition technique and the remarkable characteristics of the films are discussed.

Key words ECR plasma CVD, semiconductor laser devices, all-dielectric optical thin films