

文章编号: 0258-7025(2008)03-0436-04

直流磁控溅射制备 a-Si:H 膜工艺及其在激光器腔面膜上的应用

刘春玲^{1,2} 么艳平¹ 王春武² 王玉霞¹ 薄报学^{1*}

(¹ 长春理工大学高功率半导体激光国家重点实验室, 吉林 长春 130022)
² 吉林师范大学信息技术学院, 吉林 四平 136000)

摘要 利用直流(DC)磁控溅射方法制备氢化非晶硅(a-Si:H)薄膜。研究了氢气流量、溅射源功率对膜的沉积速率、氢含量(C_H)以及光学性能的影响。通过傅里叶变换红外(FTIR)吸收光谱计算氢含量,其最大原子数分数为11%。用椭偏仪测量了膜的折射率 n 和消光系数 k ,发现 a-Si:H 薄膜的 k 值和 n 值都随 C_H 的增加而减小。将优化的实验结果用于半导体激光器腔面高反镜的镀制,a-Si:H 薄膜在808 nm波长处的 n 和 k 分别为3.2和 8×10^{-3} ,获得了良好的激光输出特性。

关键词 薄膜;氢化非晶硅;半导体激光器;椭偏仪;折射率;消光系数

中图分类号 O 484.4 文献标识码 A

Process Investigation of a-Si:H Thin Films Prepared by Direct Current Magnetron Sputtering and Application on Diode Laser Cavity Coatings

Liu Chunling^{1,2} Yao Yanping¹ Wang Chunwu² Wang Yuxia¹ Bo Baoxue¹

¹State Key Laboratory of High Power Semiconductor Lasers,
Changchun University of Science and Technology, Changchun, Jilin 130022, China
²College of Information & Technology, Jilin Normal University, Siping, Jilin 136000, China

Abstract Hydrogenated amorphous silicon (a-Si:H) thin films have been prepared by direct current (DC) magnetron sputtering. The effects of the hydrogen flow rate, sputtering power influencing on deposition rate and the optical characteristics of a-Si:H thin films have been investigated. The hydrogen content (C_H) of the films is calculated by Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy method, and the maximum C_H is obtained at 11% (atom percent). The refractive index (n) and extinction coefficient (k) are measured by spectroscopic ellipsometer. It is found that the n and k of the prepared film decrease with the increase of C_H . The optimizing parameters are applied to the preparation of high reflection mirror of diode lasers, and the n and k at 808 nm wavelength are 3.2 and 8×10^{-3} respectively with a satisfactory laser output characteristics.

Key words thin films; a-Si:H; semiconductor lasers; spectroscopic ellipsometer; refractive index; extinction coefficient

1 引言

非晶硅是一种常用的红外波段光学薄膜材料,具有红外吸收系数小、折射率高(折射率在3.0~4.0之间)、热特性好等优点,是制作激光器光学膜的理想选择。但非晶硅在近红外波段的吸收系数偏大

(波长低于900 nm时的吸收系数可达 10^4 cm^{-1} 以上),限制了非晶硅材料在近红外波段激光器腔面膜上的应用^[1]。通过非晶硅中掺入氢可以降低材料的光学吸收,并取得了较好的实验效果^[2~4]。因此氢化非晶硅(a-Si:H)成为降低非晶硅薄膜吸收的有效手段。a-Si:H 薄膜的制作方法很多,常用的有等

收稿日期:2007-05-14;收到修改稿日期:2007-10-08

基金项目:国家自然科学基金(60477010,60476026)资助项目。

作者简介:刘春玲(1980—),女,吉林人,助教,主要从事半导体激光器材料与器件的研究。E-mail:lclwew@yahoo.com.cn

* 通信联系人。E-mail:bbx@public.cc.jl.cn

离子体增强化学气相沉积(PECVD)、直流和射频溅射、辉光放电分解等。磁控溅射具有工艺简单、沉积温度低、方向性强、薄膜附着性好、致密性高等优点,是制备各类光学薄膜的一种重要工艺手段。本文使用直流磁控溅射制备 a-Si:H 薄膜,并对其基本特性进行了实验研究,获得了在近红外波段不同工艺条件对材料折射率、光学吸收的影响规律。使用 a-Si:H/SiO₂膜系镀制激光器高反射膜,可明显缩短工艺周期,满足高反射镜在反射率达到要求的情况下,膜层数量尽可能少的条件^[5,6]。同时,Si/GaAs 界面存在较少的界面态^[7],有利于减少界面复合,提高半导体激光器的腔面光学灾变功率密度(COMD)。

2 薄膜溅射实验

磁控溅射设备是美国 DENTON 公司生产的 Discovery -18 Sputtering System 镀膜机,配置有分子泵、液氮(LN)冷阱真空系统及等压控制系统。镀膜机配有 4 个直径 76.2 mm 的磁控溅射靶,可以进行不同靶材的直流、射频溅射或材料共溅。溅射过程采用计算机程序控制,可以满足多层膜沉积过程的精确控制。溅射靶材采用厚度 5 mm,纯度 99.999% 的 Si 靶,基底为 n⁺-c-Si(原子浓度 $5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$)衬底,靶基距为 8 cm。采用直流溅射方式。真空室基准压强为 $9 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ 。a-Si:H 薄膜实验样品采用 AGNA-IR750 型傅里叶变换红外光谱仪(FTIR)进行吸收光谱的测试,并由此计算膜中氢的含量;采用美国 J. A. Woollam 公司的可变入射角光谱椭偏仪测量膜的折射率 n 和消光系数 k ,波长范围 300~1100 nm。每次工艺同时准备 3 个衬底片,所有的测试数据都是 3 个样品的平均值,所有样品中每组 3 个样品的误差均小于 10%。

3 结果与分析

3.1 沉积速率

为了得到准确的镀膜速率,膜厚测量非常关键,因此实验中采用美国 AMBIOS-XP-2 型台阶仪和椭偏仪相结合的方式测量膜厚,以提高准确性。

3.1.1 溅射功率的影响

沉积速率随溅射功率变化的实验结果如图 1 所示。由图可知,沉积速率随溅射功率增大而近似线性增加。这是因为增大溅射功率会增大气体的电离率,从而增大等离子体的密度,因此沉积速率相应增加。考虑到溅射功率过大时,物理沉积速率可能会大大超过化学反应速度,不利于溅射粒子 Si 与氢原

子充分反应,因此以下实验中固定溅射功率为 60 W,以使溅射速率适中。

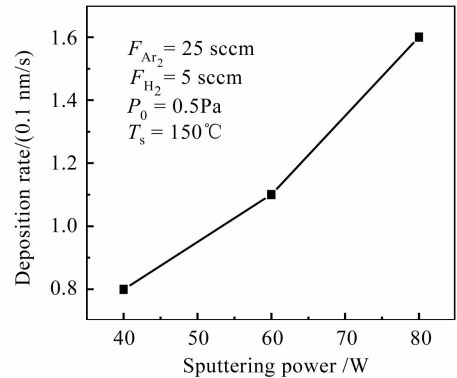


图 1 沉积速率随溅射功率的变化曲线

Fig. 1 Dependence of deposition rate on the sputtering power

3.1.2 氢气流量的影响

固定 Ar₂ 流量 F_{Ar_2} 为 25 sccm,溅射功率 P 为 60 W,衬底温度 T_s 为 150 °C,进行不同 H₂ 流量条件下的 a-Si:H 薄膜溅射。实验结果发现,未通 H₂ 的 a-Si 薄膜的沉积速率约为 0.07 nm/s,在其他参数不变的情况下,真空室通入 H₂ 后沉积速率突然增加,并且随着 H₂ 流量的持续增加,沉积速率先增加后降低。实验结果如图 2 所示。

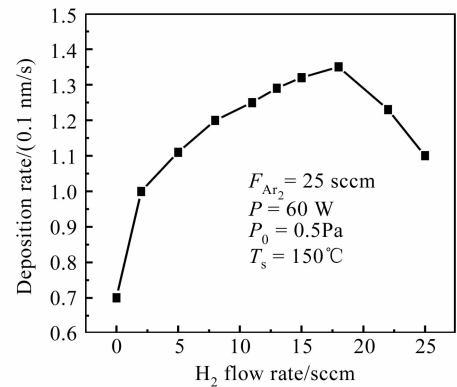


图 2 沉积速率随氢气流量的变化曲线

Fig. 2 Dependence of deposition rate on the H₂ flow rate

在氢气流量很少只有 2 sccm 时,沉积速率突然增加到 0.1 nm/s,比不通氢气时的沉积速率增加 42.8%。这可能是因为氢气的引入使 H₂ 电离产生 H⁺,进一步加速了 Ar 原子的碰撞电离,使得 Ar⁺ 等离子体数量明显增加,加快了沉积速率。随着氢气流量的增加,沉积速率平缓增加,但 H₂ 增加到 18 sccm 时,沉积速率开始下降,在 H₂ 流量为 25 sccm 时,沉积速率降到 0.105 nm/s。分析认为,在总的溅射气压保持不变的情况下,过高的 H₂ 流量

降低了 Ar_2 分压, 导致轰击靶材的 Ar^+ 数目减少, 而 H_2 的溅射产额低于 Ar_2 , 离化的 H^+ 不能完全补偿减少的 Ar^+ , 导致等离子体密度降低, 沉积速率下降。

3.2 氢含量

对不同氢气流量条件下的溅射 a-Si:H 膜和 n 型 c-Si 基片进行了红外透射光谱的比较测试, 测试仪器采用 AGNA-IR750 型傅里叶变换红外光谱仪。实验测得的傅里叶变换红外光谱需要除去 c-Si 基片的影响, 通常的方法是用实验测得的透射率除以没有镀膜的 c-Si 衬底透射率, 然后乘以 c-Si 的无吸收透射率, 一般取值为 0.54。然后把处理后的透过率曲线转化成吸收谱。研究表明, a-Si:H 薄膜红外吸收谱中吸收峰的强度正比于薄膜中 H 的浓度, 可以利用红外谱吸收峰的积分强度来确定薄膜中氢含量 C_{H} [8,9]

$$C_{\text{H}} = A_{\omega} I(\omega) / N,$$

$$I(\omega) = \int [a(\omega) / \omega] d\omega,$$

式中 $I(\omega)$ 为吸收带的积分强度, N 为薄膜中硅原子与氢原子的密度之和, 取 $N = 5.0 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$, A_{ω} 为比例系数, 是波数 ω 的函数。通过计算得出氢含量随 H_2 流量的变化曲线如图 3 所示。图中显示, 氢流量从 0~8 sccm 增加时, a-Si:H 薄膜的氢含量随着氢流量的增加而增加, 氢最大原子数分数为 11%, 对应的氢流量为 8 sccm。在 8~18 sccm 之间氢含量减少。超过 18 sccm 以后, 氢含量继续减少, 但是减小幅度变得缓慢。因为在过高的氢流量时, 过量的氢原子将会从正在沉积的膜中提取氢, 导致氢含量降低, 这种现象和 Saito 的报道一致 [10]。

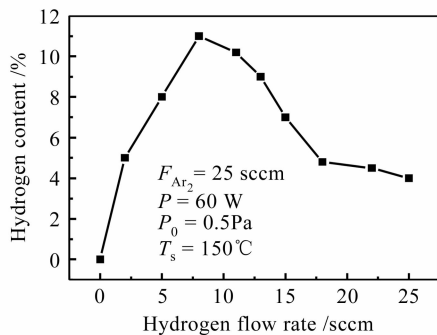


图 3 氢含量随氢气流量的变化曲线

Fig. 3 Dependence of hydrogen content on H_2 flow rate

3.3 氢含量对 n, k 的影响

在不同氢气流量条件下制备了相同厚度的 a-Si:H 膜, 用椭偏仪测量了 300~1100 nm 波长范围内的折射率和消光系数随氢含量的变化, 如图 4 所示。

由图 4(a) 可得在氢含量为 0 时, 折射率最大, 随着氢含量的增加折射率降低。薄膜折射率随薄膜的化学式平均分子量减小而降低, 由于膜的氢含量增加, 膜的化学式平均分子量相应减少, 从而折射率下降。从图 4(b) 中得出 k 值也随氢含量增加而降低, 因为薄膜基础理论表明折射率低相应的消光系数就有所下降。因此在镀制 a-Si:H 光学膜时必须对溅射参数进行优化, 以保证获得较高 n 值条件下尽量降低 k 值, 从而减少膜的光吸收。

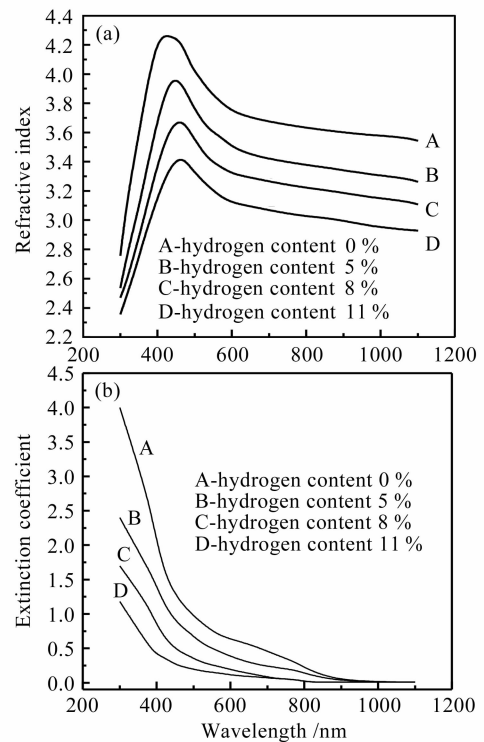


图 4 不同氢含量时折射率(a)和消光系数(b)与波长的关系

Fig. 4 Refractive index (a) and extinction efficient (b) versus wavelength at different hydrogen contents

4 激光器腔面膜应用

选取 a-Si:H 膜的工艺参数为: 氢原子数分数为 8%; 对应的沉积条件为: 工作气压 0.5 Pa, 基片温度为 150 °C 和氢气流量为 5 sccm, 氩气流量为 25 sccm, 由图 4(a) 中 C 线和图 4(b) 中 C 线可知, a-Si:H 膜层在 808 nm 波长处的折射率和消光系数分别为 3.2 和 8×10^{-3} , 满足折射率较高、消光系数较低的要求。采用 a-Si:H/SiO₂ 高、低折射率材料做高反射膜, 仅用 3 对就使反射率在 808 nm 处达到 98.6%。接着对 808 nm 波长的 100 μm 宽条形半导体激光器芯片的后腔面镀了 3 对 a-Si:H/SiO₂ 高反射膜, 前腔面不镀膜, 测得 $P-I$ 曲线如图 5 所示 (腔长 L

=1000 μm , 带宽 $\omega = 500 \mu\text{m}$)。A 线激光器阈值电流为 0.5 A, 斜率效率 0.72 W/A; 而前、后腔面都未镀膜时, 如 B 线所示, 激光器的阈值电流为 0.7 A, 斜率效率 0.50 W/A; 当前腔面镀上单层 Al_2O_3 的增透膜, 后腔面镀了 3 对 a-Si:H/SiO₂ 高反膜时, 斜率效率如 C 线所示, 达到 0.95 W/A。以上实验结果说明, 使用 a-Si:H/SiO₂ 作为激光器的高反射膜不仅可以减少膜层周期, 而且完全可以得到较理想的激光输出特性^[11~13]。

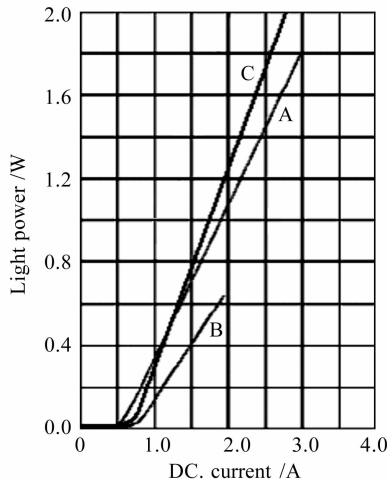


图 5 激光器 P-I 曲线

Fig. 5 P-I curves of lasers

5 结 论

采用直流磁控溅射方法研究了不同工艺条件下 a-Si:H 薄膜的沉积速率和光学特性。实验结果发现, 溅射功率和氢气流量对膜的沉积速率有直接的影响。氢气流量也会影响膜的氢含量, 随着氢气流量增加, 膜的氢含量先增加后降低, 最大氢原子数含量为 11%。椭偏仪测量分析表明, a-Si:H 薄膜中的氢含量越大, 折射率就越低, 消光系数也降低。实验数据为以后 a-Si:H 薄膜的制备提供了有力的依据。把优化的 a-Si:H 溅射条件应用到大功率半导体激光器高反射腔面膜的镀制, 得到了较为理想的激光输出特性。

参 考 文 献

1 Hou Shihua, Zhao Ding, Ye Xiaojun *et al.*. Effect of absorption on the optical characteristics of VCSELs [J]. *Acta Photonica Sinica*, 2005, **34**(1):18~21

侯识华, 赵 鼎, 叶晓军等. 吸收对垂直腔面发射激光器光学特性的影响[J]. *光子学报*, 2005, **34**(1):18~21

2 Maruf Hossain, Husam H. Abu-Safe, Hameed Naseem *et al.*. Characterization of hydrogenated amorphous silicon thin films prepared by magnetron sputtering [J]. *Non-Crystalline Solids*, 2006, **352**:18~23

3 Qian Xiangzhong. Study of absorption coefficient of hydrogenated amorphous silicon [J]. *Vacuum Electron Technology*, 2004, **2**:20~22

钱祥忠. 非晶硅薄膜光吸收系数的研究[J]. *真空电子技术*, 2004, **2**:20~22

4 Wang Yingjian, Hu Hanyang, Li Qingguo *et al.*. Study of weak absorption of the thin films coated on the Si plates [J]. *Chinese J. Lasers*, 2001, **A28**(10):937~940

王英剑, 胡海洋, 李庆国等. 高反射硅镜弱吸收的研究[J]. *中国激光*, 2001, **A28**(10):937~940

5 Peter Unger, Edeltraud Gehrig, Ortwin Hess *et al.*. High-Power Diode Lasers-Fundamentals, Technology, Applications [M]. Beilin: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2000. 34~37

6 Li Jianjun, Han Jun, Deng Jun *et al.*. InAlGaAs quantum well 808 nm laser diode with low threshold current and high efficiency [J]. *Chinese J. Lasers*, 2006, **33**(9):1159~1162

李建军, 韩 军, 邓 军等. 低阈值高效率 InAlGaAs 量子阱 808 nm 激光器[J]. *中国激光*, 2006, **33**(9):1159~1162

7 Zhou Huijian, Wang Yuqi, He Wei. Analysis of local density of states by AES[J]. *Vacuum Science and Technology*, 1995, **15**(5):297~302

周惠健, 王玉琦, 何 炜. 局域电子态密度的俄歇复合谱分析[J]. *真空科学与技术*, 1995, **15**(5):297~302

8 Hu Yuehui, Chen Guanghua, Wu Yueying *et al.*. The infrared spectroscopy and the hydrogen content of hydrogenated amorphous silicon [J]. *Science in China Ser. G Physics, Mechanics & Astronomy*, 2004, **34**(3):279~289

胡跃辉, 陈光华, 吴越颖等. 氢化非晶硅薄膜红外透射谱与氢含量[J]. *中国科学 G 辑*, 2004, **34**(3):279~289

9 Luo Zhi, Lin Xuanying, Lin Shunhui *et al.*. Infrared analysis on hydrogen content and Si-H bonding configurations of hydrogenated amorphous silicon films [J]. *Acta Physica Sinica*, 2003, **52**(1):169~174

罗 志, 林璇英, 林舜辉等. 氢化非晶硅薄膜中氢含量及键合模式的红外分析[J]. *物理学报*, 2003, **52**(1):169~174

10 N. Saito, H. Sannomiya, T. Yamaguchi *et al.*. Dependence of properties of hydrogenated microcrystalline and amorphous silicon films prepared by planar magnetron sputtering in inert gas [J]. *Appl. Phys. A*, 1984, **35**:241~247

11 Bo Baoxue, Gao Xin, Wang Ling *et al.*. 808 nm wavelength high power semiconductor laser arrays [J]. *Chinese J. Lasers*, 2001, **A28**(6):494~496

薄报学, 高 欣, 王 玲等. 808 nm 波长高功率阵列半导体激光器[J]. *中国激光*, 2001, **A28**(6):494~496

12 Yi Qu, Shu Yuan, Chong Yanglin *et al.*. High power InAlGaAs/GaAs and AlGaAs/GaAs semiconductor laser arrays emitting at 808 nm [J]. *IEEE Photon. Technol. Lett.*, 2004, **16**(2):389~391

13 Zhong Li, Wang Jun, Feng Xiaoming *et al.*. 808 nm high-power lasers with Al-free active region with asymmetric waveguide structure [J]. *Chinese J. Lasers*, 2007, **34**(8):1037~1042

仲 莉, 王 俊, 冯小明等. 808 nm 大功率无铝有源区非对称波导结构激光器[J]. *中国激光*, 2007, **34**(8):1037~1042