

编号: 0095

内部

科学技术成果报告

砷化镓双异质结激光器制备工艺

科学技术文献出版社

科学技术成果报告

砷化镓双异质结激光器制备工艺

(内部发行)

编辑者: 中国科学技术情报研究所

出版者: 科学技术文献出版社

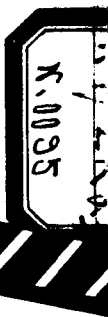
印刷者: 中国科学技术情报研究所印刷厂

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经销

开本 $787 \times 1092 \cdot \frac{1}{16}$ 0.5 印张 8 千字

统一书号: 15176 · 270 定价: 0.10元

1978年5月出版



目 录

一、前言.....	(1)
二、液相外延.....	(2)
三、制管.....	(4)
四、测试.....	(5)

砷化镓双异质结激光器制备工艺

中国科学院上海光学精密机械研究所

一、前 言

我所研制的GaAs双异质结激光器,于1975年末实现宽接触室温连续运转。1976年,在复旦大学加速器实验室协助下,做出了质子轰击条形室温连续器件,并提供一些单位作应用试验。图一是器件的外观和基本结构。

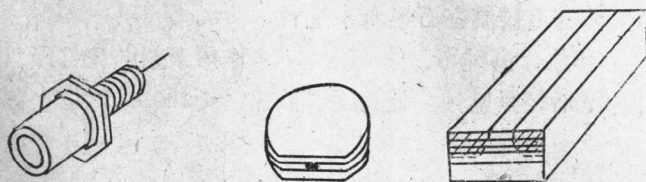


图1 器件的外观和基本结构

激光器的主要参数如下:

1. 管芯尺寸: 条宽 30μ , 腔长 300μ , 发光区高 $0.3-0.5\mu$, 管芯高度 $80-100\mu$, 宽度约 $200-400\mu$
2. 阈值电流: $100-400\text{mA}$
3. 阈流密度: $1000-4000\text{A}/\text{cm}^2$
4. 单向输出功率 (在1.1倍阈值电流下): $3-5\text{mW}$
5. 微分量子效率: $10-50\%$
6. 峰值波长: $8700\text{\AA}-9000\text{\AA}$
7. 半宽: $4-30\text{\AA}$
8. 热阻: 较好器件 $30\text{K}/\text{W}$
9. 寿命: 1976年7月在 30°C 室温下运转, 保持 2mW 输出, 最高为214小时。
10. 调制频率: 18MHz 以上 (限于电源频率)
11. 典型近场、远场图样如图所示:

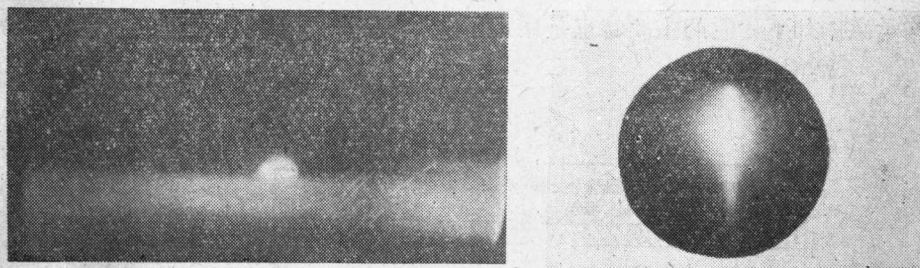


图2 近场、远场图样

器件曾提供武汉邮电科学研究院、福州物质结构研究所等单位做光纤通讯实验, 传送电视和多路电话, 效果良好。并提供有关单位做精密测距试验, 取得一定效果。

目前器件工艺还不稳定, 重复性差, 成品率低, 寿命距使用要求相差很大。下面简要叙述目前采用的工艺过程, 其中有不少工艺是有缺点的, 正在改进之中。

二、液 相 外 延

1. 衬底准备:

材料采用掺Te n型GaAs, 载流子浓度 $1-2 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$, 位错小于 3000cm^{-2} 。

定向: 晶向取 $\langle 100 \rangle$ 方向; 修片精度: 偏差小于 $5'$ 。

片子表面用 M_3 刚玉粉细磨, 经有机溶剂超洗, 外延前用 $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}=3:1:1$ 溶液, 65°C 化学抛光3.5分钟, 或用 M_1 刚玉粉机械抛光, 再经轻微腐蚀后, 真空烘干备用。

2. 母液准备:

镓采用7个9以上的高纯镓。作真空脱氧和氢气脱氧处理: 先放在石英舟中, 在 10^{-6} 毫米真空度下, $700-800^\circ\text{C}$ 处理10小时以上。然后放在外延反应管中在 900°C 左右通氢处理2~3小时。镓的称量在充氮操作箱中用石英滴管直接滴在石墨舟中进行。

采用高纯GaAs (标称 $n < 10^{13} \text{cm}^{-3}$) 作源, 高纯Si、Ge、Al、Te作掺杂剂。先打碎、清洗、充分腐蚀干净后, 外延前称量。称量后轻微腐蚀。低真空、微热($< 100^\circ\text{C}$)烘干备用。腐蚀配方:

GaAs, 用 $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}=8:1:1$, 常温1分钟

Ge, Si, 用 $\text{HNO}_3:\text{HF}=9:1$, 常温1分钟

Al, 用40% H_3PO_4 , 加热1分钟

Te, 不作清洗腐蚀。

3. 配比:

配比在外延实验中是可以而且应当根据生长情况作调整的。下面列举一个典型例子, 以1g Ga计算。

	Ga	GaAs	Al	杂质	
I	1g	56mg	1.25mg	Te	0.6mg
II	1g	70mg		Si	3mg
III	1g	54mg	1.25mg	Ge	16mg
IV	1g	69mg		Ge	10mg

4. 石墨舟:

结构示意图如下。它的主要特点是采用了整体的石墨盖加钨块把母液压平。母液只用

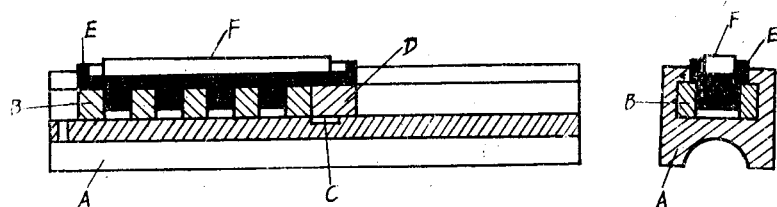


图3 石墨舟结构图

A. 舟托, B. 母液槽, C. 衬底槽, D. 衬底盖块, E. 母液盖, F. 钨块

0.7—1gGa, 高度约2mm。在顶面可加高纯GaAs片以保证合适的饱和度。外延时舟托不动, 母液槽滑动。

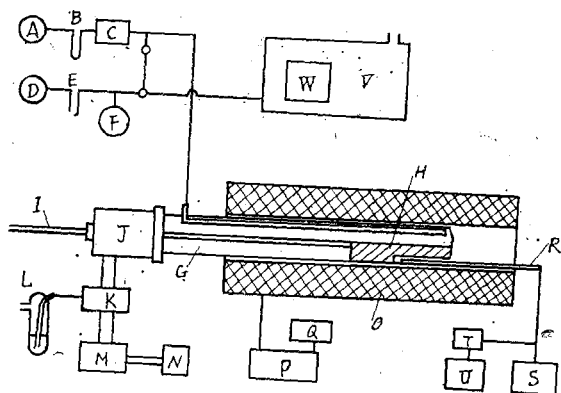


图4 外延系统

A. 钢瓶 H_2 , 纯度 $>99\%$, B. 分子筛, C. 钽管氢气纯化器, D. 钢瓶 N_2 或 Ar , E. 分子筛, F. 球胆, G. 石英反应管, H. 石墨舟, I. 石英推棒, J. 威尔逊接头, K. 电磁真空阀, L. 尾气鼓泡瓶, M. 高真空机组, N. 机械泵, O. 炉子, P. DWK-703炉温控制台, Q. 自动降温控制器, R. 铂铑铂热电偶, S. UJI电位差计, T. 毫伏定值器, U. 记录仪, V. 操作箱, W. 称Ga天平。

5. 外延系统:

示意图如左:

6. 外延程序:

外延程序如图五所示:

7. 显结观察及简单分析:

外延片解理后显结。显结液 $K_3Fe(CN)_6:KOH:H_2O = 1:1:10$, 时间5"—10"。用2000倍金相显微镜观察。四层结典型尺寸如下:

I、 4μ , II、 $0.3-0.5\mu$, III、 1μ , IV、 2μ 。

典型照片如图6:

根据经验,要得到好的结果,必须做到:①四层结线平直清晰,各层厚度均匀适当,②与此相应,表面平整光亮,③II层厚度适当,要求在 $0.3-0.5\mu$ 范围内。

常见的不良的结,有下列几种情况:

- ①II层太薄(甚至没有)或太厚,原因是II、III源饱和度不当。
- ②缺口,如图7左,原因是衬底或母液沾污和氧化。

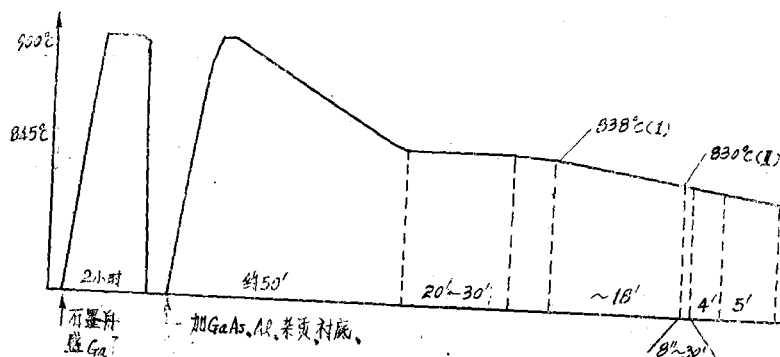


图5 外延程序

- 几点说明:
1. 将盛有称好Ga的石墨舟在 $900^\circ C$ 通 H_2 处理2小时。
 2. 熔源时所有原料全部加入,接着就降温外延。
 3. 在 $845^\circ C$ 左右恒温阶段,用热电偶测量等温区。要求在石墨舟长度内 $\Delta T < 0.3^\circ C$,衬底与I源之间 $\Delta T < 0.1^\circ C$ 。
 4. 降温速度采用 $0.4-0.5^\circ C/分$ 。
 5. 第II层生长时间,视显结实际生长厚度适当调整,从 $8'$ — $30'$ 都曾采用。
 6. 反应管进炉前反复二次抽真空,通 H_2 ,最后抽高真空。反应管打开前抽低真空,从进气端通 N_2 或 Ar 。反应管打开时与操作箱相连。称Ga及清理过程中一直通 N_2 或 Ar 。

③岛状生长，特别是Ⅱ层易发生，原因可能也是Ⅱ、Ⅲ源饱和度不当。如图7中。

④表面沾Ga，如图7右。

8. 体会：

经过几年实践，体会到做好液相外延，需着重注意下列几个问题：

①必须有高纯度的氢气。要妥善使用钼管，仔细检查所有接头，严防漏气。

纯氢管道采用全不锈钢管道系统。

②炉温要稳定可靠，这是外延重复性的重要保证。炉温要定期检查调试，保证有足够长的等温区。热电偶要定期标定。

③严格注意清洁工作，防止沾污。特别是要保

证所用的镓有可靠的纯度。

④为了提高器件寿命，要做好缓冲层生长、有源区掺Al、衬底及外延层位错缺陷检测等工作。

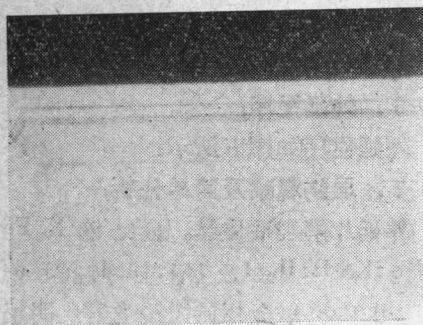


图6 显结照片

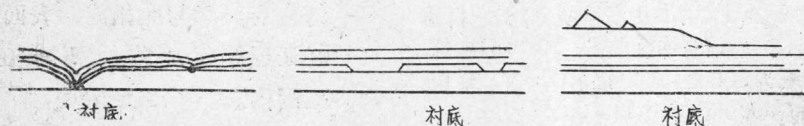


图7 几种不良的结

三、制 管

1. 表面扩Zn：

外延第四层是掺Ge-GaAs，浓度约 10^{18}cm^{-3} 。为利于做好欧姆接触，减少接触电阻，须进行表面扩Zn。我们采用箱法扩Zn。将清洗后的外延片及作为杂质源的纯Zn，置于有磨口的石英容器的两端，放入石英管中，抽真空后压紧磨口，然后通 H_2 ，在 700°C 下扩Zn 5'—8'。这样得到深约 0.5μ ，浓度 $6 \times 10^{19}\text{cm}^{-3}$ 左右的扩Zn层。

2. 欧姆接触：

扩Zn后片子减薄到 $80-100\mu$ ，P面真空蒸发Cr+Au(厚度约 $500-1000\text{\AA} + 0.3-0.5\mu$)，n面蒸发Au-Ge-Ni合金(厚度约 0.5μ)，然后在 H_2 气炉中 550°C 5分钟合金化。然后P面蒸Ag，N面蒸Au。采用这一方法，比接触电阻约为 $1 \times 10^{-4}\Omega\text{cm}^2$ 。

3. 质子轰击条形结构：

做好欧姆接触的片子，先解理少量做宽接触器件，检查性能，测量阈值电流密度，串连电阻等。好的片子做质子轰击。片子用松香加热，将N面沾在平的薄铜片上。用手工将 30μ 钨丝平行于解理面绕在样品上，然后送复旦大学质子轰击。轰击条件：累积剂量 $5 \times 10^{15}\text{cm}^{-2}$ ，能量 $500-700\text{keV}$ 。轰击后，在P面蒸Au作标记，拆除钨丝。

4. 装架封管：

装架目前用银片作上下电极。银片电镀In(现用现镀)。在 $250^{\circ}\text{--}280^{\circ}\text{C}$ H_2 气炉中烧结 $3'\text{--}5'$ 。烧牢后侧面用环氧树脂胶牢。注意镀In层厚度要适当,太薄了往往烧不牢,太厚了易使器件短路。经测试性能良好者,充 N_2 封入管壳。管壳目前采用螺钉固定,O形圈密封的结构,如图8所示:

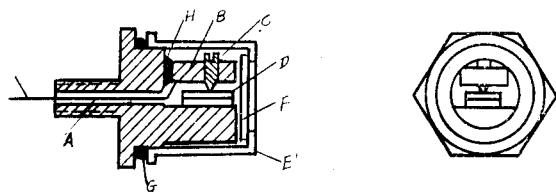


图8 封装结构

A. 管座, B. 上电极, C. 螺钉, D. 激光器,
E. 管帽, F. 平板玻璃, G. O形圈, H. 环氧树脂,
I. 引线。

5. 改进措施:

①为了减少焊接应力及器件电容,上电极(N面)拟改用Au丝连接,管芯P面直接焊在管座上。目前正在试验。

②为配合光纤通讯应用,应采用两面出光、光纤耦合封装,目前正在试验。

③其他类型的条形结构,如山字形低台条形,衬底沟槽条形等各有其特殊优点,正在进行试验。

四、测 试

常规测试内容有下列几项:

1. 阈值电流:

100KC($\tau \approx 1\mu\text{s}$)下用示波器测量脉冲阈值。连续器件测直流阈值。

2. 串联电阻:

器件加脉冲电流,用示波器测器件压降,即可换算出串联电阻。经验表明器件压降是重要参数。我们的器件压降大于2.2V时,一般不大可能实现室温连续受激。

3. 功率及效率:

连续器件,用Si光电池测量输出功率。功率—电流曲线在阈值处出现拐点。从拐点以上曲线的斜率,即可算出微分量子效率。

4. 光谱:

典型器件测发光光谱。目前采用棱镜光谱仪光电记录方法记录光谱曲线,测量峰值波长和线宽。

5. 热阻:

典型器件测热阻。先变温测 $\lambda_m\text{--}T$ 曲线,然后改变频率或改变直流偏置,测 $\lambda_m\text{--}$ 输入功率曲线,从斜率求得热阻。

6. 寿命:

在1.05倍阈值下,保持输出功率(输出下降时,增加输入电流),连续工作,直到不出激光,计算寿命。

7. 其他:

典型器件拍摄远场、近场照片。从远场照片可求得发光的发散角并进行器件退化机理、高频性能、模式特性等方面的研究工作。