

文章编号: 1001-3806(2014)05-0675-04

## 外腔面发射激光器 GaAs 基质的酸性腐蚀

房启鹏, 詹小红, 梁一平, 蒋茂华, 朱仁江, 吴建伟, 张 鹏\*

(重庆师范大学 物理与电子工程学院 重庆市高校光学工程重点实验室, 重庆 400047)

**摘要:** 外腔面发射激光器的 GaAs 基质厚度大, 热导率低, 严重阻碍有源区热量的扩散, 影响激光器功率的提高。为了去除激光器的 GaAs 基质, 采用硫酸系酸性腐蚀, 通过改变腐蚀液浓度和腐蚀温度来比较腐蚀液对 GaAs 基质的腐蚀影响, 并采用原子力显微镜照片表征了腐蚀表面的粗糙度。结果表明, 当腐蚀液的体积比  $V(\text{H}_2\text{SO}_4):V(\text{H}_2\text{O}_2):V(\text{H}_2\text{O}) = 1:5:10$ , 腐蚀温度为  $30^\circ\text{C}$  时, 腐蚀速率适中, 为  $5.2\mu\text{m}/\text{min}$ , 腐蚀表面粗糙度  $2.7\text{nm}$ , 腐蚀总体效果较为理想。较好的 GaAs 基质腐蚀效果为外腔面发射激光器衬底去除腐蚀阻挡层的选择性腐蚀提供了基本的保障。

**关键词:** 激光器; 外腔面发射激光器; 酸性腐蚀; GaAs 基质

**中图分类号:** TN248.4 **文献标志码:** A **doi:** 10.7510/jgjs.issn.1001-3806.2014.05.021

## Acid etching of GaAs substrate of external-cavity surface-emitting laser

FANG Qipeng, ZHAN Xiaohong, LIANG Yiping, JIANG Maohua, ZHU Renjiang, WU Jianwei, ZHANG Peng  
(Chongqing High Education Key Laboratory of Optical Engineering, College of Physics and Electronic Engineering, Chongqing Normal University, Chongqing 400047, China)

**Abstract:** Because of the large thickness and low thermal conductivity of GaAs substrate in external-cavity surface-emitting laser, the heat diffusion of active region is seriously impeded and the laser output power is difficult to improve. In order to remove the GaAs substrate, sulfate acid corrosion was used. The corrosion effects were compared with different concentration etching liquid at different temperature. Atomic force microscope photos were used to represent the roughness of etching surface. The results show that when the volume ratio of the etching liquid  $V(\text{H}_2\text{SO}_4):V(\text{H}_2\text{O}_2):V(\text{H}_2\text{O})$  is 1:5:10 and the temperature is  $30^\circ\text{C}$ , the moderate etching rate about  $5.2\mu\text{m}/\text{min}$  and the  $2.7\text{nm}$  roughness of etching surface is obtained. The good etching effect of GaAs substrate provides the basic guarantee for the next step of the substrate removal-selective etch of the stop-layer.

**Key words:** lasers; external-cavity surface-emitting laser; acid etching; GaAs substrate

## 引 言

光抽运垂直外腔面发射激光器 (optically-pumped vertical-external-cavity surface-emitting laser, OP-VECSEL) 结合了激光二极管抽运固体激光器和垂直腔面发射激光器 (vertical-cavity surface-emitting laser, VCSEL) 的优点, 能同时获得高功率及高光束质量。另外, VECSEL 的波长覆盖了从可见光到近

红外的宽广波段, 其外腔结构便于在腔内插入其它光学元件, 进行倍频<sup>[1-3]</sup>、锁模<sup>[4-6]</sup>、可调谐等不同方式的运转, 近年来引起了人们极大的研究兴趣。

限制 VECSEL 输出功率的主要因素是它的热效应。当 VECSEL 增益薄片中的 GaAs 衬底未去除时, 有源区多量子阱 (multiple quantum wells, MQW) 中产生的热量需要经由分布喇格反射镜 (distributed Bragg reflector, DBR), 再通过 GaAs 基质才能到达热沉, 由热沉带走。而 GaAs 衬底的热导率很低, 仅有铜热沉热导率的  $1/9$ 。同时, GaAs 基质厚度很大 (GaAs 基质厚度典型值为  $350\mu\text{m}$ , 而增益薄片中有源区与 DBR 的总厚度不超过  $10\mu\text{m}$ ), 因而 GaAs 基质的存在严重阻碍了 VECSEL 有源区热量的扩散, 使 VECSEL 有源区内部温度随抽运功率的增大急剧上升, MQW 的增益迅速下降, 激光器在较低输

基金项目: 重庆市自然科学基金资助项目 (cstc2011jjA40015); 重庆市教委科技研究基金资助项目 (KJJ130630)

作者简介: 房启鹏 (1987-), 男, 硕士研究生, 主要从事激光单元器件及技术方面的研究。

\* 通讯联系人。E-mail: zhangpeng2010@cqu.edu.cn

收稿日期: 2013-11-18; 收到修改稿日期: 2013-12-20

出功率水平上就出现热熄灭。

MWQ 产生的大部分热量不能够直接由高导热率的热沉带走,还要经过 30 个半波长左右厚度的 DBR 和 GaAs 基质,导致 VECSEL 散热性能不好,因此需要去除 GaAs 基质。去除 GaAs 基质后,MWQ 的热量更好地被传到热沉上,从而提高了 VECSEL 激光器的输出功率。

对 GaAs 的腐蚀一般分为酸性腐蚀<sup>[7]</sup>和碱性腐蚀。酸性腐蚀相关的报道相对较多,有硫酸/双氧水系、盐酸/双氧水系、磷酸/双氧水系<sup>[8]</sup>、柠檬酸/双氧水系<sup>[9]</sup>等。碱性腐蚀往往采用氨水/双氧水系、氢氧化钾或氢氧化钠等,由于氨水挥发性比较强,挥发出来的氨气具有很强的刺激性,一般很少采用此种腐蚀方法。采用氢氧化钾或氢氧化钠对 GaAs 的腐蚀相对较少,但有较多关于用氢氧化钾或氢氧化钠<sup>[10]</sup>腐蚀硅的报道。

GaAs 基质的去除减少了激光器的热负载,加快了有源区的热扩散,提高了激光器的输出功率。本实验中主要研究在去除 GaAs 基质时,硫酸/双氧水系腐蚀液配比和温度的改变对 GaAs 腐蚀的影响,找出腐蚀 GaAs 较好的方法,从而在 GaAs/GaInP 处对 GaAs 选择性腐蚀时较好地去除 GaAs 而不影响外延片的必需结构。

### 1 实 验

实验中使用反向生长的 VECSEL 外延片,由 IQE 公司采用金属有机物化学气相沉积技术生长。先在 350μm 厚的 GaAs 基质上生长一层 GaAs 缓冲层,接下来是 In<sub>0.49</sub>GaP 刻蚀阻挡层,然后生长 GaAs 帽层、多量子阱有源区、分布布拉格反射镜 DBR,最后用 40nm 的 GaAs 保护层结束外延生长。

VECSEL 的装置简图如图 1a 所示,GaAs 基质未去除的半导体增益薄片键合在热沉上,准直后的抽运光以约 45°角聚焦在增益薄片上,激光在外腔

镜与 DBR 所构成的谐振腔内形成振荡,并由外腔镜耦合输出。图 1b 为 GaAs 基质去除后的 VECSEL 的装置简图。

用划片机从 VECSEL 外延片整片上切下 6 块 3mm×3mm 的小片,超声波清洗干净后用氮气吹干,分别用紫外光胶把它们粘在已准备好的规格为 8mm×8mm 的碳化硅片上,外延片侧面也用紫外光胶封住,防止腐蚀时发生侧面腐蚀。用紫外灯将紫外光胶烤干,用防水双面胶将碳化硅和外延片固定在自制的悬架上,置入作为腐蚀器皿的容量为 500mL 的烧杯中。使用具有搅拌和自动加热的磁力搅拌器,放入温度计观察腐蚀溶液的温度。

实验采用的酸性腐蚀液体积比  $V(\text{H}_2\text{SO}_4) : V(\text{H}_2\text{O}_2) : V(\text{H}_2\text{O})$  分别为 1:1:3 和 1:5:10,结果证明都能起到较好的腐蚀平面。第 1 种配比的硫酸浓度大,相应的反应速度快,所用时间更短。实验中外延片 GaAs 基质在这两种腐蚀液中取得较好腐蚀平面所需的时间分别为 20min 和 120min。

样本 1 为未腐蚀的作参考用的原始片;样本 2 和样本 3 的腐蚀液的体积比均为  $V(\text{H}_2\text{SO}_4) : V(\text{H}_2\text{O}_2) : V(\text{H}_2\text{O}) = 1 : 1 : 3$ ,其中样本 2 的腐蚀温度是 30℃,样本 3 是 40℃,腐蚀时间都是 20min;样本 4、样本 5 和样本 6 的腐蚀液体积比为  $V(\text{H}_2\text{SO}_4) : V(\text{H}_2\text{O}_2) : V(\text{H}_2\text{O}) = 1 : 5 : 10$ ,其中样本 4 的腐蚀温度是 30℃,样本 5 的腐蚀温度是 40℃,样本 6 的腐蚀温度是 25℃,腐蚀时间都是 120min。

磁力搅拌器的转动速度选择适中,转动过快水流会影响腐蚀表面,转动过慢会使得沉淀物覆盖到腐蚀表面。

### 2 结果讨论与分析

表 1 为实验参量及实验结果。同种溶液配比中

Table 1 Experimental results under different etching conditions

sample	$V(\text{H}_2\text{SO}_4) : V(\text{H}_2\text{O}_2) : V(\text{H}_2\text{O})$	temperature /℃	time /min	roughness /nm	rate/ ( $\mu\text{m} \cdot \text{min}^{-1}$ )
1	the original piece			12.1	
2	1:1:3	30	20	7.9	9.0
3	1:1:3	40	20	5.9	12.9
4	1:5:10	30	120	2.7	5.2
5	1:5:10	40	120	5.9	3.1
6	1:5:10	25	120	11.3	4.2

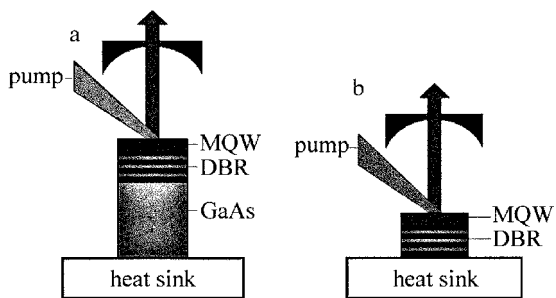


Fig. 1 Schematics of a VECSEL

a—without the substrate b—without the substrate

在相同时间内通过改变温度来比较腐蚀后外延片的表面粗糙度,其中粗糙度通过原子力显微镜照片和分析出的数据可以得到,从而得出温度对腐蚀影响程度大小,由于第 1 种配比腐蚀液在室温 25℃ 和 30℃ 腐蚀速率差别不大,所以第 1 种配比中没有选用 25℃ 这组数据。腐蚀后用原子力显微镜 (atomic force microscope, AFM) 进行图片扫描和数据分析。

图 2 为 6 个样本表面的 AFM 照片,其中 AFM 的扫描范围为  $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ 。样本 1 表面比另外 5 个样本表面都要粗糙,说明腐蚀后的表面比原始表

面都要好。对比样本 2 和 3 可以看出,样本 2 表面要比样本 3 表面平整,原因是样本 3 腐蚀液温度更高,反应速率更快,腐蚀量更大,会有较多反应沉淀物附着在腐蚀表面上,加上磁力搅拌器在转动时会使得溶液流动部分不均匀,这也是使得沉淀物在腐蚀表面分布不均匀的原因之一。上述反应沉淀物在腐蚀表面上的非均匀沉淀是使样品 3 表面更趋不平整的主要原因。由此可见,偏高的腐蚀温度不利于获得良好的腐蚀表面。

样本 4 表面比样本 5 和样本 6 的表面都要平

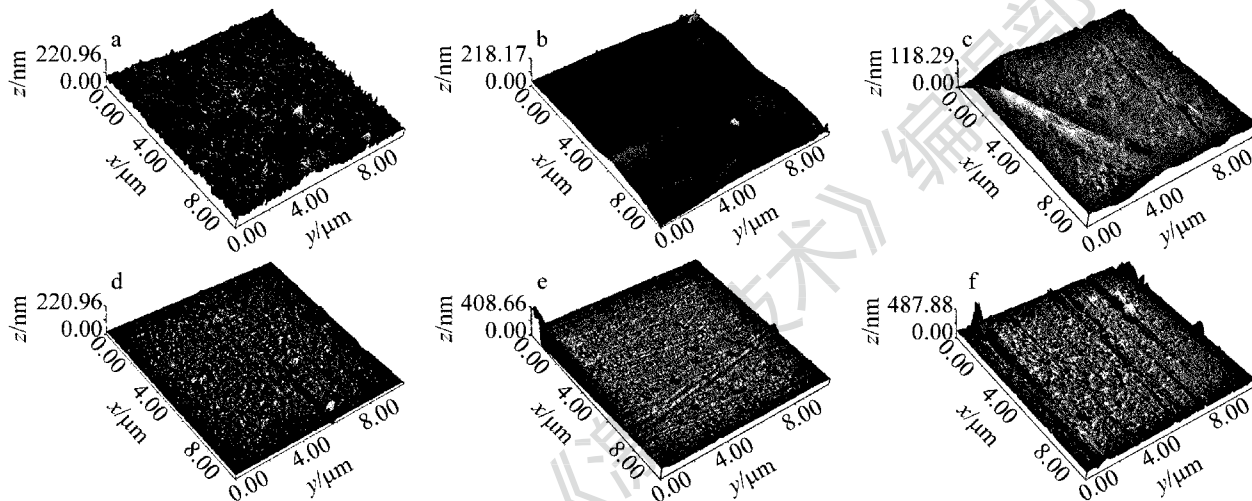


Fig. 2 AFM images of the etching surface under different conditions

a—unetched original film b— $V(\text{H}_2\text{SO}_4):V(\text{H}_2\text{O}_2):V(\text{H}_2\text{O}) = 1:1:3, 30^\circ\text{C}, 20\text{min}$  c— $V(\text{H}_2\text{SO}_4):V(\text{H}_2\text{O}_2):V(\text{H}_2\text{O}) = 1:1:3, 40^\circ\text{C}, 20\text{min}$  d— $V(\text{H}_2\text{SO}_4):V(\text{H}_2\text{O}_2):V(\text{H}_2\text{O}) = 1:5:10, 30^\circ\text{C}, 120\text{min}$  e— $V(\text{H}_2\text{SO}_4):V(\text{H}_2\text{O}_2):V(\text{H}_2\text{O}) = 1:5:10, 40^\circ\text{C}, 120\text{min}$  f— $V(\text{H}_2\text{SO}_4):V(\text{H}_2\text{O}_2):V(\text{H}_2\text{O}) = 1:5:10, 25^\circ\text{C}, 120\text{min}$

整。原因是样本 4 采用的腐蚀温度比样本 5 的腐蚀温度要低  $10^\circ\text{C}$ , 在较低的腐蚀温度下, 双氧水挥发较慢, 在整个腐蚀过程的后期也能够维持较快的反应速率, 使整个腐蚀过程比较均匀, 从而获得优于样本 5 和样本 6 的较好腐蚀表面。样本 6 腐蚀温度相对样本 4 腐蚀温度要低  $5^\circ\text{C}$ , 结果是其反应速度明显较样本 4 慢, 相同时间内对 GaAs 的腐蚀量更小。同时, 样本 6 的腐蚀表面的平整度也不如样本 4, 原因是在偏低的反应温度及反应速率下, 腐蚀表面产生的氧化物未能及时溶于硫酸溶液, 从而附着在腐蚀表面, 影响了腐蚀表面的平整度。

从图 2 还可以看出, 在同样的温度下, 使用体积比为  $V(\text{H}_2\text{SO}_4):V(\text{H}_2\text{O}_2):V(\text{H}_2\text{O}) = 1:1:3$  腐蚀液的样本的腐蚀速率是使用体积比为  $1:5:10$  腐蚀液速率的 2 倍, 但速率大的同时是以牺牲表面平整度为代价的, 因为过快的腐蚀过程难以保证腐蚀的均匀性, 较难取得较好的腐蚀表面。

### 3 结 论

用硫酸系腐蚀液对 VECSEL 增益薄片的 GaAs 基质进行了腐蚀对比研究, 并采用原子力显微镜照片表征了腐蚀表面的粗糙度。腐蚀液的体积比  $V(\text{H}_2\text{SO}_4):V(\text{H}_2\text{O}_2):V(\text{H}_2\text{O})$  分别为  $1:1:3$  和  $1:5:10$ , 腐蚀温度为分别为  $25^\circ\text{C}, 30^\circ\text{C}$  和  $40^\circ\text{C}$ 。实验结果表明, 对同种配比的腐蚀液, 随着温度的增加腐蚀速率加快, 但当温度增加到一定数值时, 会导致双氧水的挥发速率增大, 反而使得腐蚀速率降低; 实验中对腐蚀液的搅拌也会一定程度地影响腐蚀表面的质量; 当腐蚀液的体积比  $V(\text{H}_2\text{SO}_4):V(\text{H}_2\text{O}_2):V(\text{H}_2\text{O}) = 1:5:10$ 、腐蚀温度为  $30^\circ\text{C}$  时, 腐蚀速率适中, 为  $5.2\mu\text{m}/\text{min}$ , 腐蚀表面粗糙度  $2.7\text{nm}$ , 腐蚀总体效果较为理想。

### 参 考 文 献

[1] SONG Y R, ZHANG P, ZHANG X P, et al. Intracavity frequen-

- cy-doubled green vertical external cavity surface emitting laser[J]. Chinese Optics Letters, 2008, 6(4):271-273.
- [2] SONG Y R, ZHANG P, YAN B X, *et al.* Intracavity frequency-doubled green optically pumped semiconductor vertical external cavity surface emitting laser[J]. Chinese Journal of Lasers, 2007, 34(12): 1763-1763 (in Chinese).
- [3] CALVEZ S, HASTIE J, GUINA M, *et al.* Semiconductor disk lasers for the generation of visible and ultraviolet radiation[J]. Laser & Photonics Reviews, 2009, 3(5): 407-434.
- [4] KELLER U, TROPPER A C. Passively mode-locked surface-emitting semiconductor lasers [J]. Physics Reports, 2006, 429(2): 67-120.
- [5] HARING R, PASCHOTTA R, ASCHWANDE A, *et al.* High-power passively mode-locked semiconductor lasers[J]. IEEE Journal of Quantum Electronics, 2002, 38(9): 1268-1275.
- [6] ZHANG P, YU W M, SONG Y R, *et al.* Technology of SESAM mode-locked OP-VECSELs [J]. Laser Technology, 2007, 31(3): 291-294 (in Chinese).
- [7] HOU L F, FENG Y, YANG Y Zh, *et al.* The wet etching process of high-power VCSEL [J]. Chinese Journal of Luminescence, 2011, 32(6): 598-602 (in Chinese).
- [8] HANSON A W, DANZILIO D, BACHER K, *et al.* A selective gate recess process utilizing MBE-grow  $\text{In}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{P}$  etch-stop layer for GaAs-based FET technologies[C]//Gallium Arsenide Integrated Circuit (GaAs IC) Symposium, 20th annual IEEE. New York, USA:IEEE,1998:195-197.
- [9] LIN L, WANG W, XU A H, *et al.* Wet etching of GaAs/InGaP heterointerfaces[J]. Journal of Functional Materials and Devices, 2008, 14(3): 634-638 (in Chinese).
- [10] LIU X W, YU Y. Isopropanol in the role of silicon in alkaline etching solutions[J]. Equipment for Electronic Products Manufacturing, 2010, 39(8): 23-25 (in Chinese).