

锺在吸收边附近的压力-折射率系数

史文俊 易迎彦 黎敏

Pressure dependence of refractive index of Ge near the absorption edge

Shi Wen-Jun Yi Ying-Yan Li Min

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 65, 167801 (2016) DOI: 10.7498/aps.65.167801

在线阅读 View online: <http://dx.doi.org/10.7498/aps.65.167801>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2016/V65/I16>

---

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

平面环形谐振腔微光学陀螺结构与优化

Design and optimization of integrated micro optical gyroscope based on a planar ring resonator

物理学报.2015, 64(10): 107802 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.107802>

激光二极管抽运氦气冷却钕玻璃叠片激光放大器热致波前畸变和应力双折射的数值模拟和实验研究

Theoretical and experimental investigations on wavefront distortion and thermal-stress induced birefringence in a laser diode pumped helium gas-cooled multislabs Nd:glass laser amplifier

物理学报.2015, 64(8): 087801 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.087801>

锥形光纤激发盘腔光学模式互易性研究

Optical model reciprocity of disk resonator excited by tapered fiber

物理学报.2014, 63(22): 227802 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.227802>

基于表面等离子激元的超薄金属减色滤波器的研究

Ultrathin metallic subtractive color filters based on surface plasmon primitives

物理学报.2014, 63(20): 207801 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.207801>

周期结构薄膜在折射率色散下反射区特性研究

Properties of reflecting region of periodic-structured thin film with refractive index dispersion

物理学报.2014, 63(1): 017801 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.017801>

# 锆在吸收边附近的压力-折射率系数\*

史文俊 易迎彦 黎敏†

(武汉理工大学物理系, 武汉 430070)

(2016年5月5日收到; 2016年6月1日收到修改稿)

目前半导体锆在吸收边附近(1550 nm)的压力-折射率系数在实验和理论上并未研究清楚. 本文通过测量在不同压力下镀在光纤端面的高结晶度锆薄膜的反射率, 来计算得到锆在吸收边附近的压力-折射率系数. 本文的实验结果显示, 锆在吸收边附近出现反常色散现象, 即折射率随能量变化呈正相关, 并且其压力-折射率系数出现反常, 为正值, 这是由于多晶结构中的激子吸收所引起. 通过引入描述激子色散的临界点模型, 得到锆在吸收边附近的反常色散范围和压力-折射率系数呈正值的范围. 本文的结果将有助于基于锆薄膜的通信C波段光学器件的研究.

**关键词:** 半导体, 锆, 折射率, 压力

**PACS:** 78.20.-e, 78.20.Bh, 78.20.Ci, 78.30.Am

**DOI:** 10.7498/aps.65.167801

## 1 引言

材料的折射率对理解各种材料的光学特性和电子结构提供了非常重要的信息. 锆是很多光电器件和激光器中的重要组成材料. 半导体锆的折射率在涉及超快现象的光学系统中是非常重要的表征参数, 而锆的吸收边(0.8 eV 或 1550 nm)附近位于光纤通信C波段(1530—1565 nm), 了解锆折射率将有助于C波段超快现象光学系统的研究. 有两个重要的环境因素会引起半导体材料折射率的改变: 温度和压力. 目前, 对锆光学性质随温度的变化的研究有一些<sup>[1-3]</sup>, 然而对锆随压力变化(压光系数)的研究很少, 文献<sup>[4]</sup>给出了有关锆压光系数的详细数据, 文中测量了300 K温度下压强在0—7.7 GPa范围内锆的折射率, 可以发现锆的折射率随光子能量增加而增加, 随压力增加而减小. 然而受限于测量方法, 只能测量锆的透明区, 即光子能量范围小于直接带隙(0.8 eV)的区域.

测量半导体的折射率有很多成熟的方法. 相较于其他测量方法, 光谱椭圆光度法更加强大, 测

量精度非常高. 然而, 椭圆仪设备非常昂贵和笨重, 且不是直接测得折射率, 而是对实验数据进行很复杂的拟合计算. 电反射法可以用来测量半导体的折射率, 但是其测量结果通常是折射率或其他光学性质的二次方, 例如 $d^2n/dT^2$ , 并不能直接得到折射率的精确值<sup>[5-7]</sup>. 干涉法是利用分析薄膜样品和波长相关的透射光的干涉模式来测量折射率, 但是其测量范围仅限于材料的透明区, 即光子能量小于直接带隙(0.8 eV)的范围<sup>[4]</sup>.

本文采用一种镀有锆薄膜的简单光纤探针测量锆在吸收边附近(1530—1560 nm)的压力相关的折射率. 采用电子束蒸发镀膜机将锆薄膜镀在光纤的端面上, 在镀膜时基底加热并在镀膜后进行退火处理, 由X射线衍射(XRD)谱图结果可以证明形成了高结晶度的锆膜. 通过测量锆薄膜的反射率, 可以计算得到锆在不同波长和不同压力下的折射率. 有趣的是, 锆在吸收边附近出现反常色散现象, 即折射率随波长变化呈正相关, 并且其压力-折射率系数为正值, 然而根据文献<sup>[4]</sup>, 锆在透明区(小于0.8 eV)的折射率随波长呈负相关, 压力-折射率系数是负值. 为了解释这种反常现象, 需要考

\* 国家自然科学基金(批准号: 61177076)和中央高校基本科研业务费(批准号: WUT2016IA009)资助的课题.

† 通信作者. E-mail: Junewen\_sean@163.com

虑吸收边附近的激子效应. 本文引入临界点模型 (critical points model, CPs) 来解释激子的色散效应, 并得到不同压力下折射率的谱线图, 理论模型结果显示锗的压力-折射率系数仅在吸收边附近为正值, 在其他范围为负值. 本文采用的光纤端面镀膜的方法具有体积小、精度高、稳定性强等优势, 可用于多场环境下 (温度、电场或磁场等) 多种薄膜材料的光学性质的测量. 本文的结果填补了锗薄膜的折射率在吸收边附近的空白, 对锗薄膜的通信 C 波段的折射率提供参考, 有助于基于锗薄膜的 C 波段超快现象光学系统的设计和优化.

## 2 实验和测量原理

### 2.1 实验

实验中, 使用电子束蒸发器在光纤端面上镀锗薄膜, 该仪器配备了石英卤素灯的衬底加热器. 光纤被固定在硼硅玻璃片衬底上, 衬底以 25 r/min 的速度旋转, 确保锗薄膜的厚度均匀和表面平整. 电子束蒸发器提供一个  $2.2 \times 10^{-3}$  Pa 的高真空镀膜环境. 石英卤素灯加热器给衬底提供了一个恒定 450 °C 的温度, 用以在薄膜沉积时获得高结晶度的

锗膜. 成膜后, 样品转移到充满氮气的马弗炉中, 在 600 °C 的条件下退火 20 h, 进一步提高锗膜的结晶度. 最后得到锗膜厚度为 405 nm. 同时, 设置一组对比实验, 采用相同的镀膜条件, 但没有使用石英卤素灯加热和马弗炉退火. 将两组锗膜置于 XRD (Bruker D8 Advance) 中, 用 Cu K $\alpha$  辐射 ( $\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$ ) 进行 XRD 测试, 用以分析锗膜的结晶度.

测量压力对锗膜折射率影响的实验示意图由图 1(a) 所示. 实验采用可调谐 DFB 激光器 (Santur TL-2020-C-102 A) 作为窄线宽输出光源, 波长调节范围是 1529—1561 nm, 波长间隔为 0.4 nm. 光源通过隔离器和光环行器与镀膜光纤连接. 光环行器只允许光从 1 到 2, 2 到 3 单向通过. 将端面镀有锗膜的光纤放入可调高压装置中. 高压装置中的液压泵将右油室中的油抽入左油室, 使左油室内部形成高压环境, 由压力监测器监测油室内压强, 压力调节范围是 0—20 MPa, 调节间隔为 1 MPa. 光敏二极管接收来自锗膜的反射光, 再连接一个高灵敏度的光电流放大器 (Thorlabs PDA200C) 实现 A/D 转换并将数字信号发送给计算机.

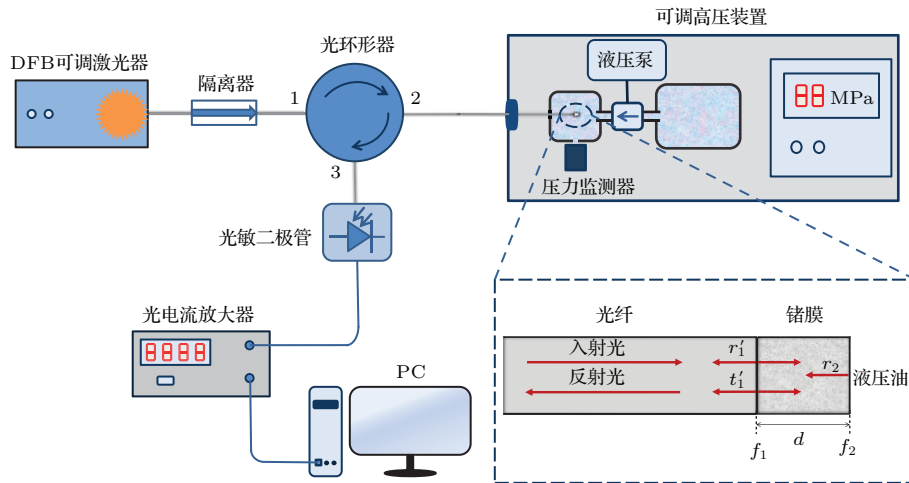


图 1 (a) 测量高压环境下锗膜折射率的实验示意图; (b) 镀有锗膜的光纤端面结构

Fig. 1. (a) Sketch of the experimental equipment. The Ge film coated on a fiber tip is placed in an adjustable high-pressure equipment. Reflected light is measured by photodiode, amplified and converted to digital signal through a photodiode amplifier and finally collected by a computer; (b) structure of a Ge thin film coated fiber tip.

### 2.2 测量原理

镀有锗膜的光纤端面结构如图 1(b) 所示, 光源发出的光经过光纤并从锗薄膜反射的过程涉及多光束干涉 [8]. 晶体锗在吸收边附近的吸收系数不

可忽略, 因此包含折射率  $n$  和吸收系数  $\alpha$  的方程如 (1) 式和 (2) 式所示. 现在指定光纤和锗膜的界面为第一界面, 锗膜和油的界面为第二界面.  $r_1, t_1$  和  $r_2, t_2$  分别表示第一界面和第二界面的反射系数和透射系数.  $r'_1, t'_1$  和  $r'_2, t'_2$  分别表示两个界面上相

反方向的反射和透射系数. 因此, 可以得到一系列反射光束的总和, 即最终的反射系数  $r$ :

$$r = r_1 + \frac{t_1 t_1' r_2 e^{-2\alpha d} e^{i\delta}}{1 - r_1' r_2 e^{-2\alpha d} e^{i\delta}}, \quad (1)$$

式中,  $r_1 = (n_1 - n)/(n_1 + n)$  和  $r_2 = (n - n_0)/(n + n_0)$ . 其中  $n, n_0$  和  $n_1$  代表锗膜, 油和光纤的折射率.  $d$  代表锗膜的厚度,  $\delta$  表示两束反射光线的相位延迟. 根据如下关系  $r_1 = r_1', t_1 t_1' = 1 - r_1'^2$ , 反射率可以表示为

$$R = r \cdot r^* = \frac{r_1^2 + r_2^2 e^{-4\alpha d} + 2r_1 r_2 e^{-2\alpha d} \cos \delta}{1 + r_1'^2 r_2^2 e^{-4\alpha d} + 2r_1 r_2 e^{-2\alpha d} \cos \delta}. \quad (2)$$

通过将测量得到的反射率  $R$  和查阅文献得到的吸收系数  $\alpha$  代入 (2) 式中, 即得到锗的折射率.

### 3 实验结果与分析

#### 3.1 XRD 测试

在镀膜过程中, 使用石英卤素灯持续加热镀膜基底, 然后将薄膜置于氮气中退火, 将有助于形成高结晶的锗膜. 如图 2 中所示, 观察 XRD 光谱发现对比实验的锗膜不存在衍射峰, 说明对比实验的锗膜为无定态结构 (amorphous Ge, a-Ge). 锗膜经过基底热处理和成膜后退火处理后, 在 XRD 谱中存在  $2\theta = 27.3^\circ, 45.3^\circ$  和  $52.7^\circ$  的三个衍射峰, 分别代表 Ge {1 1 1}, Ge {2 2 0} 和 Ge {3 1 1} 三个晶面. XRD 分析表明, 锗膜经过热处理后, 晶体结构从无定态转变为多晶结构 (polycrystalline Ge, p-Ge).

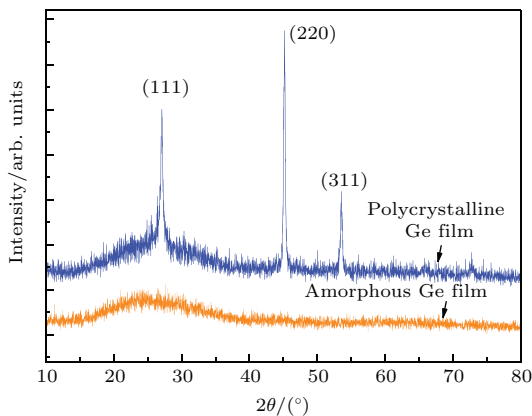


图2 无定态锗膜 (a-Ge) 和多晶锗膜 (p-Ge) 的 XRD 谱图

Fig. 2. The XRD spectra of the Ge thin film grew through E-beam evaporation with thermal treatment (upper), and without thermal treatment (lower).

无定态锗膜 (a-Ge) 和多晶锗膜 (p-Ge) 会表现出不同的光学性质. 如图 3 中 p-Ge 曲线所示, 观察到多晶锗膜的折射率光谱中出现了反常色散现象. 图 3 中 a-Ge 曲线显示了无定态锗膜的折射率光谱图, 观察到无定态锗膜的折射率随能量呈正相关的线性关系. 这是由于无定态结构中存在无序结构和缺陷状态, 会破坏半导体的晶体有序性. 因此, 结晶度是影响半导体光学性质的一个重要因素.

#### 3.2 折射率的谱图

在标准大气压下, 通过测量不同波长下的反射率  $R(\lambda)$ , 再根据文献 [2], 可以得到波长相关的吸收系数  $\alpha(\lambda)$ . 因此, 将  $R(\lambda)$  和  $\alpha(\lambda)$  代入 (2) 式中, 可以得到波长相关的折射率  $n(\lambda)$ , 即得到折射率的光谱图. 标准大气压下, 无定态锗膜和多晶锗膜的折射率光谱图如图 3 所示. 图中, 无定态锗膜的折射率随波长成反比关系, 然而多晶锗膜的折射率随波长成正比例关系, 即出现了反常色散现象. 这是因为多晶锗在直接带隙处 (0.786 eV) 存在带间跃迁和激子效应, 当光与晶体锗相互作用时, 它们引起强烈的光吸收和色散效应. 然而无定态结构中存在无序结构和缺陷状态会减弱带间跃迁和激子效应, 导致观察不到反常色散. 许多文献中利用锗薄膜测量折射率, 一般采用磁控溅射或电子束蒸发法制作, 得到的是无定态结构, 所以没有测量得到反常色散现象.

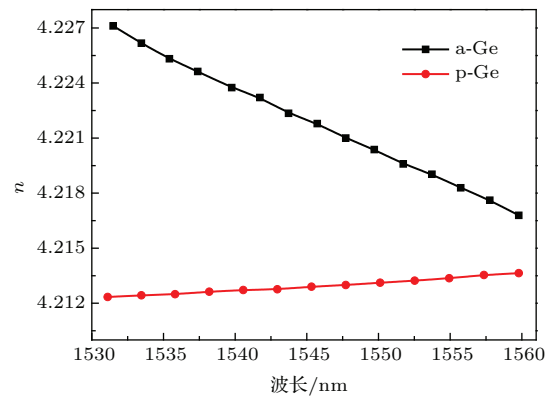


图3 标准大气压下, 无定态锗膜 (a-Ge) 和多晶锗膜 (p-Ge) 的折射率光谱

Fig. 3. The refractive index spectra of (a) amorphous Ge (a-Ge) film and (b) polycrystalline Ge (p-Ge) film.

在特定波长下, 通过测量不同高压环境下的反射率  $R(P)$ , 再根据文献 [9], 可以得到压力相关的吸收系数  $\alpha(P)$ . 同样地, 根据 (2) 式可以得到不同高压下的折射率  $n(P)$ . 不同波长下, 多晶锗膜 (p-Ge)

的折射率随压力的变化如图 4 所示. 可以发现多晶锗膜的折射率随压力成正比例关系. 多晶锗膜的折射率随压力的变化趋势和折射率随波长的变化趋势相同, 这是由于压力增加会引起锗直接带隙增加, 导致折射率光谱蓝移, 折射率增加.

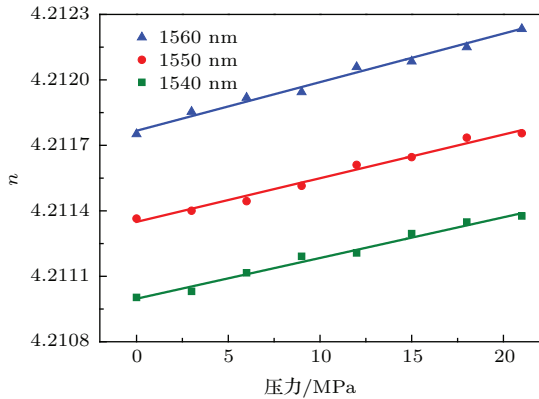


图 4 不同波长下, 多晶锗膜 (p-Ge) 的折射率随压力的变化

Fig. 4. The refractive index of the p-Ge under various pressure and the wavelengths of 1540 nm, 1550 nm, 1560 nm.

### 3.3 压力模型

为了从理论上更好地理解直接带隙处的反常色散现象, 将引入不含压力的临界点模型 (critical points model, CPs) 描述带间跃迁和激子效应引起的光吸收和色散. CPs 模型指的是和材料能带结构有关的, 利用标准解析谱线 (3) 式来分析半导体的介电函数的光谱图, 再根据公式  $n = \epsilon^{1/2}$ , 即可得到折射率的光谱图.

$$\epsilon(E) = C - A e^{i\Phi} (E - E_0 + i\Gamma)^{1/2}, \quad (3)$$

式中,  $E$  是光子能量,  $A$  是带间跃迁强度,  $E_0$  是最低直接带隙的能量,  $\Gamma$  是跃迁的洛伦兹展宽,  $\Phi$  是相位角度,  $\Gamma$  和  $\Phi$  是描述激子线型的参数. 我们利用标准解析谱线 (3) 式来拟合实验得到的 p-Ge 折射率的光谱图, 拟合结果如图 5 所示, 可以发现 CPs 模型和实验数据拟合得很好. 根据理论模型可知, 常温常压条件下, 反常色散范围为 1505—1585 nm, 而文献 [10] 中给出的折射率的波长间隔为 100 nm, 由于间隔大于反常色散范围, 所以并没有发现反常色散现象.

现考虑压力分别对直接带隙  $E_0$ , 跃迁强度  $A$ , 洛伦兹展宽  $\Gamma$  和相位角度  $\Phi$  的影响. 首先, 压力会引起晶体体积压缩, 它对半导体中光吸收和色散效

应的影响, 是通过改变晶格常数来实现的. 当压力  $P$  增加时, 锗的直接带隙  $E_0$  会增加, 根据文献 [11] 可知:  $E_0(P) = 0.795 + 1.21 \times 10^{-4}P - 0.2P^2$ . 式中带隙  $E_0$  的单位是 eV, 压力  $P$  的单位是 MPa. 其次, 压力会使导带和价带的电子波函数间的交叠混合改变, 理论上会引起跃迁强度和激子谱线宽度的变化. 根据文献 [12] 可知, 跃迁强度随直接带隙  $E_0$  的变化满足  $A = aE_0^{1.5}$ ,  $a$  是常数. 在压力小于 0.6 GPa 时, 激子的谱线几乎不变, 所以我们假设洛伦兹展宽  $\Gamma$  和相位角度  $\Phi$  不随压力改变. 因此, 将压力对这些参数的作用代入 (3) 式中, 我们可以得到压力作用的标准解析谱线公式  $\epsilon(E, P)$ . 当取能量为定值时, 可得到锗介电函数随压力的变化, 根据公式  $n = \epsilon^{1/2}$ , 即可得到折射率随压力的变化. 图 6 给出了不同波长情况下, 折射率随压力的变化曲线, 如图所示折射率随压力增大而增大, 与实验结果符合得比较好.

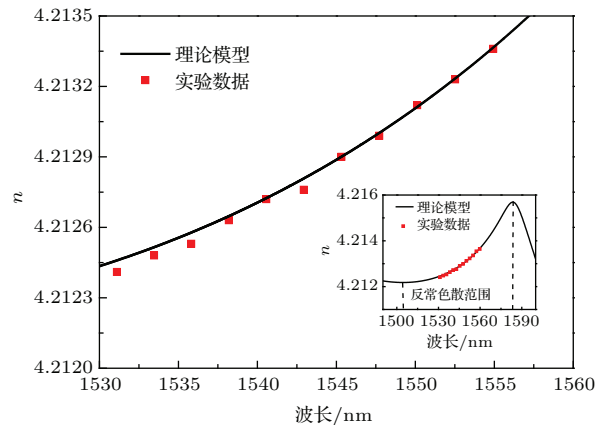


图 5 临界点模型得到的常温常压下的锗折射率谱图由黑线所示, 锗折射率的实验数据由方形点所示

Fig. 5. The refractive index spectrum of the theory model at ambient temperature and pressure is plotted with the black line. The measurement results are plotted with the red dots.

根据理论模型得到的锗吸收边附近压力-折射率系数 ( $dn/dP$ ), 结果如图 7 所示. 发现波长小于 1500 nm 和大于 1580 nm 时, 斜率为负值, 波长在 1500—1580 nm 范围内时, 斜率为正值, 为反常斜率范围. 由此可见波长 1500 和 1580 nm 是  $dn/dP$  的正负值改变的交界点. 这是由于当压力增加时, 锗的折射率谱线中由激子引起的反常色散峰会发生蓝移, 色散峰右边的折射率变小,  $dn/dP$  为负值, 如图 7 中 C 区域所示; 然而峰左边的折射率增大,  $dn/dP$  为正值, 如图 7 中 B 区域所示; 当远离反常色散峰后, 折射率又减小, 如图 7 中 A 区域所示.

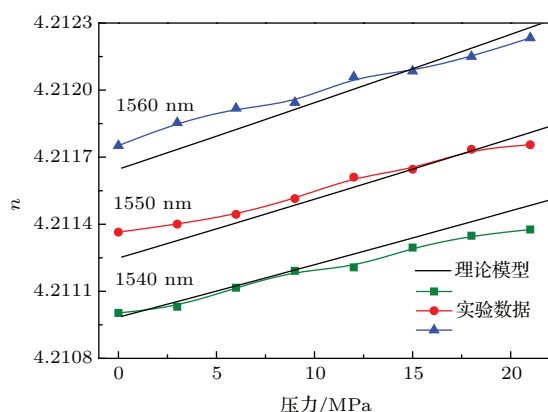


图6 (网刊彩色) 理论模型在波长为1540, 1550, 1560 nm时得到的压力-折射率谱图由三条黑线所示; 压力-折射率的实验数据由三种点所示

Fig. 6. (color online) The refractive index of the theory model under various pressure and the wavelengths of 1540, 1550, 1560 nm are plotted with the three black lines. The measurement results are plotted with the three shapes of dots.

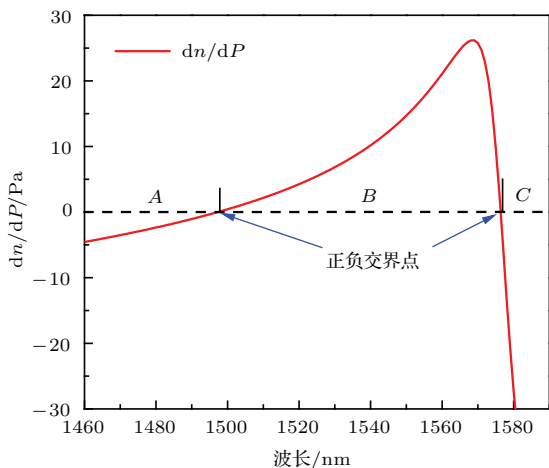


图7 理论模型得到的锆吸收边附近压力-折射率系数 ( $dn/dP$ )

Fig. 7. The pressure versus refractive index ( $dn/dP$ ) of the theory model of p-Ge.

## 4 结 论

本文采用一种基于简单薄膜结构的光纤系统测量锆折射率随压力变化的精确值。我们测量了多晶锆膜和无定态锆膜的折射率光谱图, 实验结果表明多晶锆膜出现反常色散, 这是由于多晶结构中的激子吸收所引起。我们引入临界点模型来

很好地解释这种反常色散, 并得到反常色散范围为1505—1585 nm。而激子吸收的存在, 会引起  $dn/dP$  的值出现正负值改变。通过测量多晶锆膜折射率随压力变化的精确值, 发现在锆的吸收边附近  $dn/dP$  为正值, 而查阅前人的实验数据可知  $dn/dP$  为负值, 通过临界点模型理论分析发现  $dn/dP$  在1500—1580 nm范围内时, 斜率为正值, 波长小于1500 nm和大于1580 nm时, 斜率为负值。本文采用的光纤端面镀锆薄膜的方法具有体积小、精度高、稳定性强等优势, 可用于多场环境下(温度、电场或磁场等)多种薄膜材料的光学性质的测量。本文的结果填补了锆薄膜的折射率在吸收边附近的空白, 对锆薄膜的通信C波段的折射率提供参考, 有助于基于锆薄膜的C波段超快现象光学系统的设计和优化。

感谢材料复合新技术国家重点实验室的孙志刚教授提供的实验设备, 感谢武汉理工大学物理系吕海飞教授、舒卓和陈浩的讨论。

## 参考文献

- [1] Frey B J, Leviton D B, Madison T J 2006 *Proc. SPIE* **69** 1235
- [2] Sorianello V, Perna A, Colace L 2008 *Appl. Phys. Lett.* **93** 111115
- [3] Viña L, Logothetidis S, Cardona M 1984 *Phys. Rev. B* **30** 1979
- [4] Goi A R, Syassen K, Cardona M 1990 *Phys. Rev. B* **41** 10104
- [5] Takizawa T, Fukutani H, Kuwabara G 1973 *J. Phys. Soc. Jpn.* **35** 543
- [6] Groves S H, Pidgeon C R, Feinleib J 1966 *Phys. Rev. Lett.* **17** 945
- [7] Senechal R R, Woolley J C 1971 *Phys. Rev. Lett.* **27** 1563
- [8] Li M, Li Y 2011 *Appl. Opt.* **50** 231
- [9] Goi A R, Syassen K, Cardona M 1989 *Phys. Rev. B* **39** 12921
- [10] Palik E D 1985 *Handbook of Optical Constants of Solids* (New York: Academic Press) pp465–478
- [11] Goi A R, Syassen K, Cardona M 1989 *Phys. Rev. B* **39** 12921
- [12] Li G H, Goñ A R, Syassen K 1994 *Phys. Rev. B* **49** 8017

# Pressure dependence of refractive index of Ge near the absorption edge\*

Shi Wen-Jun Yi Ying-Yan Li Min<sup>†</sup>

(Department of Physics, Wuhan University of Technology, Wuhan 430070, China)

( Received 5 May 2016; revised manuscript received 1 June 2016 )

## Abstract

Pressure-dependent refractive index of semiconductor germanium (Ge) near the absorption edge has not been well studied theoretically and experimentally to date. In this paper, we present a pressure-dependent refractive index of Ge film near its absorption threshold (about 1550 nm), deduced from the reflectivity of high crystalline Ge film coated on a fiber end. The thin Ge layer is deposited on one end of an optical fiber by using an E-beam evaporation machine equipped with a substrate heater of a quartz halogen lamp. In order to obtain high crystalline film, the quartz halogen lamp heater provides a constant substrate temperature of 450 °C during film deposition. After the film forming, the sample is transferred into a muffle furnace with a nitrogen atmosphere and annealed at 600 °C for 20 h to guarantee the formation of higher crystalline film. The process of light propagating through the optical fiber and reflecting from the Ge thin-film involves multi-beam interference. An abnormal dispersion is observed in the refractive index spectra of the polycrystalline Ge near the absorption edge. A comparison shows that the refractive index spectrum of the amorphous Ge is normal dispersion. Unlike previously reported results that the pressure-dependent refractive index had a negative value, in our experiment it is observed to be a positive value near the absorption edge. To better understand this phenomenon, we use a critical point model including the pressure effect to successfully fit the experimental data. We obtain an abnormal dispersion range of 1505–1585 nm and a range of negative value of pressure-dependent refractive index of 1500–1580 nm from the critical point model. In this paper, we adopt the method of high crystalline Ge film coated on a fiber end. This method has the advantages of small volume, high precision and strong stability, which can be used to measure the optical properties of many thin film materials under the different conditions (temperature, electric field or magnetic field, etc.). In this work, we obtain the refractive index of the Ge film and its pressure dependence near the C-band of the optical fiber communication, and these results are conducive to optimized design of the Ge-based optical systems near the C-band of the optical fiber communication.

**Keywords:** semiconductor, Ge, refractive index, pressure

**PACS:** 78.20.-e, 78.20.Bh, 78.20.Ci, 78.30.Am

**DOI:** 10.7498/aps.65.167801

\* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 61177076) and the Fundamental Research Funds for the Central Universities, China (Grant No. WUT2016IA009).

† Corresponding author. E-mail: [Junewen\\_sean@163.com](mailto:Junewen_sean@163.com)