

平面光波导膜的 ECR-PECVD 制备及特性研究*

张劲松 任兆杏 梁荣庆 隋毅峰 刘卫
(中国科学院等离子体物理研究所 合肥 230031)

Growth of SiO₂ Films by ECR-PECVD for Planar Optical Wave-guide and Its Properties

Zhang Jinsong ,Ren Zhaoxing ,Liang Rongqing ,Sui Yifeng ,Liu Wei
(Institute of Plasma Physics ,Academia Sinica ,Hefei 230031)

Abstract SiO₂ films ,which can be used in planar optical wave-guide ,were grown on Si substrates by electron cyclotron resonance plasma enhanced chemical vapor deposition . Various factors affecting SiO₂ deposition rate ,such as microwave power ,gas flow ratio of oxygen and silane and substrate temperature were investigated to optimize the film growth conditions . The film growth ,its microstructures and its optical properties were studied with X-ray photo-electron spectroscopy ,Fourier transform infrared spectroscopy and scanning tunnel microscopy etc . Our results show that high quality ,uniform ,continuous SiO₂ films can be grown at low temperatures . In addition ,Ge doped SiO₂ films were also grown and studied .

Keywords Electron cyclotron resonance ,Film ,Planar optical wave-guide

摘要 采用微波电子回旋共振等离子体增强化学气相沉积技术 ,在单晶硅衬底上制备了用于平面光波导的 SiO₂ 薄膜 ,研究了沉积速率与工艺参数之间的关系 ,并对射频偏置对成膜特性的影响作了初步实验研究 . 通过 X 射线光电子能谱、傅立叶变换红外光谱、扫描电镜、原子力显微镜、以及扫描隧道显微镜三维形貌和椭偏仪等测量手段 ,分析了样品的薄膜结构和光学特性等 . 结果表明 ,在较低温度下沉积出均匀致密、性能优良的 SiO₂ 薄膜 . 此外 ,还成功制备出掺 Ge 的 SiO₂ 薄膜 ,并可以精确控制掺杂浓度 ,以适应不同光波导芯的要求 .

关键词 电子回旋共振 薄膜 平面光波导

在光通讯领域 ,发展具有高效传输和灵便网络的光纤系统十分必要 ,然而 ,迄今为止 ,光纤系统的发展仍跟不上人们对大量高速信息的需求 . 其中的原因之一就是制作高品质平面光波导及器件存在很大困难 . 用于高效光纤系统的平面光波导 ,要求其具有极低的弯曲和传输损耗 ,而它又直接取决于光波导薄膜的折射率和表面粗糙度等一系列性能 ,因而探索一种能制备具有良好光学特性和结构特性的平面光波导膜的有效方法便成为关键 . SiO₂ 是当前光纤技术产业中最重要基础材料之一 ,掺 Ge 的 SiO₂ 薄膜具有更高的折射率和较低的传输损耗 ,因而近年来越来越成为人们关注的焦点 .

制备 SiO₂ 薄膜 ,要使其满足平面光波导的高品

质要求 ,用传统的热氧化生长法是难以实现的 ,为此 ,人们不断致力于新的制备方法的研究 . 在近年来发展的等离子体加工技术中 ,如微波等离子体源、射频等离子体源、helicon 源等 ,微波电子回旋共振等离子体增强化学气相沉积 (ECR-PECVD) 技术是一种控制薄膜成分和镀膜内应力的较为灵活、有效的途径 ,它具有运行气压低 (10⁻¹ Pa 量级) 等离子体密度高 (10¹¹ ~ 10¹² cm⁻³) ,电离度高 (约 10%) ,反应粒子活性高、离子能量低、无高能粒子损伤、且无内电极放电、没有污染、磁场约束、减少等离子体与反应室壁的相互作用、薄膜杂质含量少等许多其它工艺无法相比的优点 ,因而具有低温下制备均匀、致密、光滑、纯净的高品质功能性薄膜的巨大潜力^[1,2] .

* 1999 年 8 月 2 日收到 . 国家自然科学基金重点基金资助项目 ,编号 :19835030

本文报道了在自行设计、研制的微波 ECR-PECVD 装置上进行 SiO_2 薄膜及掺 $\text{Ge-SiO}_2/\text{Si}$ 类薄膜的制备工作,并对工艺参数和薄膜特性之间的关系进行了研究。

1 装置和实验

采用的开放式 2.45 GHz 电子回旋共振等离子

体增强 CVD 装置如图 1 所示。本装置主要由磁场线圈、微波及其传输耦合系统、真空室及抽气系统和配气系统等组成。微波源(0~600 W 连续可调)产生 2.45 GHz 微波,由矩形波导传输并通过石英窗口馈入真空室内,ECR 等离子体室和反应室的几何尺寸分别为 $\phi 12 \text{ cm} \times 20 \text{ cm}$ 和 $\phi 14.5 \text{ cm} \times 60 \text{ cm}$ 。

等离子体室磁场由一组相同的、可轴向运动的

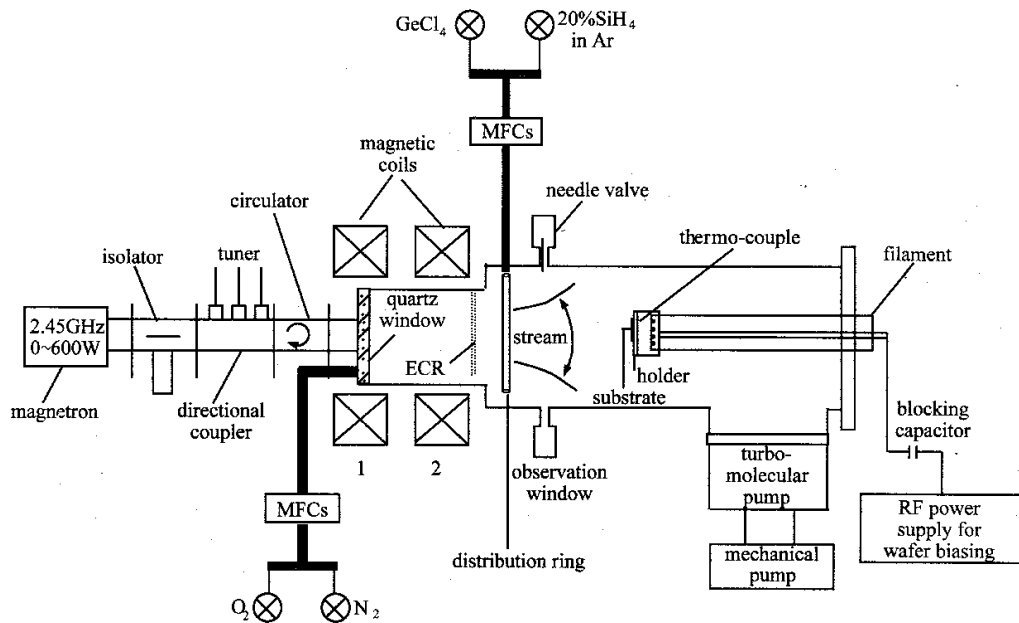


图 1 微波 ECR PECVD 实验装置原理图

Fig.1 Schematic diagram of the microwave ECR plasma system

线圈 1 和 2 串联而成,在磁场为 $8.75 \times 10^{-2} \text{ T}$ 处,微波被共振吸收,产生密度很高的等离子体。当线圈电流为 80 A 时,ECR 共振层与窗口的距离约为 115 mm,共振区附近的等离子体密度为 10^{11} cm^{-3} 量级。

处理室中基片架可轴向伸缩。调节加热电源,可使基片从室温加至 $400 \text{ }^\circ\text{C}$ 。基片架与真空室及地之间绝缘,加在待沉积基片上的 13.56 MHz 的射频偏压可以被独立调节和控制,功率为 0~400 W,由 π 型匹配网络包含一势垒电容耦合进去。在稳定状态下,电容上产生一负偏压,即自偏压,此时离子能量将取决于等离子体势和自偏压之差。

实验装置的真空抽气系统由抽速为 450 L/s 的涡轮分子泵和机械泵组成,由三路气体质量流量计控制引入反应气体 $\text{SiH}_4/\text{O}_2/\text{Ar}$ 和掺杂气体 GeCl_4 。为了提高 SiH_4 气流分布的均匀性,引出部分采用了均流环结构。

所用衬底为单面抛光 $\text{Si} < 100 >$ 基片,经清洗处理后送入真空室,实验的工艺参数如下:本底真空为

$8 \times 10^{-4} \text{ Pa}$;工作气压为 $1 \times 10^{-1} \sim 5 \times 10^{-2} \text{ Pa}$;基片温度为室温~ $350 \text{ }^\circ\text{C}$;微波功率为 50~500 W;磁场电流为 80~90 A;射频偏置为 100 W 左右; SiH_4 流量(STP,下同)为 $5 \sim 25 \text{ cm}^3/\text{min}$; O_2 流量为 $5 \sim 25 \text{ cm}^3/\text{min}$; GeCl_4 流量约为 $4 \text{ cm}^3/\text{min}$ 。

2 结果与讨论

2.1 沉积速率与微波功率的关系

改变微波功率制备 SiO_2 薄膜,得到沉积速率与微波功率变化关系如图 2 所示。可以看出,沉积速率随微波功率的增加而增加。这是因为微波功率的增加会导致电离率的增强,等离子体密度增大,因而沉积速率提高。

2.2 沉积速率与气体配比的关系

保持反应气体的总流量不变,利用双路流量计分别调节 SiH_4 和 O_2 的流量,将不同配比的 O_2/SiH_4 气体送入反应室内沉积 SiO_2 薄膜。图 3 给出了沉积速率与气体配比的关系。从图中可见,随着气体

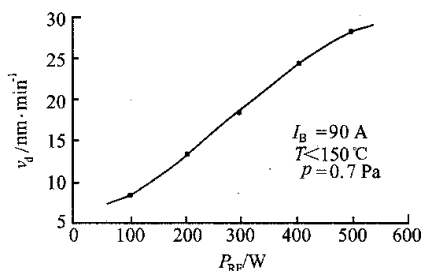
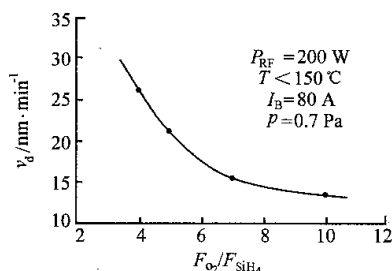


图2 沉积速率与微波功率关系

Fig.2 Deposition rate as a function of microwave power

图3 沉积速率与 O₂/SiH₄ 气体配比关系Fig.3 Deposition rate as a function of the O₂/SiH₄ flow rate ratio

配比增大,沉积速率逐渐降低,这是因为在一定工作气压下, O₂/SiH₄ 气体配比增大时,反应室中 SiH₄ 含量减少,使得 SiO₂ 生成速率降低所造成。

2.3 沉积速率与基片温度的关系

增加基片的沉积温度,发现沉积速率并不随基片温度而变化,如图4所示。这说明在 ECR 等离子体增强 CVD 中,影响沉积速率的因素并不是基片表面的热活化反应,而是 SiO₂ 前驱粒子到达沉积表面的通量。

2.4 沉积速率与工作气压的关系

通过调节气体总流量,可获得在不同气压下制

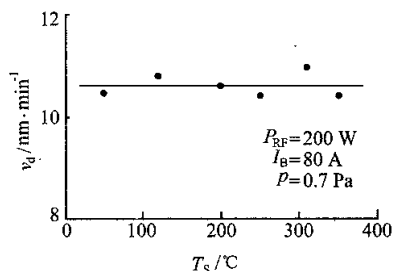


图4 沉积速率与基片温度关系

Fig.4 Deposition rate as a function of substrate temperatures

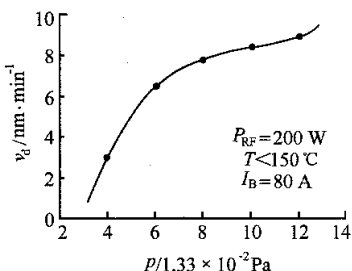


图5 沉积速率与工作气压关系

Fig.5 Deposition rate as a function of gas pressure

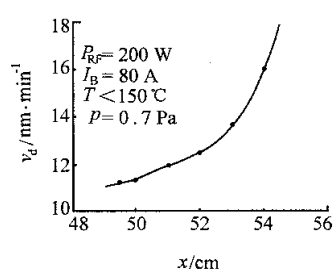


图6 沉积速率与基片位置关系

Fig.6 Deposition rate as a function of substrate position

2.6 薄膜的特性

对沉积的 SiO₂ 薄膜进行了傅立叶变换红外光谱 (FTIR)、X 射线光电子能谱 (XPS) 和扫描电子显微镜 (SEM) 测量分析。从红外光谱图中,如图7所示,没有观察到明显的 Si—OH、O—H 和 Si—H 键(吸收峰分别对应 3660, 3600, 2250 cm⁻¹),说明制备的 SiO₂ 膜中 H 含量很低。图中高频区的周期性波纹及 1080 cm⁻¹ 附近强烈的饱和吸收峰是由膜厚造成的。从图中还可看出, Si—O—Si 键的伸缩振动峰、弯曲振动峰和摇摆振动峰很接近热氧化法生长的 SiO₂ 膜中这三种振动模式的峰位置,说明所制备的氧化物薄膜成分接近 SiO₂ 理想化学计量比^[3]。

备 SiO₂ 薄膜的沉积速率如图5所示。其特点是当工作气压提高时,沉积速率逐渐上升,因为当工作气压增大时,反应室内参与反应的气体增加,使到达基片表面的反应产物增多,从而提高了沉积速率。

2.5 沉积速率与基片位置的关系

使基片架沿轴向线圈移动,得到不同基片位置时薄膜的沉积速率,如图6所示。由图6可见,随着基片到线圈距离的减小,沉积速率不断增高。这是因为基片越远离线圈,磁场强度越小,越远离共振区,等离子体密度趋于减小,使反应气体活性变弱,从而导致沉积速率降低。

同时进行了 XPS 能谱分析,如图8所示。在 XPS 全谱中明显存在 Si 2p、Si 2s、C 1s、O 1s 和 O 的俄歇峰。以 C 1s 分谱作为定标谱。根据 O 1s 和 Si 2p 线强度和 Si 2p 谱形状可计算得到薄膜的化学计量比较接近理想化学计量比^[4],这与红外光谱的分析是一致的。

另外,利用 SEM 测定了 SiO₂ 薄膜的显微形貌,如图9所示,放大倍数为 2 万倍时,可以看到样品的晶粒清晰而均匀。

2.7 射频偏置对成膜的影响

在相同的沉积条件下,对加射频偏置和不加偏置两种情况下沉积的 SiO₂ 膜形态结构进行了原子

力显微镜 (AFM) 和扫描隧道显微镜 (STM) 研究, 见图 10。从图 10(a) 和 (b) 明显看到, 未加偏置的膜看不清晶粒, 相同条件下加一定的基片偏压后, 膜表面的晶粒变得清晰而均匀。进一步的形貌结构由 STM

三维空间显微照片可更直接地观察到, 见图 10(c)。射频偏置的作用主要是控制轰击薄膜表面的离子能量, 从而完全控制薄膜中的内应力, 使膜的结构发生改变, 这一工作正在进一步研究中。

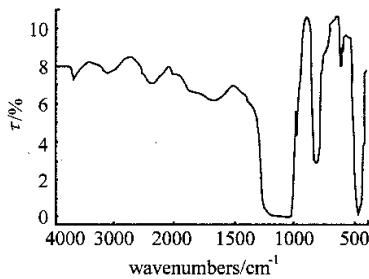


图 7 SiO₂ 薄膜的红外光谱图
Fig.7 Infrared spectrum of ECR deposited SiO₂ film

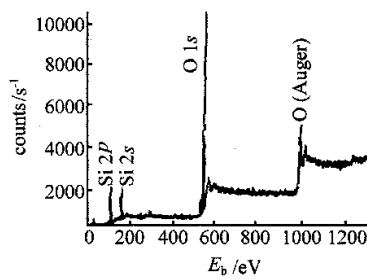


图 8 ECR 制备的 SiO₂ 薄膜 XPS 能谱
Fig.8 XPS spectrum of ECR deposited SiO₂ film

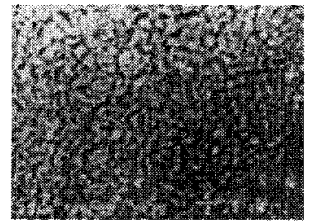


图 9 SiO₂ 薄膜 SEM 显微形貌照片
Fig.9 SEM photograph showing the microstructure of SiO₂ film

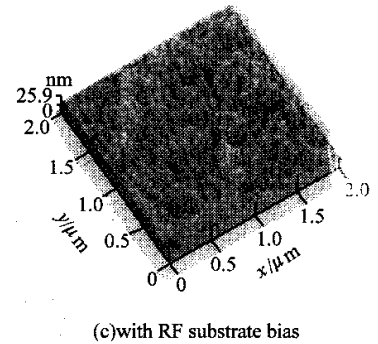
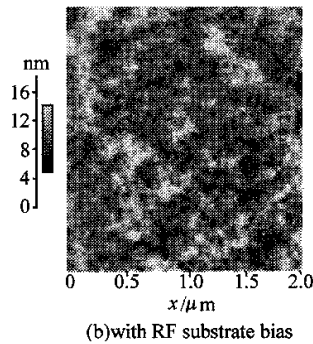
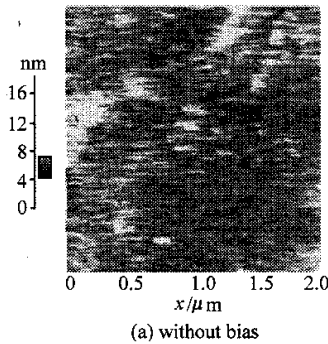


图 10 SiO₂ 薄膜的 AFM 和 STM 显微形貌

Fig.10 AFM and STM images showing grains on the surfaces of SiO₂ films

2.8 掺 Ge 二氧化硅薄膜的制备与特性

在平面光波导中, 制备出折射率高的波导芯作为光学通路非常重要。掺 Ge 的 SiO₂ 膜, 其折射率比周围 SiO₂ 介质高 0.25% ~ 1.5%, 使得波导传输损耗小于 0.1 dB/cm^[5], 这对于实际应用有重要意义。用 O₂ 载气将 GeCl₄ 送入等离子体室参与反应, XPS 能谱研究

表明, 已制备出 1.17% 掺 Ge-SiO₂ 薄膜, Ge 特征峰可从 XPS 能谱上清楚地观察到 (图 11)。掺 Ge 浓度可通过质量流量计控制 GeCl₄ 流量来实现。

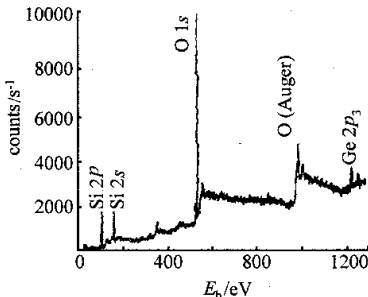


图 11 掺 Ge-SiO₂ 薄膜的 XPS 能谱
Fig.11 A typical XPS spectrum of ECR Ge-doped SiO₂ film

3 结论

(1) 研究了 SiO₂ 薄膜沉积速率与微波功率、气体配比、沉积温度、工作气压和基片位置的关系。沉积速率随微波功率、SiH₄/O₂ 比、气压和基片位置单调增加, 而当基片温度变化时, 保持恒定值。

(2) 通过 FTIR, XPS 能谱的测试分析表明, 制备的 SiO₂ 薄膜 H 含量低, 接近理想化学计量比。SEM 显微照片说明制备的 SiO₂ 薄膜结构致密、均匀。

(3) 研究了射频偏置在 ECR-PECVD 沉积 SiO₂ 薄膜中的作用, 并从 AFM, STM 显微形貌得到证实。

(4) 制备出掺 Ge 的 SiO₂ 薄膜, 并可精确控制掺 Ge 浓度, 对平面光波导的实际应用具有重要意义。

(5) 在微波功率 350 W, 沉积温度低于 150 °C, 工作气压在 10⁻¹ Pa 量级的沉积条件下, 获得沉积速率为 21.3 nm/min, 2 英寸范围内薄膜不均匀性小于 5%, 未经退火处理, 折射率可达 1.476, 薄膜的稳定性好。

(下转第 172 页)

(上接第 169 页)

参 考 文 献

- 1 Herak T V ,Thomson D J. J Appl Phy ,1990 67 6347 4 689
- 2 Jiang N ,Hugon M C *et al.* Jpn J Appl Phys ,1992 31 :L1404 4 Karcher R ,Ley L ,Johnson R L. Phys Rev B ,1984 30 :1896
- 3 Pai P G ,Chao S S ,Takagi Y *et al.* J Vac Sci Technol A ,1986 , 5 Jinguji K. NTT REVIEW ,1995 ,(1) 80