

doi:10.3788/gzxb20184712.1231003

# 掺 Ge 氧化硅薄膜波导制备工艺与应力研究

孙庆雨<sup>1</sup>, 孙喆禹<sup>2</sup>, 邢文超<sup>2</sup>, 孙德贵<sup>1</sup>

(1 长春理工大学 理学院, 长春 130022)

(2 吉林华微电子股份有限公司, 吉林 吉林 130031)

**摘 要:**采用等离子体化学气相沉积法在硅基底上沉积氧化硅薄膜,研究在不同工艺条件下薄膜的应力变化情况和折射率分布规律.利用应力测试仪测定晶圆在镀膜前后的形变量进而获得应力值,并用棱镜耦合仪测试薄膜折射率.在其他条件相同的情况下, SiH<sub>4</sub> 与 N<sub>2</sub>O 的流量比分别设为 24、27.6 和 30 时,在 1 539 nm 波长下薄膜平均折射率分别为 1.466 7、1.459 2 和 1.455 7,对应的晶圆应力向着压应力增加,分别为 -50 MPa、-200 MPa 和 -430 MPa.掺入  $8.3 \times 10^{-7}$  m<sup>3</sup>/s GeH<sub>4</sub> 后, SiH<sub>4</sub> 与 N<sub>2</sub>O 的流量比分别设为 22.6、24 和 27.6 时,薄膜平均折射率分别为 1.475 8、1.471 4 和 1.463 3,对应的晶圆应力分别为 25 MPa、-210 MPa 和 -270 MPa,是从拉应力向压应力变化的过程.结果表明, SiH<sub>4</sub> 与 N<sub>2</sub>O 的流量比相同时,掺入 GeH<sub>4</sub> 后折射率和对应的压应力明显增加.因此,通过对工艺条件的合理选择,可制备出折射率稳定的氧化硅波导薄膜,从而提高器件在整个晶片上的成品率.

**关键词:**薄膜;氧化硅薄膜;光波导;应力;折射率

中图分类号:O484.1

文献标识码:A

文章编号:1004-4213(2018)12-1231003-5

## Preparation Process and Stress Study of Ge-doped Silica Film Waveguide

SUN Qing-yu<sup>1</sup>, SUN Zhe-yu<sup>2</sup>, XING Wen-chao<sup>2</sup>, SUN De-gui<sup>1</sup>

(1 School of Science, Changchun University of Science and Technology, Changchun 130022, China)

(2 Jilin Sino-Microelectronics Co. Ltd, Jilin, Jilin 130031, China)

**Abstract:** Silica films were deposited on a silicon substrate by a plasma enhanced chemical vapor deposition method to study the stress variation and the refractive index distribution at different process conditions. The stress tester was used to measure the deformation of the wafer before and after coating, allowing the calculation of the film stress, and the prism coupler was used to measure the refractive index distribution. Under the same condition, when the flow ratio of SiH<sub>4</sub> to N<sub>2</sub>O is set to 24, 27.6 and 30, the average refractive index of the film are 1.466 7, 1.459 2 and 1.455 7, respectively, at the wavelength of 1 539 nm, and the corresponding compressive stress of the film are -50 MPa, -200 MPa, and -430 MPa, respectively. When the flow ratio of SiH<sub>4</sub> to N<sub>2</sub>O is set to 22.6, 24, and 27.6 after minxing  $8.3 \times 10^{-7}$  m<sup>3</sup>/s GeH<sub>4</sub>, the average refractive indices are 1.4758, 1.4714 and 1.4633, respectively, and the corresponding wafer stresses are 25 MPa, -210 MPa and -270 MPa, respectively, which is a changing process from the tensile stress to the compressive stress. The result show that at the same flow ratio of SiH<sub>4</sub> to N<sub>2</sub>O, GeH<sub>4</sub> diffusion increases the refractive index and the compressive stress of the film. It turns out that with the reasonable selection of the process conditions, a refractive index stabilized silicon oxide waveguide film can be prepared, thereby improving the yield of the device over the entire wafer.

**Key words:** Thin films; SiO<sub>2</sub> films; Optical waveguide; Stress; Refractive index

**OCIS Codes:** 310.6860; 310.1860; 310.2790

基金项目:吉林省科技厅项目(No. 20180101223JC)和长春理工大学专项基金重点支持项目(No. 129954)资助

第一作者:孙庆雨(1993-),男,硕士研究生,主要研究方向为薄膜光波导技术.Email:644064136@qq.com

通讯作者:孙德贵(1960-),男,教授,博士,主要研究方向为集成光子学器件技术.Email:sundg@cust.edu.cn

收稿日期:2018-06-19;录用日期:2018-09-29

## 0 引言

介质薄膜在基底上形成的过程中,无论是分子外延法、磁控溅射法还是化学蒸镀法,都可能使薄膜内部形成拉伸力或挤压力,即薄膜应力<sup>[1-2]</sup>.薄膜应力主要包括三个方面:1)薄膜在生长过程中机器腔内与腔外有较大的温度变化,而薄膜与基底材料热膨胀系数不同,从而形成应力,称为热应力<sup>[3]</sup>;2)薄膜在生长过程中,从颗粒状态变成小岛状态再连接成薄膜,这个过程反复重复逐渐使薄膜变厚,膜厚的增长速度、颗粒大小和腔内温度等因素会使薄膜内部产生应力,称为生长应力<sup>[4]</sup>;3)在整个薄膜的多层结构中,基底是底层,随着各层薄膜的生长,生长应力和热应力会使多层结构的薄膜逐渐变形,这样会使包括基底在内的各层之间产生相互作用力,称为结构应力<sup>[5]</sup>.这三个应力的不平衡,会造成薄膜的剩余应力及其在晶圆上的不均匀分布.

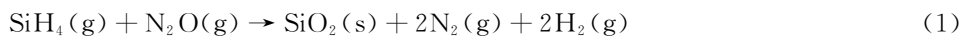
研究者提出了许多方法通过调节应力来控制器件的光学性能,从外部工艺改进,如 SiO<sub>2</sub> 基板、应力释放槽、Si 双折射补偿膜、应力硅膜等.对于大部分无源光器件,如光功率分路器、可调光衰减器等<sup>[6]</sup>,利用上述方法调节应力仍有一定的局限性;集成光学最大的优势在于它与传统的硅基集成电路相兼容, SiO<sub>2</sub> 基板虽然解决了应力问题但兼容性变差,而应力释放槽在工艺上增加了一定的技术难度以及工艺成本.还可以通过调节沉积温度、退火温度、射频功率、腔内压强等参数<sup>[7-9]</sup>,从镀膜工艺上进行改进.罗海瀚<sup>[10]</sup>等采用无离子束辅助轰击的沉积方式,使用真空在线光谱扫描和大气中离线的光谱扫描,结合光度法拟合得到薄膜折射率,在不同的沉积温度下制备了 SiO<sub>2</sub> 薄膜,结果表明 SiO<sub>2</sub> 薄膜的折射率会随着薄膜的厚度而改变,随着沉积温度的升高而变大;GUAN D<sup>[11]</sup>等通过双频等离子体增强化学气相法以及不同时间间隔的高频和低频等离子体来沉积 SiO<sub>2</sub> 薄膜,将样品退火至 930 °C 以研究其应力变化,发现在高频主导的等离子体中,沉积的薄膜在高于 800 °C 的温度下退火后具有拉伸残余应力,即通过改变退火温度可以将残余应力控制为略微拉伸;PERALTA L<sup>[12]</sup>等使用高掺杂硼和磷的 SiO<sub>2</sub> 用等离子体增强法沉积制备了具有非常低双折射的光波导,固定的磷含量为 4.8%,在硼浓度为 9.1% 时观察到从压缩应力到拉伸应力的转变.

光折射率是平面光波导器件的一个重要参数,薄膜的剩余应力会使传输光波在不同的偏振状态下具有不同的折射率值,即光学薄膜的双折射效应,从而使器件最后的光偏振相关损耗(Polarization Dependent Loss, PDL)增大,严重时会使器件的性能无法达到工业产品要求.另外,双折射性能在整个晶圆上的不均匀分布会影响产品的良品率.这样,研究和有效利用以上关系对制作出均匀性好、成品率高的氧化硅薄膜非常重要.本文利用等离子体化学气相沉积法(Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition, PECVD)在硅晶圆上沉积制备氧化硅薄膜,将薄膜的制备工艺与波导的光学性质相结合,通过制备优良的氧化硅薄膜来加工出低损耗光波导器件.在反应过程中通过调节反应气体的流量比来研究薄膜折射率和应力的变化情况,进而精确控制薄膜的组成.

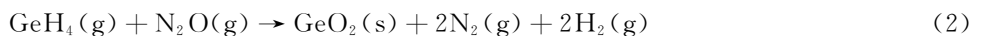
## 1 实验

### 1.1 掺 Ge 氧化硅薄膜波导制备

用 PECVD 在直径为 150 mm、厚度为 625 μm 的 n 型硅晶圆上沉积氧化硅薄膜,进而通过光刻在薄膜上产生金属铝掩膜,然后利用反应离子刻蚀(Reactive Ion Etching, RIE)波导,整个过程包括薄膜沉积、退火、光刻、刻蚀等步骤<sup>[13-14]</sup>.首先沉积 12 μm 的氧化硅薄膜作为波导下包层,基底温度为 400 °C,用硅烷(SiH<sub>4</sub>)和一氧化二氮(N<sub>2</sub>O)在等离子体的状态下进行反应,反应公式为<sup>[15]</sup>



反应室的压强为 293 Pa,射频功率为 1 000 W,在 O<sub>2</sub> 氛围下 950~1 100 °C 退火 25~120 min,同时掺杂适量的惰性气体 Ar 来稀释 SiH<sub>4</sub>.在此基础上进一步沉积 6 μm 的氧化硅薄膜作为波导芯层,控制芯层折射率高于上/下包层折射率,在 SiH<sub>4</sub>、N<sub>2</sub>O 气体中掺杂 GeH<sub>4</sub>,其反应公式为



在这个过程中,控制好芯层的应力尤为重要,波导芯层采用干法刻蚀系统中的 RIE;当获得刻蚀角度和侧壁光滑的矩形波导后,沉积大于 15 μm 的硼磷硅玻璃(Boron Phosphorus Silicate Glass, BPSG)作为上包层,也就是在硅烷(SiH<sub>4</sub>)和一氧化二氮(N<sub>2</sub>O)沉积条件中掺杂乙硼烷(B<sub>2</sub>H<sub>6</sub>)和磷烷(PH<sub>3</sub>),使上包层熔点降低、流动性变好,但同时 B<sub>2</sub>H<sub>6</sub> 使折射率下降,需通过 PH<sub>3</sub> 来调高折射率.

### 1.2 样品表征与测试

薄膜沉积完成后通过 Dektak 150 探针轮廓仪测量其镀膜前后的曲率半径  $R_1$  和  $R_2$ , 进而利用 Stoney<sup>[16]</sup> 公式计算薄膜的剩余应力, 即

$$\sigma = \frac{E_s t_s^2}{6(1 - \nu_s) t_f} \left( \frac{1}{R_2} - \frac{1}{R_1} \right) \quad (3)$$

式中,  $t_s$  和  $t_f$  分别为硅基底和氧化硅薄膜的厚度,  $E_s$  和  $\nu_s$  分别为硅基底的杨氏模量和泊松比. 当应力值呈负值时薄膜为压应力; 当应力值呈正值时薄膜为张应力. 对掺 Ge 氧化硅薄膜波导利用 RIE 刻蚀形成波导结构, 用扫描电子显微镜 (SEM, Hitachi S-4800 型) 获得了波导截面图与表面俯视图如图 1 所示, 可见薄膜波导刻蚀角度较差, 这是由 RIE 刻蚀的固有缺陷造成, 但薄膜无裂纹无气泡质量较好.

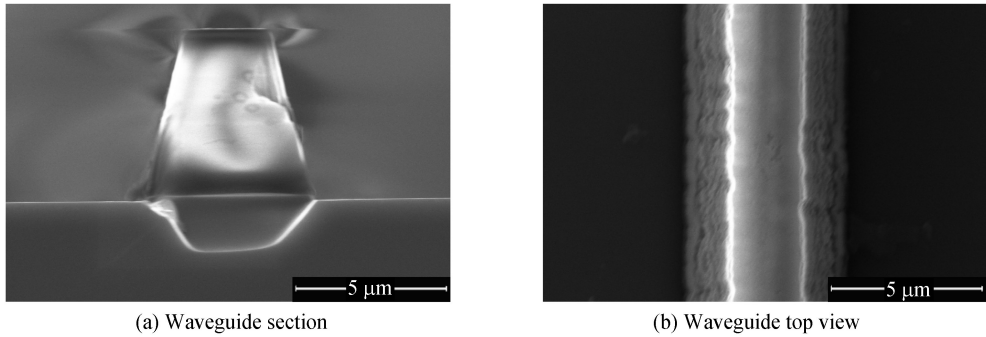


图 1 波导形貌 SEM 图

Fig.1 SEM image of waveguide morphology

按如图 2(a)所示的从中心到边缘 1-9 的位置, 采用棱镜耦合仪 Metricon Prism Coupler 2010 进行逐点测试, 可直接测量薄膜在 1 539 nm 波长下的折射率与厚度; 采用应力测试仪 Dektak 150 测定晶圆在镀膜前后的形变量, 图 2(b)和(c)为晶圆弯曲半径测量和晶圆整体应力分布图.

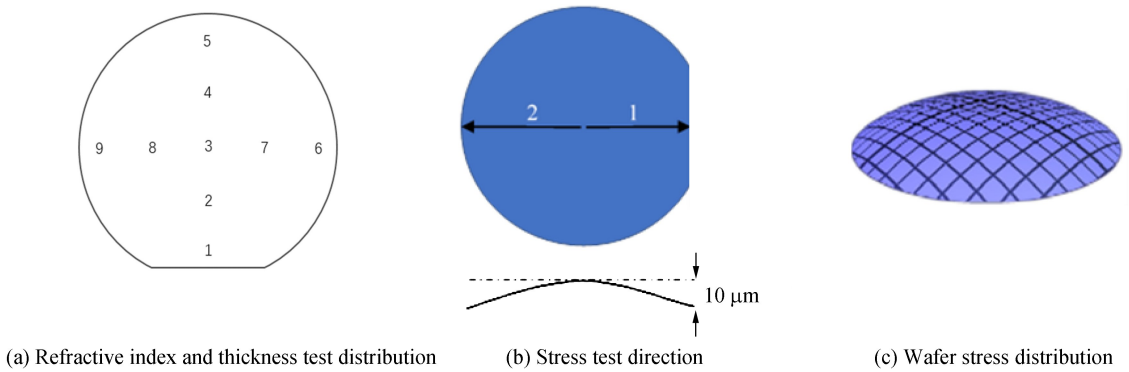


图 2 样品测试原理

Fig.2 Sample test schematic

## 2 结果与分析

对薄膜沉积完成后在退火的条件下获得的折射率与应力进行测试, 为了方便比较, 实验中多次测量求取平均值与方差. 图 3(a)是在 1 539 nm 波长下  $\text{SiH}_4$  和  $\text{N}_2\text{O}$  的流量比不同时 (24, 27.6 和 30), 测得的包层折射率值分布规律, 从中可看出在  $\text{N}_2\text{O}$  流量不变时, 折射率随着  $\text{SiH}_4$  流量的降低而降低, 同时发现边缘折射率均低于中心折射率, 反映出其沉积密度的不同. 图 3(b)是流量比为 24、27 和 30 的情况下所获得的平均应力值, 可看出随着流量比从 24 增加到 30, 晶圆的应力变大并向着压应力方向变化. 应力过大会对晶圆上的光波导器件性能造成很大影响, 会直接影响到器件的 PDL 值; 折射率过高会影响与光纤之间耦合引起的插入损耗 (Insertion Loss, IL). 因此, 生产中要选择匹配率高的流量比来加工薄膜光波导器件, 使其达到最低损耗.

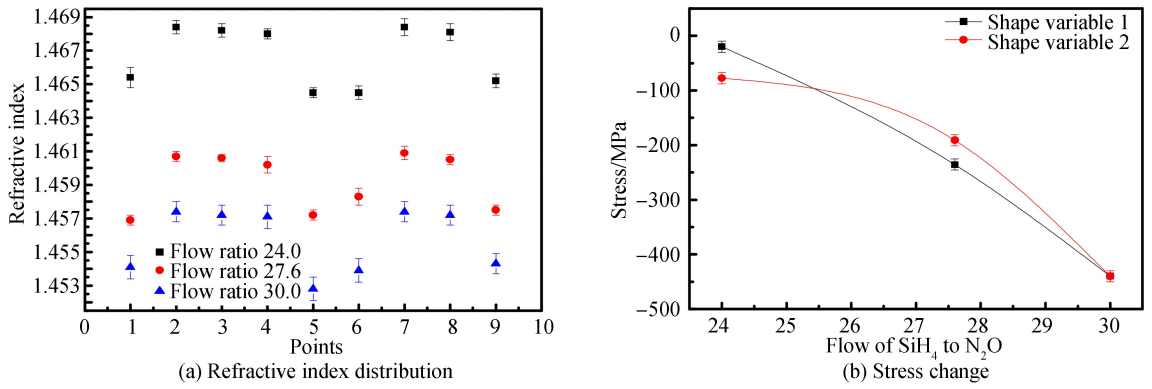


图3 不同流量比对薄膜折射率和应力的影响

Fig.3 Influence of flow ratios on the refractive index and stress of the film

在沉积芯层薄膜时掺杂  $8.3 \times 10^{-7} \text{ m}^3/\text{s}$   $\text{GeH}_4$  可调高芯层的折射率,控制芯层折射率高于上/下包层折射率.图 4(a)中,在  $\text{SiH}_4$ 、 $\text{N}_2\text{O}$ 、 $\text{GeH}_4$  的条件下仅改变  $\text{SiH}_4$  的流量,可明显看出随着  $\text{SiH}_4$  和  $\text{N}_2\text{O}$  的流量比(22.6,24 和 27.6)的增加,薄膜折射率下降,并且折射率分布规律与图 3(a)相同;图 4(b)中,随着流量比的增加,曲率 1 和曲率 2 分别变大,向着压应力方向变化,这也是芯层不通过  $\text{SiH}_4$  流量来改变折射率的重要原因.所以,为了控制应力不引起其它参数变化,掺杂  $\text{GeH}_4$  可以进一步提高薄膜的均匀性,保证晶圆器件具有良好的成品率.

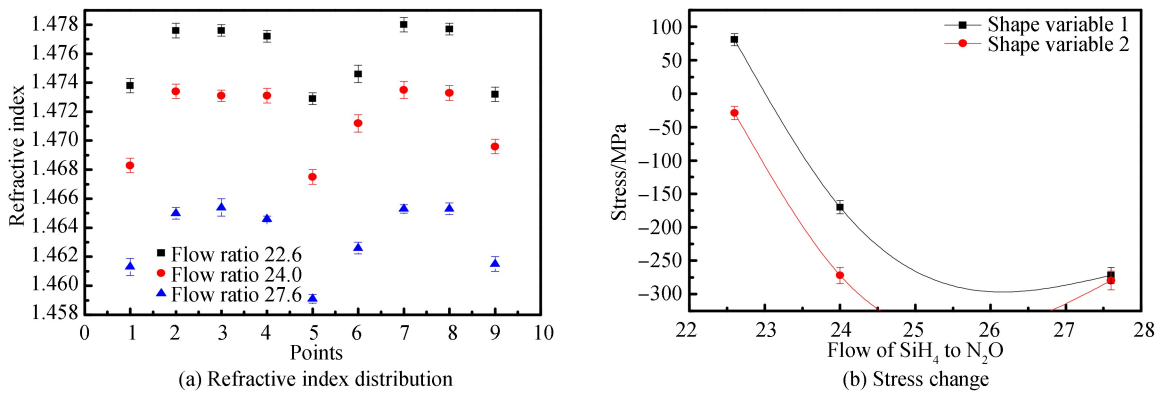


图4 掺  $\text{GeH}_4$  时  $\text{SiH}_4$  流量对薄膜折射率和应力的影响

Fig.4 Influence of  $\text{SiH}_4$  flow rates on the refractive index and stress of the film after  $\text{GeH}_4$  gas doped

退火是半导体加工中常见的过程,一般分为直接降温法和阶梯式退火等方式.各层薄膜生长后均采用退火处理,通常情况下每生长一层薄膜进行一层退火,主要目的是使薄膜层更加致密并且能够减小薄膜粗糙度,以及通过退火回流影响薄膜性质.通过实践还发现,随着  $\text{GeH}_4$  流量的增加,退火后芯层折射率增加得更快,而这在薄膜沉积过程中是不利的,导致折射率的不可控性;对于包层而言,其折射率受  $\text{B}_2\text{H}_6$  与  $\text{PH}_3$  的比值影响很大,BPSG 的含量同样影响退火前后折射率的变化,如表 1 所示.

表 1 退火前后的折射率变化以及对气体配比的依赖关系

Table 1 Change in refractive index before and after annealing and dependences on fluxes of gases

	Gas flow of $\text{GeH}_4 / (\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1})$		Ratio of $\text{B}_2\text{H}_6$ to $\text{PH}_3$		
	$2.5 \times 10^{-6}$	$5.0 \times 10^{-6}$	1...1	4...3	3...4
Before annealing	1.454 1	1.458 7	1.447 0	1.447 7	1.447 6
After annealing	1.470 8	1.487 1	1.457 9	1.458 3	1.459 8

### 3 结论

采用 PECVD 沉积氧化硅薄膜,研究了在不同条件下制备折射率均匀、应力良好的掺 Ge 氧化硅薄膜波导.研究发现为了提高薄膜均匀性减小应力,薄膜芯层通过  $\text{GeH}_4$  流量而不是  $\text{SiH}_4$  流量来改变折射率,同时

光波导薄膜厚度和折射率均匀性会使传输光波在不同的偏振状态下具有不同的折射率值,即光学薄膜的双折射效应,从而使器件的 PDL 值增大,双折射性能在整个晶圆上的不均匀分布会影响产品的良品率,所以精确控制每个参数并把握其变化规律对提高产品性能及生产良品率至关重要。

## 参考文献

- [1] LI Xiu-yan, ERMAKOV A, AMARASINGHE V, *et al.* Oxidation induced stress in SiO<sub>2</sub>/SiC structures[J]. *Applied Physics Letters*, 2017, **110**: 141604.
- [2] ZHAO Fei, YANG Wen, MO Jing-hui, *et al.* Influence of pulse sputtering power on the structural and optical properties of SiC<sub>x</sub> thin films containing silicon quantum dots[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2017, **46**(12): 1231002.  
赵飞,杨雯,莫镜辉,等.脉冲溅射功率对含硅量子点 SiC<sub>x</sub> 薄膜的结构和光学特性的影响[J].光子学报,2017,**46**(12): 1231002.
- [3] HUANG M. Analytical solutions for thermal stresses in buried channel waveguides[J]. *IEEE Journal of Quantum Electronics*, 2004, **40**(11): 1562-1568.
- [4] CHASON E, KARLSON M, COLIN J, *et al.* A kinetic model for stress generation in thin films grown from energetic vapor fluxes[J]. *Journal of Applied Physics*, 2016, **119**: 145307.
- [5] SUN De-gui, SUN Qing-yu, XING Wen-chao, *et al.* Investigation for the structural stress of SiO<sub>2</sub> thin films and its distribution on the large-wafer created by plasma enhanced chemical vapor deposition[J]. *AIP Advances*, 2018, **8**(8): 085217.
- [6] ZHANG Le-tian, WU Yuan-da, XING Hua, *et al.* Fabrication of Si-based silica waveguide material applied in AWG[J]. *Journal of Optoelectronics • Laser*, 2012, **13**(8): 868-871.  
张乐天,吴远大,邢华,等.AWG 用 Si 基 SiO<sub>2</sub> 波导材料的制备[J].光电子·激光,2012,**13**(8):868-871.
- [7] PAN Yong-qiang. Properties of silicon nitride films deposited by radio frequency plasma enhanced chemical vapor deposition[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2007, **36**(6): 1097-1101.  
潘永强.射频等离子体增强化学气相沉积 SiN<sub>x</sub> 薄膜的研究[J].光子学报,2007,**36**(6):1097-1101.
- [8] SHAO Shu-ying, TIAN Guang-lei, FAN Zheng-xiu, *et al.* Influences of the deposition parameters and aging time on the residual stress of SiO<sub>2</sub> films[J]. *Acta Optica Sinica*, 2005, **25**(1): 126-130.  
邵淑英,田光磊,范正修,等.沉积参量及时效时间对 SiO<sub>2</sub> 薄膜残余应力的影响[J].光学学报,2005,**25**(1):126-130.
- [9] SHEN Yan-ming, HE Hong-bo, SHAO Shu-ying, *et al.* Influences of deposition temperature on residual stress of HfO<sub>2</sub> films prepared by electron beam evaporation[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2006, **33**(6): 827-831.  
申雁鸣,贺洪波,邵淑英,等.沉积温度对电子束蒸发 HfO<sub>2</sub> 薄膜残余应力的影响[J].中国激光,2006,**33**(6):827-831.
- [10] LUO Hai-han, CAI Qing-yuan, LI Yao-peng, *et al.* Study on the optical characteristic of silicon dioxide thin films deposited in different temperatures[J]. *Acta Optica Sinica*, 2014, **34**(s2): s231001.  
罗海翰,蔡清元,李耀鹏,等.不同沉积温度下单纯蒸镀二氧化硅薄膜的光学特性研究[J].光学学报,2014,**34**(s2): s231001.
- [11] GUAN D, BRUCCOLERI A, HEILMANN R, *et al.* Stress control of plasma enhanced chemical vapor deposited silicon oxide film from tetraethoxysilane[J]. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2013, **24**(2): 027001.
- [12] PERALTA L, BERNUSSI A, TEMKIN H, *et al.* Silicon-dioxide waveguides with low birefringence[J]. *IEEE Journal of Quantum Electronics*, 2003, **39**(7): 874-879.
- [13] TUYAERTS R, PONCELET O, RASKIN J, *et al.* Internal stress and opto-electronic properties of ZnO thin films deposited by reactive sputtering in various oxygen partial pressures[J]. *Journal of Applied Physics*, 2017, **122**: 155306.
- [14] ZHOU Li-bin. Silica-on-silicon array waveguides gratings[D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology of China, 2005: 103-116.  
周立兵.硅基二氧化硅型阵列波导光栅的研制[D].武汉:华中科技大学,2005:103-116.
- [15] FENG Hang. Study the key process of microphotonic integrated chip[D]. Changchun: Changchun University of Science and Technology of China, 2014: 36-40.  
冯航.微光子集成芯片的关键工艺研究[D].长春:长春理工大学,2014:36-40.
- [16] TAMULEVICIUS. Stress and strain in the vacuum deposited thin films[J]. *Vacuum*, 1998, **51**(2): 127-139.

**Foundation item:** The Science and Technology Fund of Jilin Province (No. 20180101223JC) and the Specific Research Fund of Changchun University of Science and Technology (No. 129954)

引用格式: SUN Qing-yu, SUN Zhe-yu, XING Wen-chao, *et al.* Preparation Process and Stress Study of Ge-doped Silica Film Waveguide [J]. *Acta Photonica Sinica*, 2018, **47**(12): 1231003

孙庆雨,孙喆禹,邢文超,等.掺 Ge 氧化硅薄膜波导制备工艺与应力研究[J].光子学报,2018,**47**(12):1231003