

氮化硅集成微腔光频梳器件关键制备技术 (特邀)

朱振东¹, 林平卫¹, 孙朝阳², 白本锋², 王雪深¹

- (1. 中国计量科学研究院, 北京 100029;
2. 清华大学精密仪器系, 北京 100084)

摘要: 微腔光频梳, 又称微腔梳, 是通过腔内四波混频过程产生的一种高相干宽谱的集成光源, 有着优异的时频特性, 可用于超精密分子光谱、相干通信、激光雷达、轻型化装备等测量应用, 是基础科学、计量学及军事装备的重要工具, 是一项颠覆性的技术。报道了一种集成氮化硅 (Si_3N_4) 微腔光频梳器件制备的关键技术, 提出了一种方法平衡 Si_3N_4 的应力、厚度和化学计量之间的矛盾, 以满足反常色散和减少双光子吸收的要求。利用这种改进的大马士革工艺微结构降低 Si_3N_4 厚膜的应力, 减少应力缺陷对器件性能的影响, 实现高品质 Si_3N_4 薄膜的可控制备。在微腔刻蚀工艺中, 采用 30 nm 氧化铝牺牲层补偿掩模抗刻蚀能力, 实现微环和波导侧壁粗糙度小于 15 nm, 满足了微腔高 Q 值的要求。经双光泵浦测量得到 1 480~1 640 nm 波段内的宽光谱高相干克尔光频梳。

关键词: 集成微腔光梳; 氮化硅; 大马士革工艺; 器件

中图分类号: O439 文献标志码: A DOI: 10.3788/IRLA20220214

Fabrication of silicon nitride-based integrated microcavity optical frequency comb devices (*Invited*)

Zhu Zhendong¹, Lin Pingwei¹, Sun Zhaoyang², Bai Benfeng², Wang Xueshen¹

- (1. National Institute of Metrology, Beijing 100029, China;
2. Department of Precision Instrument, Tsinghua University, Beijing 100084, China)

Abstract: Microcavity optical frequency comb (also called the microcavity comb), a subversive technology, is an integrated light source produced from a four-wave mixing process in a nonlinear optical microcavity. As a precision device with excellent properties of optical frequency, microcavity combs can be extensively applied in many fields such as molecular spectroscopy, coherent communication, LiDAR, metrology, and lightweight equipment for airborne system. Here, the fabrication of integrated silicon nitride (Si_3N_4) microcavity optical frequency comb devices was reported. The balance between the stress, thickness and stoichiometry of Si_3N_4 was well controlled. A reliable method was proposed to fabricate Si_3N_4 optical film with enough thickness and stoichiometry to meet the requirements of anomalous dispersion and reducing light absorption. The modified technology of Damascene process with microstructures to decline the stress of thick Si_3N_4 film was developed to reduce defects. Furthermore, the mask via with a 30 nm thick alumina compensation layer was optimized and a practicable etching process was used for fabricating Si_3N_4 microresonators with sub-15 nm roughness of lateral walls of microring and waveguide. The experimental results show a high quality of Si_3N_4 microcavity.

收稿日期: 2022-03-15; 修订日期: 2022-05-04

基金项目: 国家重点研发计划 (2017YFF0206104)

作者简介: 朱振东, 男, 副研究员, 博士, 主要从事微纳米光电子器件和非线性光学等方面的研究。

Additionally, a coherent Kerr optical frequency comb spectrum can be produced with a wide spectral range from 1 480 nm to 1 640 nm via dual light pumping.

Key words: integrated microcavity optical frequency comb; silicon nitride; Damascene process; device

0 引言

光学频率梳(简称光频梳)^[1-4]是一种在频域上表现为一根根等间隔的梳齿、在时域上表现为一个个等间隔脉冲的高相干宽谱光源,因其优异的时频特性,是连接光频域与作为时间基准的微波射频频域的桥梁,为时频传递^[4]、分子光谱^[5]、绝对距离测量^[6]、计量^[7]等领域带来创新发展的可能。因此,光频梳获得国内外广泛关注,特别是作为基础科学研究的精密测量工具。较为成熟的光纤光频梳、锁模激光器光频梳、电光频梳等展示出卓越的低噪高相干等优势,可实现目前人类已经掌握的最高测量精度和最高测量不确定度^[2]。但传统光频梳系统体积大、成本高、测量环境苛刻和维护复杂,制约了光频梳技术的应用推广。随着科技发展,很多新兴领域又对光频梳提出了新的要求,包括较大梳齿间距、高梳齿功率、高集成、低功耗、轻型化等^[8-9]。

集成微腔克尔光频梳^[10-12](简称微腔光频梳)正是在这些新兴需求推动下快速发展起来的。自 2007 年以来,国际上 Vahala、Kippenberg、Weiner 等研究组相继观察到了低相位噪声态的微腔光频梳^[10-15]。随着微纳加工技术的发展,目前已形成了基于晶体腔、微球腔、微柱腔、微盘腔、环形腔、楔形腔、微环腔等的光频梳^[10-15],呈现独特性能,并取得广泛应用。

近年来,国内在微腔光频梳方面的研究也取得了快速发展,如清华大学白本锋和中国计量科学研究院朱振东团队、清华大学孙长征^[16]和薛晓晓^[17]团队、中国科学院西安光学精密机械研究所张文富^[18]等团队分别研究并制备了氮化硅(Si_3N_4)微环腔、氮化铝微环腔、氮氧化硅微环腔等,实现了性能优异的微腔光频梳、任意波形合成及绝对测距的应用等。北京大学肖云峰^[19]、南京大学姜校顺^[20]等人在二氧化硅微盘腔中产生光频梳,并取得了相关理论研究成果。

构筑微腔的薄膜材料体系选择需要考虑材料的折射率、非线性系数及加工方式等因素。高折射率材料可更好地限制微腔中光斑,提高微腔光频梳光子芯

片的集成度;高非线性系数材料可提供更强的非线性增益,显著降低泵浦阈值。选择薄膜材料还须考虑与现有微纳米加工工艺的兼容性及其成熟度、集成封装的难易程度等。综合上述因素,获得高 Q 值微腔(即微腔具有较低光学损耗)是产生微腔光频梳的必要条件和基本要求^[15]。

在众多薄膜材料中, Si_3N_4 光学薄膜最为引人注目,一方面 Si_3N_4 是超低损耗光学介质材料,其三阶非线性系数为 2.5×10^{-19} ,折射率达到 2.0,波导损耗可低至 0.1 dB/m;另一方面, Si_3N_4 的加工与当前半导体制造工艺完全兼容。因此,基于 Si_3N_4 薄膜构筑的微腔光频梳具有大规模低成本批量生产的潜力及巨大的商业应用价值。在公开报道的 Si_3N_4 微腔中, Q 值已达 3.7×10^7 。Kippenberg、Bowers、Lipson、Weiner 等课题组利用 Si_3N_4 微腔,已分别实现了耗散孤子光频梳、脉冲泵浦光频梳、跨倍频程光频梳及 DFB 混合集成实现可自由电开关的孤子光频梳^[15]。

Si_3N_4 微腔光频梳器件对微纳米加工工艺提出较高要求。首先,化学计量比 Si_3N_4 光学薄膜可减少双光子吸收。受制于低压力化学气相沉积法(Low Pressure Chemical Vapor Deposition, LPCVD)生长方式、前驱体、生长速率等影响,所得的 Si_3N_4 薄膜多为富氢或富硅,导致其在近红外波段的吸收增加。其次,宽光谱反常色散区与高集成度的要求下, Si_3N_4 薄膜厚度应大于 720 nm。然而, Si_3N_4 薄膜与衬底氧化层因晶格失匹及热导率差形成热失匹,导致其界面间形成较大的残余应力。由于应力和化学计量比的矛盾,使得其厚度大于 400 nm 会自发产生裂纹,导致器件失效等。因此,在 LPCVD 生长工艺中需要平衡 Si_3N_4 的化学计量比、厚度、残余应力之间的矛盾。通常采用富硅的 Si_3N_4 薄膜、分步生长-退火及大马士革等工艺来平衡这一矛盾。富硅的薄膜因硅导致缺陷增多和双光子吸收,降低了薄膜的光学质量,不能满足光频梳产生的要求。分步生长退火在每次生长中通过退火去氢释放应力,目前已实现了微米厚度化学计量比氮化硅的生长,再利用大马士革工艺释放薄膜的残

余应力,实现的微腔 Q 值有望达到 10^7 。

文中采用改进的大马士革工艺,降低 LPCVD 生长过程中的残余应力,实现了近化学计量比、低应力、且厚度达到 800 nm 的 Si_3N_4 薄膜。通过进一步优化刻蚀工艺,实现了高品质 Si_3N_4 微环谐振腔器件的制备,得到反常色散 Si_3N_4 微腔光子光频梳。

1 实验部分

Si_3N_4 薄膜生长及微腔制备工艺流如图 1(a) 所示,主要包括大马士革微结构的光刻加工、化学计量比 Si_3N_4 薄膜的 LPCVD 生长、电子束光刻及深刻蚀 Si_3N_4 微环谐振腔等。

首先,光刻形成大马士革微结构,如图 1(a) 所示。根据 LPCVD 龙舟尺寸及微腔光梳硅光集成工艺要求,热氧化层衬底选择湿法氧化且厚度大于 $4\ \mu\text{m}$ 的 6 in(1 in=2.54 cm) 晶圆。晶圆经过半导体工艺标准清洗,除去表面污染及金属残余物,旋涂 $4\ \mu\text{m}$ 厚的光刻胶。经曝光、显影,得到光刻胶图形,包括微结构区、预留图形区和切割标记区,其中微结构区为大马士革工艺微结构。

首先,采用电感耦合等离子体刻蚀 (Inductively

coupled plasma etching, ICP) 工艺制作大马士革微结构。通过 ICP 刻蚀,将图形化的光刻胶中微结构转移到氧化层中,衬底氧化层中相应地包含大马士革微结构区、预留区和切割标记区。文中,大马士革微结构区域只用于降低薄膜生长的残余应力,不影响微环谐振腔的侧壁粗糙度和形貌。因此,ICP 刻蚀深度只需达到 $2.0\sim 2.5\ \mu\text{m}$,且对刻蚀结构的形貌、粗糙度不作要求。ICP 刻蚀后,用丙酮超声、烘干及半导体工艺标准清洗,除去晶圆表面的残胶及金属颗粒污染物。大马士革微结构将晶圆氧化层上表面细分成大量的不同方向的应力引导槽,用于释放应力。

之后进行氮化硅薄膜的 LPCVD 生长。考虑到 LPCVD 生长工艺特点,在设备工艺条件允许下,可采用二氧化钛 (TiO_2) 种子晶体生长工艺。 TiO_2 与氧化层具有优秀的界面粘结性能,且 TiO_2 层折射率与 SiN_x 相近,因此采用原子层沉积 (Atomic layer deposition, ALD) 工艺沉积 $5\sim 8\ \text{nmTiO}_2$,一方面可以降低氧化层与 Si_3N_4 界面层的晶格失配,另一方面可作为 Si_3N_4 生长的晶粒成核剂让表面生长速率均匀一致,减少 Si_3N_4 膜层生长缺陷。

接下来是 LPCVD 生长关键步骤,如图 1(a) 所

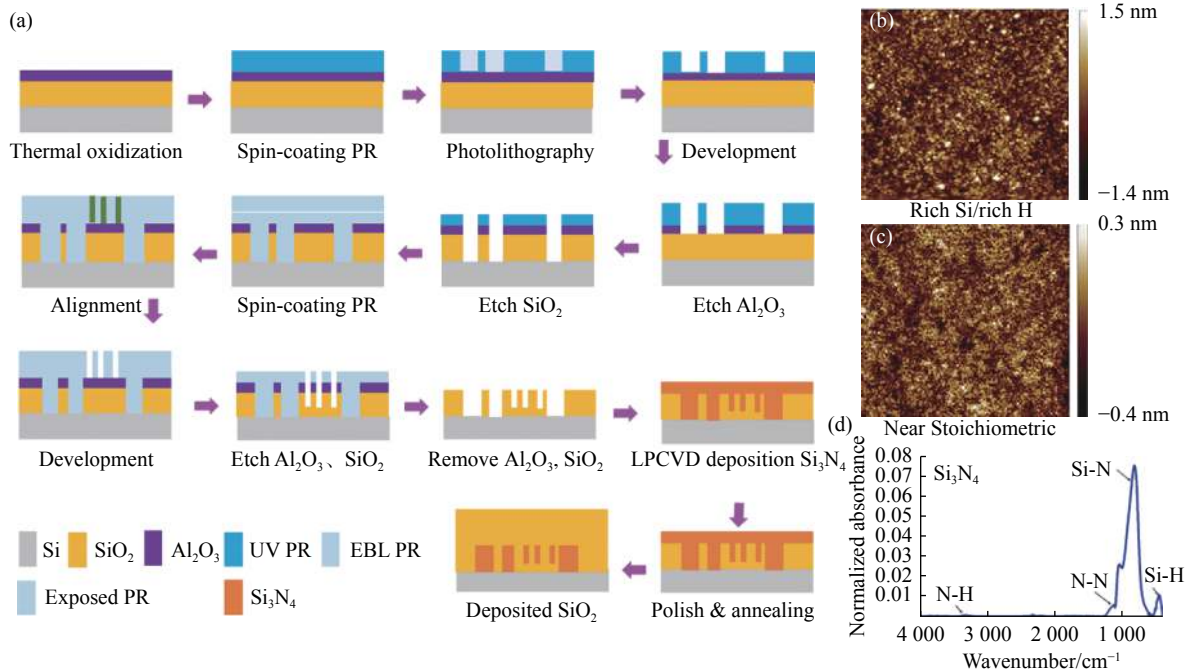


图 1 (a) 制作 Si_3N_4 薄膜的改进的大马士革工艺流程; (b)~(c) LPCVD 生长的 Si_3N_4 薄膜原子力显微镜表面分析; (d) Si_3N_4 薄膜的吸收光谱
Fig.1 (a) A modified Damascene process for the fabrication of Si_3N_4 film; (b)~(c) Atomic force microscope analysis of silicon nitride film grown by LPCVD; (d) Absorption spectrum of the grown Si_3N_4 film

示。在大马士革微结构上,采用 LPCVD 生长氮化硅光学薄膜,使用优化的化学计量比生长条件,控制 SiH_2Cl_2 和 NH_3 的气体流量比为 $1:3.3\sim 1:3.5$,氮气为载气。实验中,龙舟内气体流量分别是: SiH_2Cl_2 30 sccm, NH_3 105 sccm, N_2 (90±10) sccm; 梯度温度控制在 (7730±1) °C、(775±0.5) °C 及 (778±1) °C; 工作压强为 250 mTorr, 生长速率 3.5 nm/min; 每生长 200 nm 后,待 LPCVD 炉内温度冷却到 380 °C 以下,取出样片随龙舟转移至氧化炉在 (1050±5) °C 下退火 48 h。取陪片用光谱椭偏仪、原子力显微镜、红外吸收光谱仪等分别测量生长的膜厚、折射率、表面粗糙度及表面颗粒物分布及 Si-N 键等组分的吸收光谱,如图 1(b)~1(d) 所示。如果表面粗糙度大于 1.5 nm,且有明显的团聚颗粒(可能是硅氢团聚),如图 1(b) 所示,则说明该条件下生长的薄膜可能富硅或富氢。如果表面粗糙度小于 0.5 nm,且没有明显的团聚,如图 1(c) 所示。结合红外吸收光谱分析薄膜中 Si-N、Si-H 等组分,其中 Si-H 键的吸收非常微弱,如图 1(d) 所示,说明该薄膜近化学计量比。根据测量结果计算上述条件生长速率,再次按上述工艺进行次生长和退火 4 次,完成 800 nm 厚氮化硅薄膜生长。在这个过程中,每次退火都是十分必要的,因为通过高温裂解释放生长过程俘获的少许氢悬挂键,可使吸附在表面的 Si-H 裂解断键,也可释放残余应力。

Si_3N_4 生长及退火后,根据电子束光刻设备的要求,根据对准标记沿切割线将 6 in 晶圆切成尺寸为 1.2 cm×1.8 cm 的单元,每个单元里含有 10 个微腔的预留曝光区域、条形波导区域及邻近的标记。由于 Si_3N_4 是硬脆性材料,须沿着切割槽进行切割,槽宽为 200 μm。LPCVD 生长过程中,槽内也同样生长有 Si_3N_4 薄膜。切割时,槽内 Si_3N_4 会碎裂,但应力在槽内释放不影响微腔/波导预留区域的 Si_3N_4 ,因为凹槽内 Si_3N_4 与预留区域 Si_3N_4 薄膜不完全连续,从而自发地形成应力释放与阻断。

最后,电子束光刻是在 1.2 cm×1.8 cm 的 Si_3N_4 薄膜预留区域上进行,如图 1(a) 所示。结合刻蚀及掩模牺牲层的刻蚀选择比特性,先在样品上采用原子层沉积生长 Al_2O_3 30 nm。其目的在于改善氮化硅刻蚀侧壁粗糙度和牺牲层的刻蚀选择比,补偿光刻胶抗刻蚀能力。电子束光刻采用厚度为 600 nm 的 ZEP520A 光

刻胶,2 nm 束斑、2000 μC 束流、30 kV 加速电压。曝光显影后,得到 ZEP 胶的图形化,以 ZEP 胶为掩模氯基 RIE 条件刻蚀长 Al_2O_3 30 nm。再以 ZEP/ Al_2O_3 为掩模牺牲层,刻蚀 Si_3N_4 薄膜。实验中,联合 ICP-RIE 刻蚀,腔体工作压强为 70 mTorr,RIE 为 50 W,ICP 为 70 W, SF_6 和 CHF_3 的气体流量分别为 55 sccm 和 40 sccm。刻蚀后,去除残胶得到 Si_3N_4 微腔。

2 结果与讨论

化学计量比条件下生长的 Si_3N_4 薄膜的应力大,厚度约 400 nm 就易开裂,导致器件失效。应力产生的主要原因是: LPCVD 生长过程引入的晶格失配、热应力残余及微腔的张应力。实验中,分别在有或无大马士革微结构上生长和刻蚀氮化硅薄膜,图 2(a)~2(c) 分别为在无大马士革微结构上加工得到的微腔,残余应力导致的缺陷包括: (1) 微环/波导上的裂纹,是一类常见的应力传导产生的缺陷,如图 2(a) 所示,裂纹传递到直波导上会显著降低 Q 值,形成模式突变,裂纹传递到微环上,则器件不能正常工作; (2) 微环底部存在气泡,如图 2(b) 所示,是一类常见于 LPCVD 沉积起始阶段因高温裂解不均匀产生的团聚,会引起微环中光场能量泄露导致模式不稳定,也会降低微腔 Q 值,更难获得长期稳定的微腔光频梳; (3) 微环/直波导耦合区域崩断,如图 2(c) 所示,是一类因微环张应力大将直波导在耦合区崩断缺失,导致光路不通。实验中,通过缺陷判断和工艺参数优化,在改进的大马士革工艺微结构降低应力的辅助下形成有效地应力阻断,利用电子束光刻和 RIE/ICP 刻蚀得到 Si_3N_4 微腔,如图 2(d) 所示,微环和直波导上均无缺陷。

微环的侧壁粗糙度对微腔 Q 值影响是关键因素。实验中,采用 ICP/RIE 刻蚀预留区域上 Si_3N_4 薄膜是微腔光频梳器件加工中核心步骤。在 SF_6 和 CHF_3 气体 ICP/RIE 刻蚀条件下,ZEP 胶与 Si_3N_4 薄膜的刻蚀选择比约为 $1:1.5$, Al_2O_3 层与 Si_3N_4 层刻蚀选择比约为 $1:10$,在氯基 RIE 气氛下,ZEP 胶与 Al_2O_3 层的刻蚀选择比约为 $1:1$ 。因此,文中采用 ZEP 胶/30 nm Al_2O_3 作为刻蚀牺牲层,先采用 RIE 氯基气体条件刻蚀 30 nm 厚的 Al_2O_3 层, Al_2O_3 层刻蚀非常缓慢,持续约 3 min,且 Cl_2 气氛对 Si_3N_4 薄膜不造成损伤;由于 Al_2O_3 致密性好,刻蚀速度慢, Al_2O_3 层侧壁

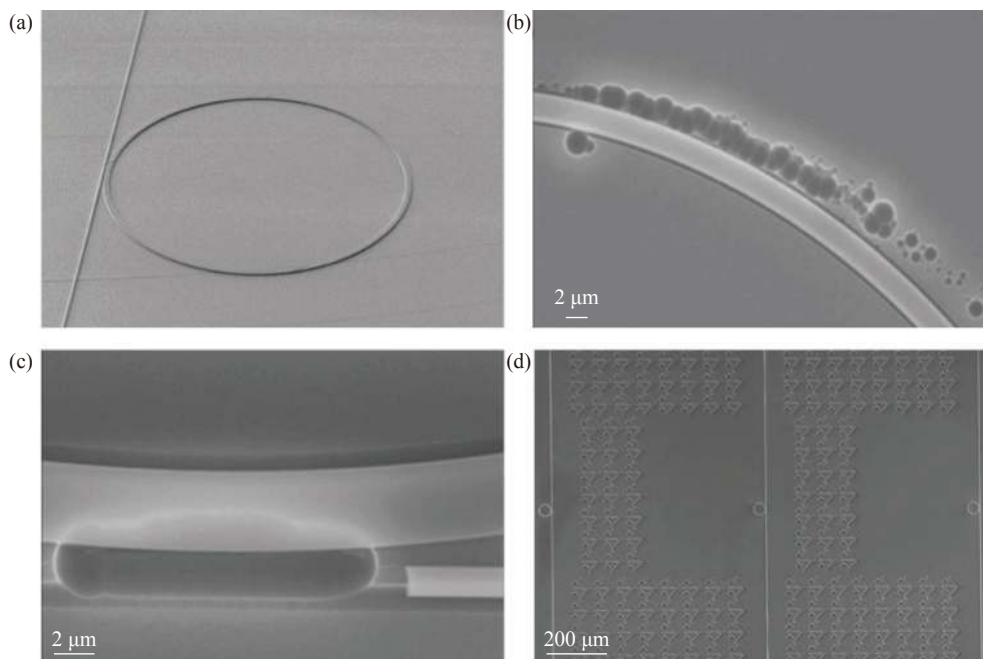


图 2 在有或无大马士革微结构上工艺刻蚀微环谐振腔中的缺陷。(a) 微环/波导上应力传导的裂纹;(b) 微环/波导底部存在气泡;(c) 微环/直波导耦合区域波导崩断;(d) 大马士革微结构中无缺陷陷

Fig.2 Defects of microresonators produced from the processing with or without the Damascene microstructures. (a) Tiny crack on microrings and waveguides from stress conducting; (b) Bubbles at the bottom of micoring and waveguide; (c) Broken defects of the waveguide at the coupling area of waveguide/counterpart microring; (d) No defects with Damascene microstructures

边缘粗糙度仅 3~5 nm, 与电子束光刻后光刻胶的侧壁粗糙度相近, 为改善 Si_3N_4 层侧壁粗糙度提供了有益的帮助。图 3(a) 为微腔及直波导 SEM 图, 凸起的部分为 Si_3N_4 微环和直波导, 无缺陷。图 3(b) 是耦合间隙区域刻蚀特征形貌的 SEM 剖面图, 直波导和微环的侧壁深度 800 nm, 直波导和微环的侧壁倾斜角大于 85° , 接近设计要求的垂直。图 3(b) 的结果表明, 联合 RIE/ICP 刻蚀模式, 可较好地实现耦合间隙的同步刻蚀, 为提高波导/微环耦合效率提供了保障。波导的顶部有大约 20 nm 的倒角缺陷, 可能是因为刻蚀气体的侧向物理轰击导致, 不影响波导和微腔中光的模式稳定性。从图 3(b) 中可见, 在顶层 ZEP 胶和中间 Al_2O_3 牺牲层均清晰可见, ZEP 胶层侧壁粗糙度约 5 nm, 中间 Al_2O_3 牺牲层侧壁粗糙度几乎与 Si_3N_4 层侧壁粗糙度保持一致, 均小于 15 nm。因此, 中间 Al_2O_3 牺牲层可以有效地改善微腔的侧壁粗糙度。与国外文献报道的大马士革工艺中 1150°C 高温退火流平氧化层工艺相比^[10-14], 采用联合 RIE/ICP 刻蚀和 Al_2O_3 牺牲层也能获得较小的侧壁粗糙度, 为高 Q 值

微腔提供必要的工作基础。

图 4 为采用双向泵浦实现微腔光频梳的产生光路图。两台可调谐激光器分别是主泵浦激光器 (CW pump) 和辅助激光器 (Aux. laser), 各自输出的光分别经过偏振控制器、掺铒光纤放大器 (Erbium Doped Fiber Amplifier, EDFA)、环形器、光纤-波导端面耦合输入微腔中。测量中, 须将辅助光器的波长调谐到微腔谐振峰的短波长处, 当主泵浦激光器波长经过连续调谐, 逐渐耦合到微腔内。在主泵浦光扫过微腔的谐振峰时, 由于微腔内的光功率陡然下降, 微腔内温度也会下降, 腔内因光热效应会导致微腔谐振峰向短波长移动。此时, 辅助激光器波长位于微腔谐振峰短波长处, 谐振峰向短波长移动时, 辅助激光器输入到微腔中的光功率会增加, 微腔中的温度也随之增加, 为实现稳定的微腔光频梳的产生提供了腔内光功率补偿。

经过调谐, 在辅助激光器波长、功率参数和泵浦光波长、功率参数合适的条件下产生微腔光频梳, 经光纤-波导耦合输出到光电探测器 (APD)、光谱仪 (OSA) 和 RF 频谱分析仪 (ESA) 等, 可测量微腔传输

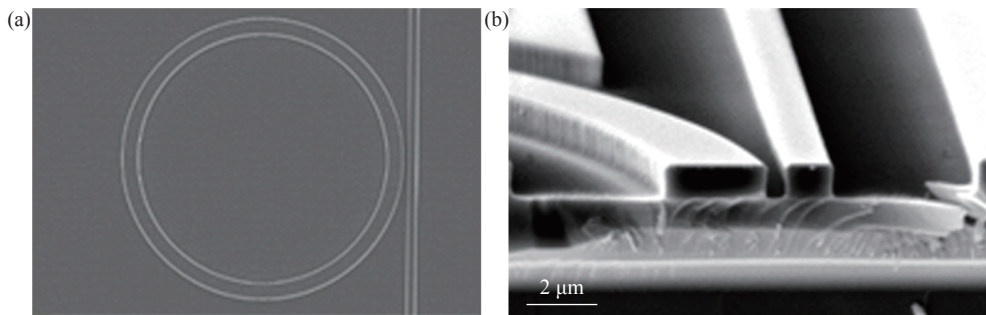


图 3 (a) 改进大马士革微结构工艺制备得到氮化硅微环谐振腔器件; (b) 环形微腔与直波导的耦合间隙关键尺寸的剖面图

Fig.3 (a) Si₃N₄ microresonator fabricated by the modified Damascene microstructure; (b) Cross-section profile of the critical coupling area between ring microcavity and counterpart waveguide

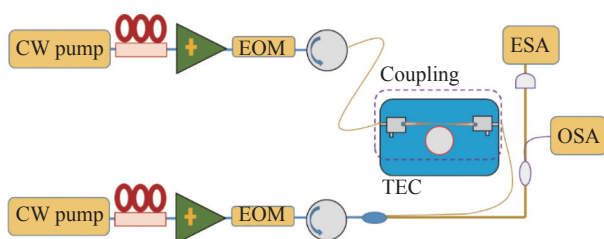


图 4 采用双向泵浦测量光频梳的光路图

Fig.4 Light path for measuring the optical frequency combs by dual-pumping

光信号中的低频信号, 根据光谱仪 (OSA) 中的光谱形状来预判微腔中是否产生了稳定的微腔光频梳。在恒定泵浦功率条件下, 逐渐降低泵浦光波长, 腔内光场从不稳定的混沌态变化到稳定的腔孤子态。混沌态光谱并不光滑, 如图 5(a) 所示。当腔内形成孤子态时, 在腔中可稳定传输, 形成的微腔光频梳的梳齿之间表现出稳定的相位关系, 表现为光滑的 sech^2 光谱形状, 光谱范围为 1 500~1 620 nm, 如图 5(b) 所示。

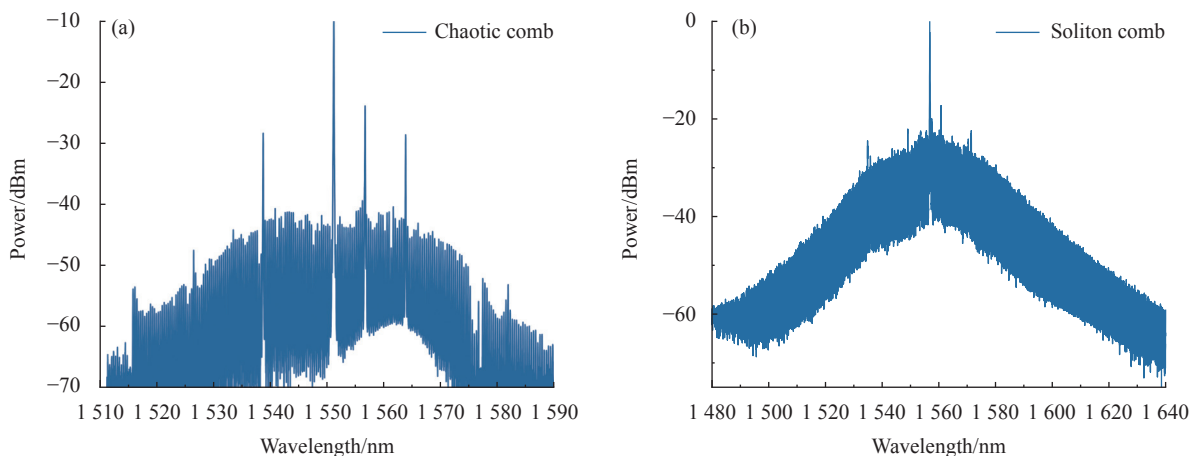


图 5 光频梳光谱。(a) 混沌态光梳; (b) 孤子态光梳, 满足 sech^2 函数拟合

Fig.5 Comb spectra. (a) Chaotic state comb; (b) Soliton state comb matched with sech^2 function fitting

3 结 论

文中系统研究了 Si₃N₄ 微腔光频梳器件制备的关键技术, 包括采用改进的大马士革微结构有效地降低应力和阻断应力传导, 减少了微腔中的缺陷; 通过 TiO₂ 种子生长调控 Si₃N₄ 与氧化层 SiO₂ 衬底的界面张力, 通过多层分步循环 LPCVD 生长, 实现了厚度大

于 800 nm 的低应力、近化学计量比、高品质 Si₃N₄ 薄膜。结合电子束光刻, 采用原子层沉积生长的 30 nm 的 Al₂O₃ 薄膜补偿电子束光刻胶的抗刻蚀能力, 显著改善了微腔和波导的侧壁粗糙度和侧壁倾斜角两个关键参量, 保障了微腔加工参数一致性和高 Q 值。通过双光泵浦, 实现了微腔孤子光频梳的产生。为了提升微腔 Q 值, 未来还可采用更高温度的退火, 进一步

提升氮化硅光学薄膜的化学计量比和释放应力,为降低泵浦功率和提高微腔光频梳器件工作性及孤子光梳光谱特性的测量与应用提供工作基础。

参考文献:

- [1] Hänsch T W. Nobel lecture: Passion for precision [J]. *Rev Mod Phys*, 2006, 78: 1297-1309.
- [2] Fortier T, Baumann E. 20 years of developments in optical frequency comb technology and applications [J]. *Communicat Phys*, 2019, 2: 1-16.
- [3] Kippenberg T J, Gaeta A L, Lipson M, et al. Dissipative Kerr solitons in optical microresonators [J]. *Science*, 2018, 361: ean8083.
- [4] Papp S B, Beha K, Del'Haye P, et al. Microresonator frequency comb optical clock [J]. *Optica*, 2014, 1: 10-14.
- [5] Thorpe M J, Moll K D, Jones R J, et al. Broadband cavity ringdown spectroscopy for sensitive and rapid molecular detection [J]. *Science*, 2006, 311: 1595-1599.
- [6] Trocha P, Karpov M, Ganin D, et al. Ultrafast optical ranging using microresonator soliton frequency combs [J]. *Science*, 2018, 359: 887-891.
- [7] Udem T, Holzwarth R, Hänsch T W. Optical frequency metrology [J]. *Nature*, 2002, 416: 233-237.
- [8] Pascal D, Schliesser A, Arcizet O, et al. Optical frequency comb generation from a monolithic microresonator [J]. *Nature*, 2007, 450: 1214-1217.
- [9] Giacomo S, Faist J, Picqué N. On-chip mid-infrared and THz frequency combs for spectroscopy [J]. *Appl Phys Lett*, 2019, 114: 150401.
- [10] Kippenberg T J, Holzwarth R, Diddams S A. Microresonator-based optical frequency combs [J]. *Science*, 2011, 332: 555-559.
- [11] Liu J, Lucas E, Raja A S, et al. Photonic microwave generation in the X- and K-band using integrated soliton microcombs [J]. *Nature Photon*, 2020, 14: 486-491.
- [12] Kippenberg T J, Gaeta A L, Lipson M, et al. Dissipative Kerr solitons in optical microresonators [J]. *Science*, 2018, 361(6402): 129-162.
- [13] Hu J, He J, Liu J, et al. Reconfigurable radiofrequency filters based on versatile soliton microcombs [J]. *Nature Communication*, 2020, 11: 4377.
- [14] Riemensberger J, Lukashchuk A, Karpov M, et al. Massively parallel coherent laser ranging using a soliton microcomb [J]. *Nature*, 2020, 581(7807): 164-170.
- [15] Chembo Y K. Kerr optical frequency combs: Theory, applications and perspectives [J]. *Nanophoton*, 2016, 5(2): 214-230.
- [16] Zheng Y Z, Sun C Z, Xiong B, et al. Integrated gallium nitride nonlinear photonics [J]. *Laser & Photon Rev*, 2021, 16(1): 2100071.
- [17] Xue X X, Zheng X P, Zhou B K. Super-efficient temporal solitons in mutually coupled optical cavities [J]. *Nature Photon*, 2019, 13: 616-622.
- [18] Lu Z Z, Chen H J, Wang W Q, et al. Synthesized soliton crystals [J]. *Nature Communication*, 2021, 12: 3179.
- [19] Zhang X Y, Cao Q T, Zhuo W, et al. Symmetry-breaking-induced nonlinear optics at a microcavity surface. [J]. *Nature Photon*, 2019, 13: 21-24.
- [20] Hu Y, Ding S L, Qin Y C, et al. Generation of optical frequency comb via giant optomechanical oscillation [J]. *Phys Rev Lett*, 2021, 127: 134301.