

基于等离子体增强化学气相沉积技术的光电子器件 多层抗反膜的设计和制作*

袁 贺 孙长征[†] 徐建明 武 庆 熊 兵 罗 毅

(清华大学电子工程系, 清华信息科学与技术国家实验室, 集成光电子学国家重点实验室, 北京 100084)

(2009 年 8 月 26 日收到; 2010 年 2 月 3 日收到修改稿)

针对光电子器件端面抗反镀膜的要求, 研究了基于等离子体增强化学气相沉积 (PECVD) 技术的多层抗反膜的设计和制作. 首先, 对影响 SiN_x 折射率的因素进行了实验研究, 确定了具有大折射率差的 $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ 材料的 PECVD 沉积条件. 根据理论计算分析, 设计了四层 $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ 抗反膜结构, 能够在 70 nm 的波长范围内实现低于 10^{-4} 的反射率, 并且当单层膜厚度变化在 ± 5 nm 以内时, 中心波长 1550 nm 处的反射率低于 5×10^{-4} . 根据计算结果, 在 F-P 激光器端面进行了 $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ 多层抗反镀膜的制作. 对输出光功率谱的测试分析表明, 在 1535—1565 nm 范围内的残余反射率达到了 10^{-4} 量级.

关键词: 抗反膜, 等离子体增强化学气相沉积, 二氧化硅/氮化硅多层膜

PACC: 6150C, 6855, 7865K

1. 引 言

抗反膜技术在光电子器件中有着广泛的应用. 例如, 在半导体光放大器 (SOA) 中, 需要采用反射率为 10^{-4} 量级抗反镀膜以有效抑制 F-P 模式^[1]. 在分布反馈式 (DFB) 半导体激光器与电吸收 (EA) 调制器集成器件中, 需要在 EA 调制器端面制作反射率达到 10^{-4} 量级的抗反镀膜以消除端面的光反馈, 抑制半导体激光器的张弛震荡, 从而获得平坦的调制响应^[2]. 应用于光电子器件中的抗反镀膜可以分为单层膜结构和多层膜结构. 其中, 单层抗反膜结构简单, 制作容易, 但是必须同时精确控制薄膜的折射率与厚度才能够达到理想的抗反效果, 所以实际制作的重复性较差^[3,4]. 相对于单层膜而言, 多层膜结构具有比较强的鲁棒性, 能够在较大的带宽范围内实现良好的抗反特性.

本文针对半导体光放大器、集成光源等光电子器件对大带宽、高可重复性抗反镀膜的要求, 采用基于等离子体增强化学气相沉积 (PECVD) 的 $\text{SiO}_2/$

SiN_x 薄膜进行多层抗反镀膜的设计与制作研究. 首先对影响 SiN_x 材料折射率的因素进行了实验研究, 确定了适合于多层抗反膜制作的大折射率差 $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ 材料的沉积条件. 根据材料的折射率性质, 通过理论计算对四层膜 $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ 抗反镀膜的结构参数进行了优化设计. 在此基础上, 对 F-P 激光器端面进行了多层抗反膜的实际制作, 并采用调制指数法确定其反射率达到 10^{-4} 量级.

2. 实验条件研究

PECVD 具有反应气体简单、灵活性高、沉积温度较低、沉积速率快等特点^[5,6], 是进行 SiO_2 及 SiN_x 等薄膜材料制备的重要技术手段. 在本研究中, 我们采用 PECVD 沉积的 $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ 材料进行多层膜制作. 与传统的电子束蒸发工艺相比, 采用 PECVD 进行抗反镀膜的制作, 具有工艺简单的优势.

为提高多层膜的抗反效果, 要求使用的两种材料具有较大的折射率差^[7]. PECVD 沉积得到的 SiO_2 薄膜的折射率一般为 1.425 左右, 其数值比较稳定,

* 国家自然科学基金 (批准号: 60536020, 60723002, 50706022, 60977022) 和国家重点基础研究发展计划 (批准号: 2006CB302800, 2006CB921106) 资助的课题.

[†] 通讯联系人. E-mail: czsun@tsinghua.edu.cn

受沉积条件的影响较小. 另一方面, PECVD 沉积得到的 SiN_x 有一定程度的氢化现象, 其折射率受沉积条件的影响较大^[8]. 为了获得具有较大折射率差的 $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ 材料, 我们对影响 SiN_x 材料光学特性的沉积条件进行了系统的实验研究.

在实验中, 我们采用 Oxford Instruments 公司的 Plasmalab 80plus 型 PECVD 设备, 使用稀释的 SiH_4 气体 (SiH_4 与 N_2 的比例为 5% : 95%) 与 NH_3 气体作为反应气在 InP 衬底上进行 SiN_x 薄膜的沉积, 并利用 Sopra 公司的 GES5 型椭圆偏振光谱仪对沉积薄膜的折射率及厚度进行测量拟合. 椭圆偏振测量技术是一种光学无损检测方法, 不但能够测量薄膜材料的厚度, 还能够得到折射率及消光系数随波长的变化规律. 在实验中, 我们将折射率测量的中心波长选取为光纤通信常用的 1550 nm 波段.

根据已有的文献报道^[9] 及我们的实验研究结果, 在反应气体流量比、射频功率、腔内压强、沉积温度等诸多沉积条件中, SiH_4/NH_3 流量比及 SiH_4 的流量是影响 SiN_x 薄膜折射率的最直接也是最显著的因素. 同时, 射频功率对 SiN_x 薄膜的沉积速率具有较大的影响.

图 1 所示为 SiN_x 薄膜折射率及沉积速率随 SiH_4/NH_3 流量比的变化趋势. 实验中, 其他沉积条件维持不变, 射频功率为 15 W, 腔内气压为 106.5 Pa, 温度为 250 °C. 从图 1 中可以看出, 随着 SiH_4/NH_3 流量比的增大, SiN_x 薄膜的折射率增加, 沉积速率加快. 而在流量比一定的情况下, 薄膜的折射率和沉积速率会随 SiH_4 流量的增大而提高. 但是在实验中发现, 如果 SiH_4 的流量过大, 反应过程中会出现粉尘, 影响 SiN_x 薄膜的沉积质量.

我们进一步采用电子探针能谱仪 (EDS) 对以上薄膜样品进行了成分分析, 发现 SiN_x 薄膜的折射率随其 Si 含量的提高而增大. 由于 SiH_4/NH_3 流量比及 SiH_4 流量的改变均会直接影响 SiN_x 薄膜中的 Si 含量, 因此它们是决定沉积薄膜折射率的关键因素.

图 2 所示为射频功率对 SiN_x 薄膜的折射率及沉积速率的影响. 实验中其他沉积条件保持不变, SiH_4/NH_3 流量比为 90 sccm/10 sccm (1 sccm = 1 mL/min), 腔内压强为 106.5 Pa, 温度为 250 °C. 可以看出, 射频功率对 SiN_x 的沉积速率影响较大, 沉积速率随射频功率增加. 另一方面, 射频功率对薄膜折射率的影响相对较小.

综合考虑沉积参数对 SiN_x 折射率、沉积速率、

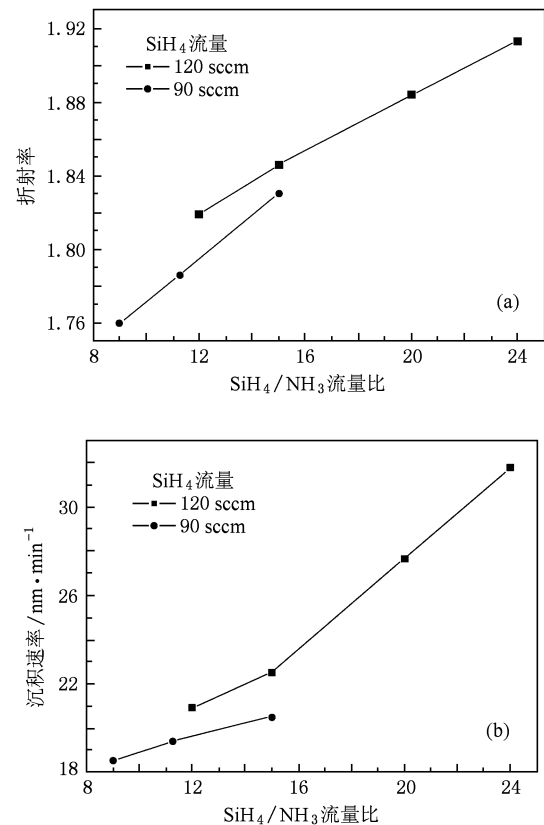


图 1 氮化硅折射率和沉积速率随气体流量比的变化曲线 (1 sccm = 1 mL/min) (a) 折射率, (b) 沉积速率

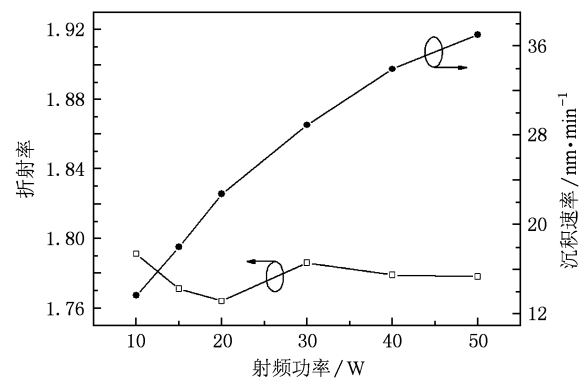


图 2 氮化硅折射率及沉积速率随射频功率的变化曲线

薄膜沉积质量的影响, 我们选择在 SiH_4 流量为 120 sccm, SiH_4/NH_3 流量比为 24, 射频功率为 15 W, 沉积温度为 250 °C, 腔内压强为 106.5 Pa 的条件下进行沉积, 得到的 SiN_x 薄膜的沉积速率为 0.53 nm/s, 折射率为 1.920. 另一方面, SiO_2 薄膜的沉积参数选择如下: 气体流量 $\text{N}_2\text{O}/\text{SiH}_4 = 355 \text{ sccm} : 85 \text{ sccm}$, 射频功率为 20 W, 沉积温度为 250 °C, 工作压强为 133.32 Pa, 得到的 SiO_2 薄膜沉积速率为 1.1 nm/s,

折射率 1.425. 可以看出,在以上沉积条件下得到的 SiN_x 薄膜与 SiO₂ 薄膜具有较大的折射率差.

在镀膜过程中,薄膜沉积速率的稳定性对于薄膜厚度的控制精度有重要影响. 为了研究 SiN_x 薄膜沉积速率的稳定性,我们按照上述实验条件分别沉积了 590,595,600,605 和 610 s. 图 3 为测量得到的 SiN_x 薄膜的沉积厚度及其线性拟合结果. 可以看出,短时间间隔内(5 s)的沉积速率能够保持较高的稳定性,与长时间沉积的平均速率相一致. 同时,对 SiO₂ 薄膜的沉积实验也得到了类似的结果. 因此,在实验中可以通过精确控制沉积时间将 SiN_x 或 SiO₂ 薄膜的沉积厚度误差控制在 ± 5 nm 以内.

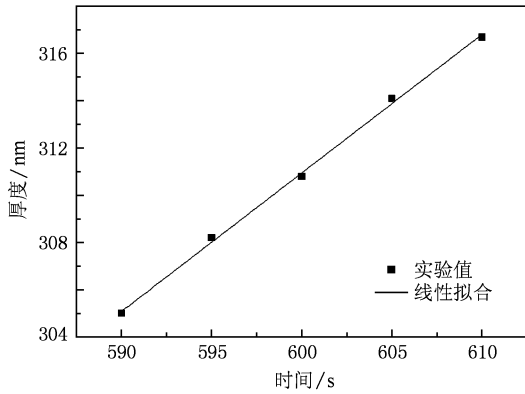


图 3 短时间间隔的 SiN_x 沉积速率稳定性

3. 多层膜设计

根据我们的计算分析,基于以上实验得到的 SiO₂/SiN_x 材料,无法通过采用两层或三层结构实现具有足够带宽及鲁棒性的抗反膜. 因此,我们选择四层抗反膜,其结构如图 4 所示.

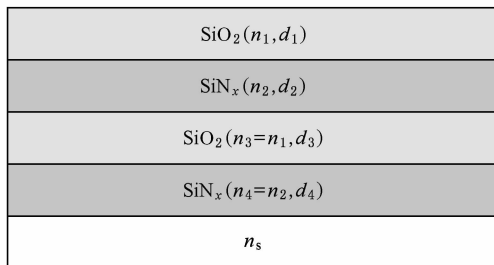


图 4 四层抗反膜结构图

多层膜的反射率 R 可以根据薄膜系统的光学导纳进行计算^[10]:

$$R = \left| \frac{Y - n_0}{Y + n_0} \right|^2, \quad (1)$$

其中, n_0 为空气的折射率, Y 为由以下公式给出的薄膜系统光学导纳:

$$Y = C/B, \quad (2)$$

$$\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = \left(\prod_{r=1}^N \begin{bmatrix} \cos\delta_r & (i\sin\delta_r)/n_r \\ in_r\sin\delta_r & \cos\delta_r \end{bmatrix} \right) \begin{bmatrix} 1 \\ n_s \end{bmatrix}, \quad (3)$$

在以上公式中, $\delta_r = 2\pi n_r d_r / \lambda$. 这里, λ 为光波波长, n_r 和 d_r 分别为第 r 层薄膜的折射率和厚度.

对于单层膜而言,抗反特性最佳的薄膜厚度为 $\lambda_0/4n$,对于多层膜,为了进行充分的比较分析,需要选取一个比较大的范围进行计算. 为此,我们选取各层膜的厚度范围为 $0 - 0.5\lambda_0$,并定义各层膜的厚度为

$$d_r = m_r \times 0.5\lambda_0 \quad (0 < m_r \leq 1). \quad (4)$$

同时,为了保证多层薄膜系统具有足够的抗反特性,要求光学导纳 Y 满足以下条件:

$$\begin{aligned} |\operatorname{Re}(Y - n_0)| &\leq \Delta, \\ |\operatorname{Im}(Y - n_0)| &\leq \Delta, \end{aligned} \quad (5)$$

其中, Δ 为失谐系数. 在我们的计算中,取 $\Delta = 0.01$ ^[10].

确定各层膜厚参数 m_r 的计算流程图如图 5 所示.

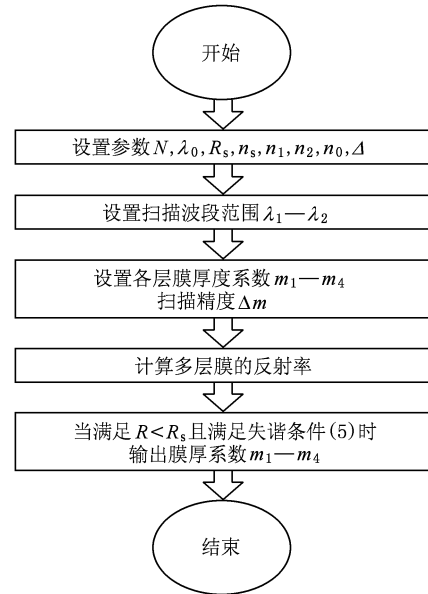


图 5 确定多层膜膜厚参数的计算流程图

以半导体激光器的端面抗反镀膜为例,我们根据表 1 中设定的各个计算参数值对多层膜的抗反特性进行了计算仿真,得到如表 2 所示五组满足反射

率要求的膜层结构参数,相应的多层抗反膜的反射率曲线如图 6(a)所示.可以看出,得到的几组膜厚值能够在较宽的波长范围内实现低于 10^{-4} 的反射率.

表 1 多层膜仿真计算参数

参数	描述	数值
N	膜层数	4
λ_0	中心波长	1550 nm(半导体激光器输出波长)
n_s	基底有效折射率	3.215(InGaAsP 半导体激光器的有效折射率)
n_1	SiO ₂ 折射率	1.425
n_2	SiN _x 折射率	1.920
n_0	媒质(空气)折射率	1
R_s	需要达到的最大反射率	10^{-4}
Δ	失谐系数	0.01

为提高计算效率,膜厚参数 m_i 的扫描精度设定为 $\Delta m = 0.01$,由此得到的反射率曲线的中心波长

与设定的中心波长 1550 nm 有所偏离. 设 λ_s 为计算得到的反射率曲线的中心波长,而 $\lambda_0 = 1550$ nm 为要应用的中心波长,通过引入因子

$$k = \frac{\lambda_0}{\lambda_s}, \quad (6)$$

将膜厚系数 m_i 调整为 $m'_i = km_i$,即可将多层薄膜反射率曲线的中心波长调整至 λ_0 . 将表 2 所示的各组数据,根据(6)式进行中心波长重置,得到的反射率曲线如图 6(b)所示. 经过调整,中心波长 1550 nm 处的反射率达到最优,且能够在 70 nm 的波长范围内保证低于 10^{-4} 的反射率.

我们对调整后的膜厚参数进行了鲁棒性分析,发现单层膜厚度变化在 ± 5 nm 以内时,中心波长 1550 nm 处的反射率均能保持低于 5×10^{-4} . 根据我们对 SiN_x 及 SiO₂ 薄膜沉积速率稳定性的实验分析结果,采用 PECVD 进行多层抗反膜的沉积制作具有足够的可控性,能够很好地控制薄膜厚度以满足我们的应用要求.

表 2 满足反射率及失谐要求的各层膜的厚度系数

组号	中心波长调整前				中心波长调整后			
	m_1	m_2	m_3	m_4	m'_1	m'_2	m'_3	m'_4
#1	0.33	0.83	0.37	0.25	0.331	0.833	0.371	0.251
#2	0.33	0.84	0.31	0.27	0.329	0.837	0.309	0.269
#3	0.34	0.83	0.29	0.28	0.339	0.828	0.289	0.279
#4	0.37	0.72	0.39	0.25	0.370	0.721	0.390	0.250
#5	0.37	0.76	0.31	0.28	0.371	0.761	0.311	0.280

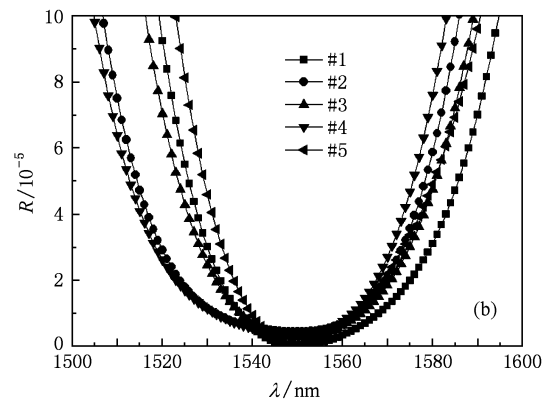
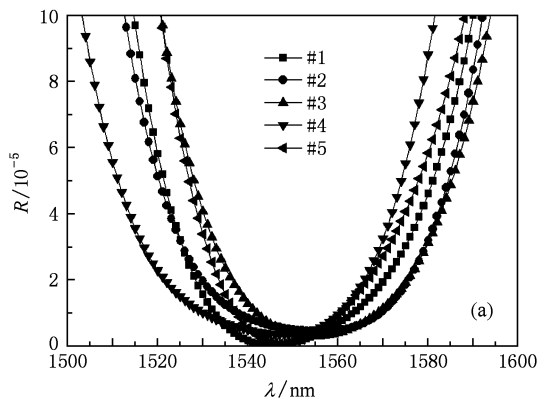


图 6 计算得到的各组数据对应的反射率 (a)中心波长调整前,(b)中心波长调整后

4. 抗反镀膜特性评测

为了验证计算结果,我们选取表 2 中的第一组数据对 F-P 半导体激光器的端面进行了抗反镀膜实

验. 根据各层膜厚度参数 m'_i 计算出实际膜厚,并依据 SiO₂ 及 SiN_x 薄膜的沉积速率控制 PECVD 的沉积时间,将 SiO₂/SiN_x 多层膜沉积到 F-P 半导体激光器的端面上.

采用 Kaminow 等^[11]提出的调制指数法对 F-P

激光器端面多层抗反膜的反射率进行了测量. 图 7 所示为镀膜前后 F-P 激光器在相同的注入电流下的自发辐射光谱.

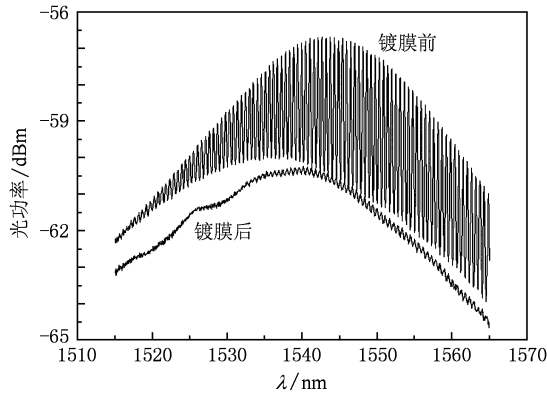


图 7 F-P 激光器镀膜前后的自发辐射谱

定义调制指数为

$$m = \frac{P_{\max} - P_{\min}}{P_{\max} + P_{\min}}, \quad (7)$$

其中 P_{\max} , P_{\min} 分别为自发辐射谱的峰值和谷值. 调制指数 m 与半导体激光器环路增益因子 a 的关系为

$$m = \frac{2|a|}{1 + |a|^2}. \quad (8)$$

通过测量镀膜前后同一电流下的自发辐射光谱, 可以得到镀膜前后的环路增益因子 a 及 a' , 而根据 F-P 激光器的增益特性则可以得到

$$\frac{|a|^2}{|a'|^2} = \frac{R_2}{R_2'}, \quad (9)$$

其中 R_2 与 R_2' 分别为镀膜前后的激光器端面反射率. 镀膜前 F-P 激光器端面的反射率约为 0.3, 由此得到多层抗反镀膜在 1550 nm 处的反射率为 5.7×10^{-4} .

我们根据测得到的 F-P 激光器镀膜前后的自发辐射光谱计算了四层抗反膜在各个波长的反射率, 如图 8 所示. 从图中可以看出, 在所测量的 1535—1565 nm 范围内, 四层抗反膜的反射率均保持在 10^{-4} 量级.

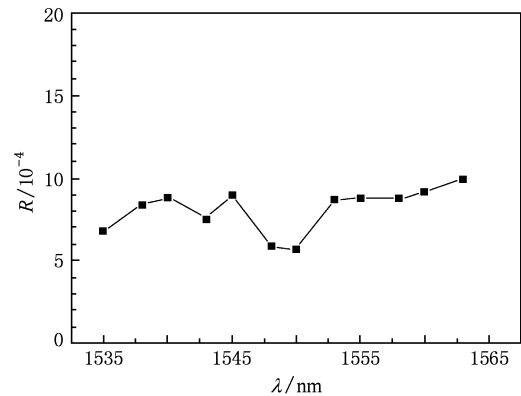


图 8 根据光谱计算四层抗反膜的反射率

由于实验中采用的 PECVD 设备不能对薄膜沉积厚度进行实时监测, 因此各膜层的实际厚度与设计值之间可能存在一定误差. 为了进一步改善抗反镀膜的特性, 可以优化沉积条件以加大 SiN_x 与 SiO_2 材料的折射率差, 从而改善多层膜制作的鲁棒性. 在半导体光放大器或集成光源管芯制作中, 达到 10^{-4} 量级的反射率已经能够满足应用要求. 实验结果表明, 基于 PECVD 沉积 $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ 多层抗反膜的方案完全可以应用于这些光电子器件的制作.

5. 结 论

本文提出一种基于 PECVD 沉积 $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ 多层膜的抗反镀膜制作技术. 通过分析影响 SiN_x 薄膜折射率及沉积速率的各种因素, 确定了能够获得大折射率差 $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ 多层薄膜材料的沉积条件. 根据理论计算, 设计了基于 PECVD 沉积 $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ 薄膜的四层抗反膜结构, 能够在以 1550 nm 为中心波长附近较大波长范围内实现 $< 10^{-4}$ 的反射率. 在此基础上, 多次对 F-P 激光器端面进行了 $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ 多层抗反镀膜, 并通过对镀膜前后自发辐射光谱的测量, 确认在 1535—1565 nm 波段内多层膜的反射率均达到了 10^{-4} 量级. 本文提出的基于 PECVD 沉积 $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ 多层抗反镀膜技术具有工艺简单、稳定性和可重复性好的特点, 能够满足半导体光电子器件制作的需要.

[1] Mukai T, Yamamoto Y 1981 *IEEE J. Quantum. Elect.* **QE-17** 1028

[2] Sun C Z, Xiong B, Wang J, Cai P F, Xu J M, Huang J, Yuan H, Zhou Q W, Luo Y 2008 *J. Lightwave Technol.* **26** 1464

- [3] Saitoh T, Mukai T, Mikami O 1985 *J. Lightwave Technol.* **LT-3** 288
- [4] Eisenstein G 1984 *Bell Syst. Tech. J.* **63** 357
- [5] Ji A L, Ma L B, Liu C, Wang Y Q 2004 *Acta Phys. Sin.* **53** 3818 (in Chinese) [纪爱玲、马利波、刘 诚、王永谦 2004 物理学报 **53** 3818]
- [6] Wang Y Y, Guan X D, Ma J R 1991 *Basic Technology of Integrated Circuit* (Beijing: Higher Education Press) p253 (in Chinese) [王阳元、关旭东、马俊如 1991 集成电路工艺基础 (北京: 高等教育出版社) 第 253 页]
- [7] Braun D M, Jungerman R L 1995 *Opt. Lett.* **20** 1154
- [8] Yu W, Liu L H, Hou H H, Ding X C, Han L, Fu G S 2003 *Acta Phys. Sin.* **52** 687 (in Chinese) [于 威、刘丽辉、侯海虹、丁学成、韩 理、傅广生 2003 物理学报 **52** 687]
- [9] Wu Q X, Chen G H, Yu Y, Luo Z Z 2007 *J. Funct. Mater.* **5** 703 [吴清鑫、陈光红、于 映、罗仲梓 2007 功能材料 **5** 703]
- [10] Lee J, Tanaka T, Sasaki S, Uchiyama S, Tsuchiya M, Kamiya T 1998 *J. Lightwave Technol.* **16** 884
- [11] Kaminow I P, Eisenstein G, Stulz L W 1983 *IEEE J. Quantum Electron.* **QE-19** 493

Design and fabrication of multilayer antireflection coating for optoelectronic devices by plasma enhanced chemical vapor deposition *

Yuan He Sun Chang-Zheng[†] Xu Jian-Ming Wu Qing Xiong Bing Luo Yi

(State Key Laboratory of Integrated Optoelectronics, Tsinghua National Laboratory for Information Science and Technology, Department of Electronic Engineering, Tsinghua University, Beijing 100084, China)

(Received 26 August 2009; revised manuscript received 3 February 2010)

Abstract

The design and fabrication of multilayer antireflection (AR) coating based on plasma enhanced chemical vapor deposition (PECVD) is studied for its applications in optoelectronic devices. Deposition conditions for obtaining SiO₂/SiN_x thin films with large refractive index difference is determined through systematic study of factors influencing the refractive index of deposited SiN_x. Four-layer SiO₂/SiN_x AR coating is designed to exhibit a reflectivity of less than 10⁻⁴ over 70 nm bandwidth. Reflectivity of the thin film structure at the center wavelength of 1550 nm remains less than 5 × 10⁻⁴ when the thickness deviation of any single layer is within ±5 nm from the designed value. Based on the simulation results, SiO₂/SiN_x multilayer AR coating is deposited on the end facet of a Fabry-Perot laser. By analyzing the output spectra of the laser, the residual reflectivity of the AR coating is determined to be on the order of 10⁻⁴ over the wavelength range of 1535—1565 nm.

Keywords: antireflection (AR) coating, plasma enhanced chemical vapor deposition, SiO₂/SiN_x multilayer thin film

PACC: 6150C, 6855, 7865K

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 60536020, 60723002, 50706022, 60977022) and the National Basic Research Program of China (Grant Nos. 2006CB302800, 2006CB921106).

[†] Corresponding author. E-mail: czsun@tsinghua.edu.cn