

文章编号: 1001-9014(2005)05-0390-04

# 硅基 SiO<sub>2</sub> 平面光波导中硼磷硅玻璃覆盖层的制备和研究

陈思乡<sup>1</sup>, 江征风<sup>1</sup>, 胡业发<sup>1</sup>, 刘文<sup>2</sup>

(1. 武汉理工大学机电工程学院, 湖北 武汉 430070; 2. 武汉邮电科学研究院, 湖北 武汉 430074)

**摘要:** 利用等离子体增强化学气相沉积方法, 在 SiH<sub>4</sub>/N<sub>2</sub>O 反应气体中掺入 PH<sub>3</sub> 和 B<sub>2</sub>H<sub>6</sub>, 制备了用于硅基 SiO<sub>2</sub> 平面光波导的硼磷硅玻璃覆盖层. 分析了磷掺杂和硼掺杂对折射率的影响, 提出了选择掺杂气体流量匹配折射率的方法. 研究了退火温度和气氛对膜层性能的影响, 高温退火使膜层的折射率趋于稳定, 对光的吸收损耗减小; 采用氧气退火可以抑制和消除氮气退火时膜层中出现的不透明的微晶粒, 改善膜层质量. 采用多步沉积退火方法, 消除了台阶覆盖中出现的空洞和气泡, 得到了台阶的覆盖性和覆盖平坦度都较好的硼磷硅玻璃膜层.

**关键词:** 平面光波导; 硼磷硅玻璃; 等离子体增强化学气相沉积; 台阶覆盖

中图分类号: TN713 文献标识码: A

## PECVD DEPOSITION OF BOROPHOSPHOSILICATE GLASS USED FOR SILICA-BASED PLANAR LIGHTWAVE CIRCUITS

CHEN Si-Xiang<sup>1</sup>, JIANG Zheng-Feng<sup>1</sup>, HU Ye-Fa<sup>1</sup>, LIU Wen<sup>2</sup>

(1. School of Electromechanics Engineering, Wuhan University of Technology, Wuhan 430070, China;

2. Wuhan Research Institute of Posts and Telecommunications, Wuhan 430074, China)

**Abstract:** The borophosphosilicate glass (BPSG) layers as the filling coatings to silica-based planar lightwave circuits were obtained by using plasma enhanced chemical vapor deposition with SiH<sub>4</sub>/N<sub>2</sub>O and PH<sub>3</sub>, B<sub>2</sub>H<sub>6</sub>. The influence of dopants on refractive index of BPSG layers was discussed and the methods related the refractive index of BPSG layers to PH<sub>3</sub> and B<sub>2</sub>H<sub>6</sub> gases flows were suggested. The annealing effects of BPSG layers were studied on its optical features and surface map at different annealing conditions. By using multiple deposition followed by annealing, the perfect BPSG layers, which are without void and gap and with fine smoothness, were fabricated.

**Key words:** PLC; BPSG; PECVD; Step Coverage

### 引言

平面光波导器件已成功地在 Si 基 SiO<sub>2</sub>、纯 Si、聚合物、InP 等材料上实现集成. 平面波导集成工艺愈来愈成熟, 基于 Si 基 SiO<sub>2</sub>、纯 Si 等材料的光波导器件已开始商用, 相对而言, Si 基 SiO<sub>2</sub> 波导是目前研究得较多较为成熟的技术平台, Si 基 SiO<sub>2</sub> 波导技术在光器件制作上有很多优点<sup>[1-3]</sup>. 1. 商用硅片已在半导体工业中广泛应用, 它表面平整、光滑, 而且面积大, 成本低. 2. SiO<sub>2</sub> 已被广泛应用于光纤的制造中, 其性能稳定, 折射率能精确控制, 并且在光通信波段, 具有极高的透光性, 其内在的传输损耗极低. 3. SiO<sub>2</sub> 波导能完全由现有商用设备来完成, 其工艺过程和微电子制造工艺相一致, 因而制造成本

低. 4. 由于光纤也由二氧化硅制成, 因此二氧化硅波导和光纤能够实现很好的折射率匹配, 减小连接界面的光反射损失; 波导和光纤之间的热膨胀系数相匹配, 因而可以共融粘合在一起. 而且可利用成熟的半导体工艺设备, 实现有源器件与无源器件的混合集成等.

硅基片上光波导为具有缓冲层(或称下包层), 芯层和上包层的 3 层结构. 对于覆盖于芯层的上包层, 采用 PECVD 沉积方法, 其关键技术是在保证与缓冲层折射率值相匹配并具有相当厚度的条件下, 具有对芯层的很好的平坦覆盖作用, 特别是具有后续工序如电镀电极的光波导. 由于芯层已被刻蚀出光波导设计要求的图形, 表面具有台阶和沟槽, 因此为了达到紧密的包裹效果, 在沉积过程中引入磷掺

收稿日期: 2004-12-18, 修回日期: 2005-06-15

基金项目: 国家 863 计划光电子材料与器件主题项目(2001AA312020)

作者简介: 陈思乡(1963-), 男, 湖北监利人, 武汉理工大学, 副教授, 博士, 现从事微小光学和光纤传感器的研究工作.

Received date: 2004-12-18, revised date: 2005-06-15

杂,降低其软化温度,增加流动性,但是磷掺杂会使折射率降低,因此为补偿这一现象还需进行硼掺杂,达到折射率平衡,而将含有 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 和 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的 SiO<sub>2</sub> 玻璃称为 BPSG (Borophosphosilicate glass). BPSG 进行退火时,可以使上包层的流动性更好,覆盖更加紧密,表面更加平滑.

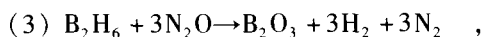
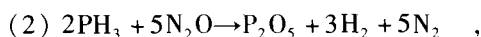
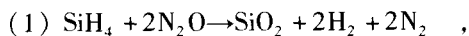
## 1 实验方法

膜层的沉积是在英国 STS 公司具有平行板电极结构的 Multi-PECVD 设备上进行的. 电极直径为 300mm, 产生等离子体的激励频率为 380kHz, 电极高度为约 30mm, 反应气体为 SiH<sub>4</sub>/N<sub>2</sub>O 主反应气体和氢或氮稀释的 GeH<sub>4</sub>、B<sub>2</sub>H<sub>6</sub>、PH<sub>3</sub> 等掺杂气体, 采用 SiH<sub>4</sub>/N<sub>2</sub>O 气体组合, 沉积纯 SiO<sub>2</sub> 层, 加入 B<sub>2</sub>H<sub>6</sub>、PH<sub>3</sub> 等气体沉积上包层. 在该 PECVD 系统中, 采用 SiH<sub>4</sub>/N<sub>2</sub>O 主气体体系而不采用 SiH<sub>4</sub>/O<sub>2</sub> 的缘故是因为 N<sub>2</sub>O 的激活能 (E<sub>a</sub> = 2.5 eV/molecule) 比 O<sub>2</sub> 的激活能 (E<sub>a</sub> = 6.5 eV/molecule) 低得多, N<sub>2</sub>O 的化学键比 O<sub>2</sub> 更容易断裂, 形成高的沉积速率. 衬底为单面抛光 (100) 晶向的 4" 硅片, 衬底温度为 200 ~ 400℃, 射频功率为 500 ~ 900W, 本底真空小于 0.1 mT, 反应气压为 200 mT ~ 600mT, 沉积速率 200 nm/min 以上. 大部分的性能测试是在裸硅片上沉积 BPSG 膜层进行的, 而填充特性和平坦性研究是在刻蚀了图形的基片上进行. 图形的刻蚀深度一般为大于 6μm, 图形形成采用法国 BPS Nextral 660L 反应离子刻蚀设备 (Reactive Ion Etching) 完成, 刻蚀反应气体为 CHCl<sub>3</sub>/Ar, 采用 2.45GHz 和 13.56MHz 的标准微波和射频源. 折射率和膜层厚度的测试采用美国 Metricon 2010 棱镜耦合仪.

## 2 结果与讨论

### 2.1 膜层折射率和组分

在 SiH<sub>4</sub>/N<sub>2</sub>O 主反应气体中引入 PH<sub>3</sub> 和 B<sub>2</sub>H<sub>6</sub> 掺杂的基本反应为<sup>[4,5]</sup>:



气体在进入反应室时已进行充分的混合, 因而生成的反应产物 SiO<sub>2</sub>、P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 均匀分布于膜层中, 形成折射率均匀的膜层 (在 100mm 直径范围, 膜层的折射率不均匀性小于 0.0003).

图 1 是分别进行磷掺杂和硼掺杂时膜层折射率随掺杂气体流量的关系, 可以看出, 在一定气体流量

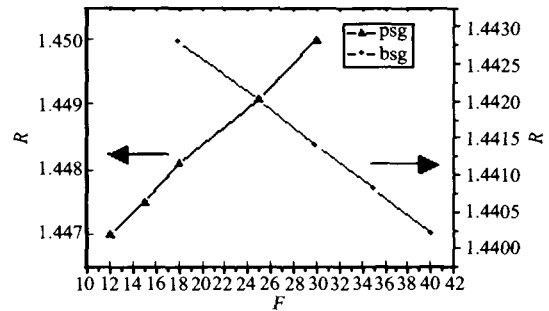


图 1 膜层折射率  $n$  与 B<sub>2</sub>H<sub>6</sub>、PH<sub>3</sub> 气体流量  $F$  的关系曲线  
Fig. 1 Refractive index of the layer VS gases flow of diborane of PH<sub>3</sub> or B<sub>2</sub>H<sub>6</sub>

范围内, 膜层折射率随着掺杂气体流量变化基本呈线性关系, 对于磷掺杂折射率单调增加, 而对于硼掺杂折射率单调减少. 在磷硼掺杂同时存在时, 膜层折射率可以认为是两种掺杂效应叠加的结果, 因而通过这一实验结果可以进行折射率的匹配. 即选择磷烷 (硼烷) 掺杂气体的流量而确定另一掺杂气体硼烷 (磷烷) 的气体流量, 使沉积的 BPSG 膜层的折射率与光波导下包层 (纯氧化膜) 的折射率相一致或相接近. 如选择磷烷的流量分别为 12sccm、16sccm 和 20sccm 时, 根据实验曲线确定的硼烷流量相应为 16sccm、22sccm 和 27sccm, 得到的 3 种 BPSG 膜层的折射率分别为 1.4452, 1.4448, 1.4450, 都与热氧化光波导下包层的折射率 1.4450 符合的相当好, 测试波长为 1546nm.

图 2 是对 PH<sub>3</sub>/B<sub>2</sub>H<sub>6</sub> 流量为 16sccm/22sccm 的样品进行组分测试的 XPS 能谱, 分析仪器为 KRATOS XSAM800, 以沾污碳 C1s = 284.8 eV 为能量参考, 得到磷硼掺杂原子的含量分别为 P = 2.1 at%, B = 6.2 at%. 这与采用气体流量简当估算的结果相一致.

### 2.2 退火处理

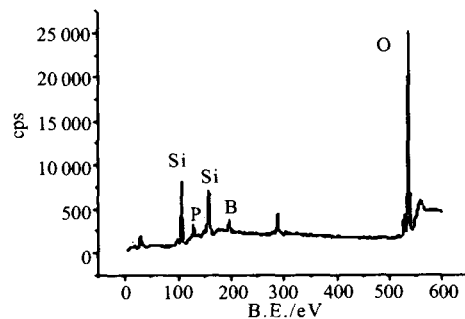


图 2 BPSG 膜层的 XPS 谱  
Fig. 2 A typical XPS spectrum of the BPSG layer

和热氧化生长的  $\text{SiO}_2$  膜层相比, PECVD 沉积的氧化物膜层是多孔的和疏松的, 膜层中具有针孔和 Si-H、Si-OH、Si-N、N-H 等大的陷阱态密度, 因而必须进行退火处理, 使膜层致密化并消除膜层中的这些不期望的化学键, 并使波导膜层对光的吸收损耗达到最小。

图 3 是 BPSG 膜层的折射率随退火温度变化的情况, 可以看出 BPSG 膜层的折射率在退火温度达到  $800^\circ\text{C}$  时基本趋于稳定, 退火温度进一步增加折射率不再发生变化, 和沉积的纯  $\text{SiO}_2$  膜层相比, 尽管在  $800^\circ\text{C}$  左右折射率有一个较大的减小, 但直到  $1100^\circ\text{C}$  膜层折射率才趋于稳定. 一般认为  $800^\circ\text{C}$  附近折射率的减小是 -OH 键断裂消失所致, 而 Si-H、N-H 键的断裂消失需要约  $1100^\circ\text{C}$  的退火温度。

退火气氛对 BPSG 的退火具有非常重要的影响, 实验中研究了  $\text{N}_2$  和  $\text{O}_2$  两种退火气氛. 当 BPSG 样品在  $\text{N}_2$  中退火时, 对于掺杂浓度确定的样品当退火温度高于某一值时, 样品的表面会出现一种灰白色的不透明的颗粒; 如果退火温度不变而样品的掺杂浓度超过一定值时, 样品的表面也会出现这种灰白色的不透明的颗粒. 膜层的掺杂浓度越大, 出现不透明颗粒的退火温度越低; 掺杂浓度越小, 出现不透明颗粒的退火温度越高. 图 4 是在  $\text{N}_2$  中  $950^\circ\text{C}$  退火时 3 种不同浓度的掺杂样品 (A、B、C) 表面的显微照片. 3 种样品的掺杂气体  $\text{PH}_3/\text{B}_2\text{H}_6$  流量比分别为 A: 12sccm/16sccm、B: 16sccm/20sccm、C: 22sccm/27sccm. 图 4(a) 中完全观察不到不透明颗粒的存在, 图 4(b) 中出现许多的不透明颗粒, 并且集中于样品的中央向四周扩展, 图 4(c) 中的不透明颗粒则遍布整个样品. 值得注意的是当只进行磷掺杂直到  $\text{PH}_3$  流量达到 30sccm 或只进行硼掺杂直到  $\text{B}_2\text{H}_6$  流量达到 45sccm, 沉积的膜层在相同条件下退火时,

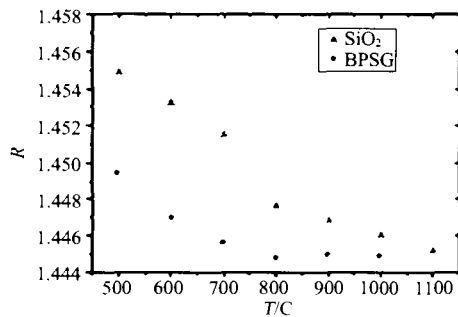


图 3 BPSG 膜层折射率  $R$  与退火温度  $T$  的关系  
Fig. 3 Refractive index  $R$  of the BPSG layer at different annealing temperature  $T$

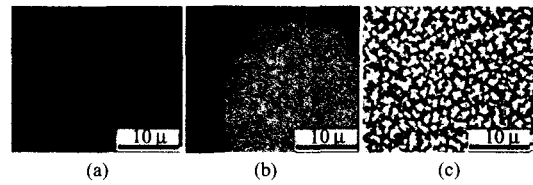
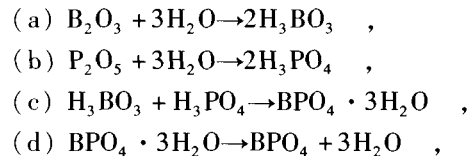


图 4  $950^\circ\text{C}$  退火温度下具有不同 B 和 P 含量的 BPSG 膜层的表面照片

Fig. 4 Particles distribution on wafer with different B and P content at annealing  $950^\circ\text{C}$

膜层表面都不会产生这种不透明的灰白色颗粒. 因此可以认为这种颗粒由磷硼共同作用产生, 属于硼磷化合物. 当退火气氛为纯  $\text{O}_2$  时, 膜层表面上述不透明的颗粒得到抑制, 对于 A、B、C 3 种样品即使退火温度达到  $1050^\circ\text{C}$ , 膜层表面也是光洁而透亮, 如图 4(a).

对于退火过程中膜层表面出现颗粒的解释, K. Ahmed 和 C. Geisert 等人[4]认为这种颗粒是  $\text{BPO}_3$  微晶粒, 其形成过程由下列反应给出.



首先 BPSG 膜层吸附水分形成硼酸和磷酸, 两者反应生成可溶性的含水的  $\text{BPO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , 在高温下去水形成难溶的不透明的  $\text{BPO}_3$  颗粒. 但是这难于解释在氧气氛下退火对颗粒形成的抑制作用. 作者认为尽管膜层表面形成的颗粒是  $\text{BPO}_3$  微晶粒, 但其形成过程应和  $\text{SiO}_2$  膜层中磷和硼的扩散有关, 一般来说硼在  $\text{SiO}_2$  中的扩散系数很低, 而且氮还可以阻碍硼扩散通道降低硼的扩散率, 而磷在  $\text{SiO}_2$  的扩散系数比硼高得多. 在  $\text{N}_2$  中退火时, 高温下大量的磷扩散到膜层表面, 与膜层表面存在的硼形成了  $\text{BPO}_3$  微晶粒; 而在  $\text{O}_2$  中退火时, 氧的存在可能阻碍了磷的外扩散. 进一步的研究正在进行之中。

### 2.3 台阶覆盖

在  $\text{SiO}_2$  膜层中掺入磷杂质或硼杂质能够显著降低膜层的熔点或软化点, 增加膜层的流动性, 掺杂浓度越大膜层软化点越低. 和大规模半导体集成电路工艺中的 BPSG 覆盖不同, 平面光波导的 BPSG 膜层除了要求具有好的回流特性、好的台阶覆盖效果和好的覆盖平坦性外, 还要求和下包层具有较好的折射率匹配, 而且要求较厚的覆盖层, 厚度约为  $15 \sim 20 \mu\text{m}$ , 以保证波导中传输的光波不会被泄漏. 填充的台阶深度较深为  $6 \mu\text{m}$  以上, 深宽比大于 6:1.

图 5 是几种情况下台阶覆盖的微观照片,退火温度均为 980℃,退火气氛为不产生微晶粒的氧气,升降温速率为 2.5℃/min,温度保持时间为 2 小时,填充的台阶深度均为 6.5μm. 图 5(a) 中膜层的掺杂量相当于 A 样品磷烷和硼烷的流量,沉积的膜层仅为 10μm,分两步沉积,即每沉积 5μm 进行退火处理. 可以看出,在台阶的边缘和拐角处存在较大的空洞,台阶的覆盖性较差,这些空洞是在膜层沉积时覆盖形成并在高温回流时保存下来的. 包层中空洞的存在会使波导中光波的损耗增大,必须加以消除. 图 5(b) 是选择适当的多步沉积退火步骤后台阶的覆盖情况,膜层的掺杂量与 A 样品磷烷和硼烷的流量相同,沉积的膜层也为 10μm,可以看到空洞已经完全得以消除,达到了对台阶的很好覆盖,台阶覆盖率大于 80%,但是在台阶上面形成了较高隆起的覆盖层,即膜层的回流性较差导致覆盖平坦性不好,很显然这是由覆盖膜层的掺杂浓度不够回流特性不好所致. 图 5(c) 是增加硼磷掺杂浓度的情况,膜层的掺杂量与 B 样品磷烷和硼烷的流量相同,采用相同的多步沉积退火步骤. 可以看出,台阶的覆盖性和覆盖平坦度都较好. 但是如果掺杂浓度太高,光波的损耗会很大,而且高浓度的磷具有强的吸潮性,因而膜层变得不稳定. 对于深宽比大于 6:1 的 AWG 图样的

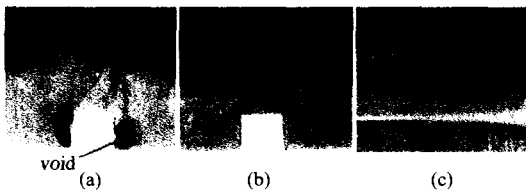


图 5 BPSG 膜层台阶覆盖的截面图形

Fig. 5 The cross section of step coverage of the BPSG layer on patterns

BPSG 覆盖,台阶仪测试结果表明,在覆盖层厚度达 20μm 时,表面的起伏基本在 1μm 范围内,能很好地满足后续工序如波导型热光开关等电极的制作. 需要说明的是图 5(a) 和图 5(b) 中被覆盖的台阶为硅台阶,而图 5(c) 中的台阶为实际的波导芯层即掺锗的 SiO<sub>2</sub> 膜层,由于芯层和包层的折射率相差较小,因此照片中芯层图形较为模糊.

### 3 结论

利用 PECVD 在 SiO<sub>2</sub> 膜层中掺入硼磷杂质的方法,进行了平面光波导的 BPSG 覆盖层的制作,采用多步沉积退火工艺并选择适当的掺杂浓度,获得了台阶覆盖率和平坦性都较好的覆盖效果. 采用这种覆盖工艺制备的直波导的插入损耗在 1550nm 波长小于 0.1dB/cm,制作的 100GHz 通道间隔的 AWG 型 DWDM 芯片,特性指标较好,达到了实用化水平.

### REFERENCES

- [1] Li Y P, Henry C H. Silica-based optical integrated circuits, [J] *IEEE. Proc. J. Optoelectron.*, 1998, **143**(5): 263—280.
- [2] Kawachi M. Silica waveguides on silicon and their application to integrated-optic components [J]. *Opt. Quantum Electron.*, 1990, **22**: 391—416.
- [3] CHEN Da-Yu, ZHANG Rong-Jun, ZHU Wei-Dan, et al. Study of 100GHz narrow bandpass dwdm filters in the fiber optical communication[J]. *J. Infrared Millim. Waves* ( 谡达字, 张荣君, 朱伟丹, 等. 光通信 DWDM 系统的 100GHz 窄带滤波器设计和研制. *红外与毫米波学报*) 2003, **22**(1): 86—88.
- [4] Hsieh S W, Chang C Y, Hsu S C. Characteristics of low-temperature and low-energy plasma-enhanced chemical vapor deposited SiO<sub>2</sub> [J]. *J. Appl. Phys.* 1993, **74** (4): 2638—2648.
- [5] Ahmed K, Geisert C. Borophosphosilicate glass crystal induction and suppression [J]. *J. Vac. Sci. Technol. A*, 1992, **10**(2): 313—315.