

文章编号: 1001-3806(2005)04-0440-03

## 中频溅射技术制备镱铒共掺 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 光波导

宋 琦, 宋昌烈\*, 高景生, 李成仁, 李淑凤, 李建勇, 李国卿  
(大连理工大学 物理系, 大连 116024)

摘要: 在硅单晶(100)衬底上用热氧化法氧化一层  $\text{SiO}_2$  做缓冲层, 在高纯铝靶上镶嵌金属 Yb、Er 然后用中频磁控溅射法制备了镱铒共掺杂氧化铝薄膜。讨论了靶电压及沉积速率随氧流量的变化的磁滞回线效应, 分析得出了沉积氧化物薄膜的最佳氧流量。在室温下检测到了薄膜的位于 1535nm 的很强的光致发光光谱(PL), 并在光学掩模下用  $\text{BCl}_3$  离子束对薄膜样品进行刻蚀, 得到条形光波导。

关键词: 中频溅射; 镱铒共掺; 光致发光光谱; 光波导

中图分类号: TN252 文献标识码: A

### $\text{Yb}^{3+}/\text{Er}^{3+}$ co-doped $\text{Al}_2\text{O}_3$ optical waveguide fabricated by middle frequency sputter

SONG Qi, SONG Chang-li\*, GAO Jing-sheng, LI Cheng-ren, LI Shu-feng, LI Jian-yong, LI Guo-qing

(Department of Physics, Dalian University of Technology, Dalian 116024 China)

**Abstract**  $\text{SiO}_2$  is formed on the monocrystalline silicon(100) substrate by means of high temperature oxidation, then Yb and Er are embedded in highly pure aluminum, and Yb, Er co-doped  $\text{Al}_2\text{O}_3$  film is produced with middle frequency sputter technique. The influence of target voltage and deposit rate varying with oxygen flow is discussed. The optimized oxygen flow of deposite oxide film is presented. A strong photoluminescence at 1535nm is detected at the room temperature. Optical film is carved by  $\text{BCl}_3$  ion beam under optical mask to form square optical waveguide.

**Key words** middle frequency sputter;  $\text{Yb}^{3+}/\text{Er}^{3+}$  co-doped; photoluminescence; waveguide

## 引 言

随着光通信技术的高速发展, 科学家们已把注意力集中到建立集成化的全光通信网研究中。由于未来的全光通信网要求具有集成度高、体积小、成本低、性能稳定等优点, 掺铒光波导放大器成为目前光有源器件研究的热点之一<sup>[1-3]</sup>。目前, 掺铒光波导放大器主要研制过程是在 Si 衬底上生长波导匹配膜层(如  $\text{SiO}_2$ ), 继而生长光波导核心膜层  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 并掺杂铒。迄今, 人们已提出许多种制备光波导放大器核心膜层的基质, 如  $\text{Si}$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{LNbO}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  等, 其中,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  与铒匹配性好, 价格比较低廉, 是一种极有应用潜力的材料。选择  $\text{Al}_2\text{O}_3$  作为制作波导的核心膜层基质材

料, 主要因为: 核心层与缓冲层( $\text{SiO}_2$ )、覆盖层之间折射率差较大, 波导中光波模被限制得很好, 因而能得到更好的抽运和放大; 较高的折射率允许小的波导弯曲半径(小于 100nm), 使得制作致密的波导器件成为可能;  $\text{Al}_2\text{O}_3$  和  $\text{Er}_2\text{O}_3$  的价电子晶体结构相似, 可将高浓度的 Er 结合进  $\text{Al}_2\text{O}_3$  晶体结构中, 从而在较短的尺寸内得到较高的增益。目前制膜与掺杂方法很多, 如射频溅射(RFS)<sup>[4]</sup>, 脉冲激光沉积(PLD)<sup>[5]</sup>, 等离子体增强化学气相沉积(PECVD)<sup>[6]</sup>, 以及分子束外延(MBE)<sup>[7]</sup>、溶胶凝胶法(sol-gel)<sup>[8]</sup>等。

中频孪生靶磁控溅射技术因为其沉积速率高、沉积膜与衬底结合力好、中频电源与靶的连接不像射频电源那样要有复杂的阻抗匹配调节等优点而广泛用于各种薄膜沉积<sup>[9, 10]</sup>, 但目前还未见有沉积镱铒共掺杂氧化铝的报道。作者用中频孪生靶磁控溅射技术制作了镱铒共掺杂氧化铝薄膜, 对薄膜制备中的氧压分量及磁滞回线等问题进行了实验与理论的分析, 通过对薄膜样品的退火温度进行优化, 在室温下检测到了薄膜样品的光致发光光谱, 最后把薄膜样品刻蚀成条形光波导, 总结出了一组优化的制备镱铒共掺杂氧化铝条形光波导的实验数据。

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(69889701); 辽宁省科技厅基金资助项目(20022110); 辽宁省教育厅基金资助项目(202123198)

作者简介: 宋 琦(1980), 男, 硕士研究生, 主要从事有源光波导放大器件的研究。

\* 通讯联系人。E-mail: songc@dlut.edu.cn

收稿日期: 2004-04-08 收到修改稿日期: 2004-06-25

## 1 实验及讨论

### 1.1 硅衬底的热氧化

为了能够使光波在薄膜样品中传播, 需要使衬底的折射率小于薄膜样品的折射率, 通常是在单晶硅片上沉积一层  $\text{SiO}_2$ 。实验中采用热氧化法氧化出厚度约为 600nm 的  $\text{SiO}_2$ 。具体实验工艺过程如下: (1) 清洗。先用丙酮, 乙醇清洗, 后用超声波清洗 5min, 然后用 HF 酸稀释液清洗; 再用浓硫酸煮 3min, 最后用洗液煮; (2) 干氧。把单晶硅放入干氧炉里通入氧气加热使之反应, 反应的化学方程式为  $\text{Si} + \text{O}_2 = \text{SiO}_2$ , 干氧时间 5min; (3) 湿氧。把干氧后表面有一薄层  $\text{SiO}_2$  的硅片放入蒸馏水中加热, 并同时向水中通氧气, 使硅片与水及氧气发生反应, 具体的反应方程式为  $\text{Si} + \text{O}_2 = \text{SiO}_2$ ,  $2\text{H}_2\text{O} + \text{Si} = \text{SiO}_2 + 2\text{H}_2$ , 这个过程大约 1h, 生成 500nm ~ 600nm 厚的  $\text{SiO}_2$ , 实验中湿氧时间为 1h; (4) 干氧。  $\text{Si} + \text{O}_2 = \text{SiO}_2$ , 时间为 5min, 两次干氧厚度远远小于湿氧。

### 1.2 中频溅射铟共掺薄膜

中频溅射沉积系统主要由真空镀膜室、溅射靶、中频电源、永磁体、溅射气体氩、反应气体氧以及各种控制器等组成。中频溅射常采用两个尺寸、外形完全相同的孪生靶, 如图 1 所示。孪生靶在溅射室中悬浮安

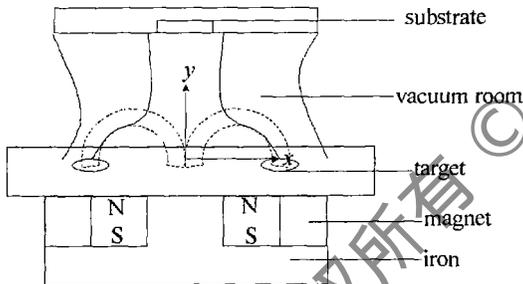


Fig 1 Schematic diagram of medium frequency magnetron sputtering system with twin targets

装。在溅射过程中, 两个靶周期性轮流作为阴极与阳极, 既可以抑制溅射靶面的弧光放电, 也消除了普通直流反应磁控溅射中“阳极消失”现象。所制备薄膜均匀、致密, 缺陷密度小, 同时保证了溅射过程中系统可以始终稳定地工作在被设定的工作点上。

溅射源为两个并列安装的平面磁控靶。中频电源频率为 50kHz, 工作于恒定输出功率 1500W, 使用两个直径为 51mm、厚为 5mm 的孪生铝靶, 铝靶中铝的质量分数为 99.99%, 在抛光的铝靶面上设计了若干小孔, 用于镶嵌金属铟和镱。高纯氩气做为溅射气体, 高纯氧气做为反应气体充入真空室中。本底真空度为  $5 \times 10^{-3} \text{Pa}$ , 工作气压为  $2 \times 10^{-1} \text{Pa}$ , 氩气流量为  $70 \text{cm}^3/\text{min}$ , 氧气流量为  $25 \text{cm}^3/\text{min} \sim 45 \text{cm}^3/\text{min}$ 。

实验中可观察到图 2 所示的现象: 对一块新的金属靶而言, 随着注入溅射室中的氧气流量的增加, 最初

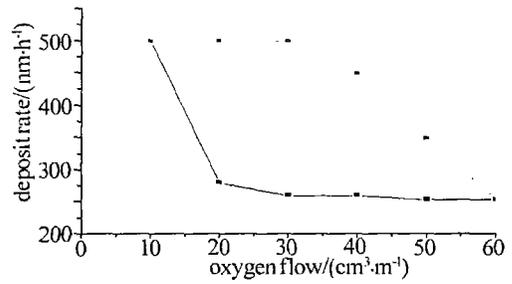


Fig 2 Change of deposit rate versus oxygen flow of MFS

溅射速率几乎保持不变, 其后虽有所减小, 但其数值与纯氩状态下的溅射速率相比减小得不多, 此时沉积膜基本上属金属态。但是当氧气流量值增加到某一个临界值时, 溅射速率会发生突然的跌落, 此时的沉积膜呈现为氧化物膜。此后氧气流量再进一步增加, 沉积速率的变化又开始变缓。这种沉积速率随氧气流量变化的关系被称为迟滞回线。发生这种突变的原因是: (1) 由于氧流量的不断增加, 靶面上形成了一层氧化物, 同样的离子能量轰击下, 氧化铝的溅射速率比纯铝要低得多, 所以此时相应的溅射产额远小于纯金属靶时的溅射产额; (2) 氧化物的二次电子发射系数一般高于金属, 因此入射离子的能量很大一部分消耗于激发化合物层的二次电子发射, 并使这些二次电子加速, 相应地入射离子用于轰击靶的能量减小很多, 溅射产额因而随之大幅度降低。

类似于上述溅射速率与氧气流量之间的迟滞回线的还有靶电压与氧气流量之间的迟滞回线。两条迟滞回线的趋势完全相同。图 3 是中频溅射沉积铟共掺氧化铝薄膜过程中测得的靶电压随氧流量的变化曲线。溅射中的迟滞效应是不希望有的, 因为在迟滞回

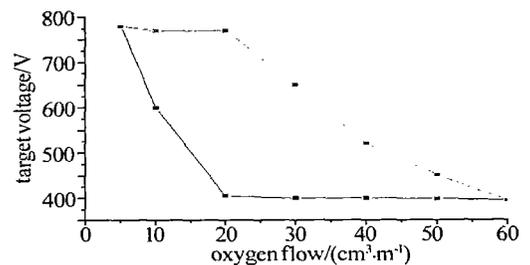


Fig 3 Change of the target voltage versus oxygen flow of MFS

线对应的过渡区内, 从图中可以看出, 对应同一个氧气流量, 可以有两种不同的溅射模式状态, 究竟处于哪一种溅射模式, 取决于靶面经历的溅射历史。对于金属模式状态, 则所得的沉积膜并非所要求的化合物膜, 而对于反应模式状态, 虽然沉积膜为氧化物膜, 但沉积速率又比金属模式低。

### 1.3 薄膜的光致发光光谱

实验中抽运源采用波长为 980nm 的半导体激光器<sup>[11-13]</sup>, 激光器输出功率为 1.0W, 光致发光光谱经透镜收集后通过频率为 490Hz 的光学斩波器调制, 射

入光栅单色仪的入射狭缝,经分光后由半导体制冷器制冷的 InGaAs 近红外探测器探测,电信号经锁相放大器输出后由 A/D 板转换接入计算机进行数据记录并处理。测量在室温下进行。图 4 是退火温度为 850°C 时,掺原子数分数为 1% 的钇、掺原子数分数为 9% 的镱的镱钇共掺杂  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜在 1.0W 抽运功率下的光致发光光谱。从图中可以看出,峰值波长为 1.535 $\mu\text{m}$ 、半值宽度为 46nm。

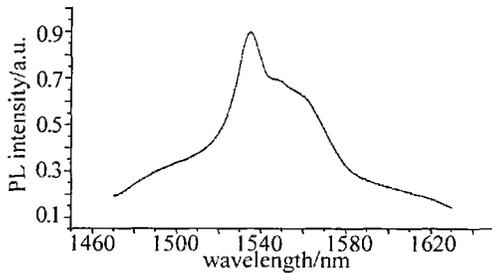


Fig 4 PL spectrum of  $\text{Yb}^{3+}/\text{Er}^{3+}$  co-doped film

#### 1.4 薄膜的光刻工艺

氧化铝薄膜硬度非常大,并且非常致密,要对其成功刻蚀并非易事。实验中先尝试用湿法刻蚀,配备出各种浓度的酸碱溶液对镱钇共掺杂氧化铝薄膜进行了刻蚀。但一般的酸碱(如  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ )不与其发生反应,很难刻蚀。又尝试用 HF 酸进行刻蚀。浓度低了仍然刻蚀不动,浓度高了又把整层的薄膜都腐蚀掉了。经过很多次尝试没有找到一种合适的酸碱,也没有配出一种合适浓度的混和酸来进行刻蚀,所以,传统湿蚀法不能满足实验要求,只能用干刻法来刻蚀。干刻的关键是找到一种能与氧化铝薄膜反应的气体,曾经用过  $\text{Cl}_2$ ,  $\text{ArHCl}$ ,  $\text{BCl}_3$  等。最近总结出三氯化硼的效果比较令人满意。具体的刻蚀过程分为以下几步:(1)在薄膜上沉积一层  $\text{SiO}_2$  (厚度约为 500nm),主要作用首先是可以使光波导形成对称光波导,其次是膜在溅射过程中的表面不平整可以得到改善,方便涂光刻胶;(2)在  $\text{SiO}_2$  上涂抹一层光刻胶( $\text{C}_x\text{H}_y$  化合物,遇紫外光很容易分解,但对  $\text{BCl}_3$  离子刻蚀却不敏感),然后用匀胶机把膜甩均匀,再用烘胶机把膜烘干;(3)把制好的光学掩模板(mask)盖在光敏物质上,用紫外线对其照射 30min,这样裸露出的光刻胶在紫外光的照射下分解,而掩模板下的光刻胶仍然存在;移去掩模板后, $\text{SiO}_2$  表面就形成由光敏物质组成的图形;(4)将做好模的基片放入反应性等离子体中( $\text{BCl}_3$ ),并对其施加一射频偏压,这样等离子体中的反应性离子在电场的作用下将入射到薄膜上与未覆盖光刻胶的  $\text{SiO}_2$  进而与  $\text{Al}_2\text{O}_3$  进行反应,控制好  $\text{BCl}_3$  的离子浓度、反应时间、偏压大小就可对光刻的深度进行很好的控制;(5)除去光刻胶。由于光刻胶为碳氢化合物,具有很强的还原性。因此,将刻蚀后的基片放入氧等离子体中,即可

以除去光刻胶。

图 5 所示为刻好的条形光波导的示意图(图未完全按实际尺寸比例画出)。具体参数为:掺钇的原子

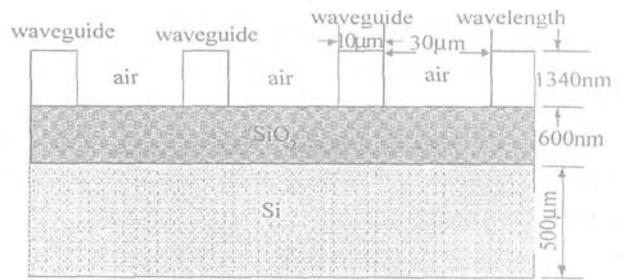


Fig 5 Sketch map of rectangular optical waveguide

数分数为 1.0%;掺镱的原子数分数为 9.0%;退火温度 850°C;薄膜面积为 22.4mm × 10.6mm,厚度为 1.2mm;矩形镱钇共掺杂  $\text{Al}_2\text{O}_3$  光波导为 10 $\mu\text{m}$  × 1.34 $\mu\text{m}$ ,即光波导宽为 10 $\mu\text{m}$ ,深为 1.34 $\mu\text{m}$ ;波导间是空气,宽度为 30 $\mu\text{m}$ 。衬底是单晶硅上氧化的一层  $\text{SiO}_2$ ,厚度为 0.6 $\mu\text{m}$ 。

## 2 结 论

中频窄生靶磁控溅射技术用于制备镱钇共掺杂氧化铝薄膜,沉积速率高、薄膜样品掺杂均匀、表面形貌好、光致发光光谱强。通过控制溅射过程中氧气的流量可以得到氧化物薄膜,实验对沉积过程中的氧气流量进行了优化,图示给出了溅射的迟滞回线效应。通过对大量的实验样品进行分析后,证实这是一种良好的制备镱钇共掺薄膜的方法。在光学掩模下用  $\text{BCl}_3$  离子束对薄膜进行了刻蚀,得到了表面形貌好、无裂痕及损伤的条形光波导,为光波导增益特性的测量奠定了坚实的基础。

#### 参 考 文 献

- [1] van den HOVEN G N, KOPER R J IM, POLMAN A *et al*. Net optical gain at 1.53 $\mu\text{m}$  in Er-doped  $\text{Al}_2\text{O}_3$  waveguides on silicon [J]. *A P L*, 1996, 68(14): 1886~1888.
- [2] POLMAN A. Erbium implanted thin film photonic materials [J]. *J A P*, 1997, 82(1): 1~37.
- [3] STEP KHOVA M, PALMETSHOFER L, JANTSCH W *et al*. 1.5 $\mu\text{m}$  infrared photoluminescence phenomena in Er-doped porous silicon [J]. *A P L*, 1998, 74(4): 537~539.
- [4] FONSECA L, COMPARATIVE L F, RESTO F C *et al*. analysis of the 1.54 $\mu\text{m}$  emission of Er-doped  $\text{Si}/\text{SiO}_2$  films and the size distribution of the nanostructure [J]. *Materials Science and Engineering* 2000, 79(2/3): 109~112.
- [5] SEMA R, DELMONTE F, MORENO E M *et al*. Photoluminescence performance of pulsed laser deposited  $\text{Al}_2\text{O}_3$  thin films with large erbium concentrations [J]. *A P L*, 2001, 90(10): 5120~5125.
- [6] CHRYSOSU C E, PIIT C W, KENYON A J *et al*. Er<sup>3+</sup>-doped  $\text{Al}_2\text{O}_3$  thin films by plasma-enhanced chemical vapor deposition exhibiting a 55nm optical bandwidth [J]. *IEEE J Q E*, 1998, 34(2): 282~284.

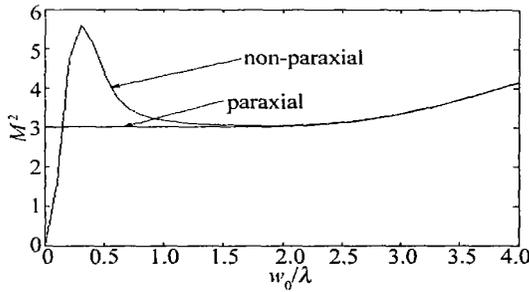


Fig 4 The beam quality factor of the non-paraxial and paraxial  $M^2$  as a function of the  $w_0/\lambda$  ( $\Omega_0 = 1/\lambda$ )

## 2 结果与讨论

在  $w_0/\lambda > 2$  时, 傍轴与非傍轴标量理论计算的双曲正弦高斯光束的质量因子趋于一致; 在  $w_0/\lambda < 1$  时, 两者有较大的差别。因此, 当光束的束腰半径较大时, 可用传统的标量光场光强定义来近似描述横截面上光场的能量传输, 传统的光强二阶矩理论也近似成立, 傍轴双曲正弦高斯光束可以看成是由中心分别位于  $(-\Omega_0 w_0^2/2, 0, 0)$  和  $(\Omega_0 w_0^2/2, 0, 0)$  处, 束腰半径相同、位相差为  $\pi$  的两束偏心基模高斯光束的相干叠加; 而当光束的束腰半径较小时 ( $w_0 < \lambda$ ), 光束横截面上的光强不能采用传统的光强定义, 而必须采用光强的精确定义进行描述, 光束质量因子也必须采用精确光强定义下的非傍轴光束质量因子的定义作修正。另

外, 还必须强调指出, 当光束的束腰半径较小时, 倏逝波对光束的光强二阶矩的贡献一般不可忽略, 仅当光束束腰处 (取  $z = 0$ ) 光场复振幅的角谱  $A_0(f_x)$  为实数或纯虚数时, 倏逝波的贡献才为 0。

### 参 考 文 献

- [1] CASPERSON L W, HALL D G, TOVAR A A. Sinusoidal Gaussian beams in complex optical systems [J]. J O S A, 1997, A14(12): 3341~3348.
- [2] CASPERSON L W, TOVAR A A. Hermite sinusoidal Gaussian beams in complex optical systems [J]. J O S A, 1998, A15(4): 954~961.
- [3] TOVAR A A, CASPERSON L W. Production and propagation of Hermite sinusoidal Gaussian laser beams [J]. J O S A, 1998, A15(9): 2425~2432.
- [4] 王喜庆, 吕百达. 厄米-双曲正弦-高斯光束的  $M^2$  因子 [J]. 物理学报, 2002, 51(02): 247~251.
- [5] 张彬, 马虹, 吕百达. 双曲正弦高斯光束的  $M^2$  因子相干模 [J]. 物理学报, 1999, 48(10): 1869~1874.
- [6] 曹清, 邓锡铭, 郭弘. 横截面上光强的精确表述 [J]. 光学学报, 1996, 16(7): 897~902.
- [7] 邓小玖, 吴本科, 肖苏. 微小孔近场衍射的能量传输 [J]. 光学学报, 2001, 21(12): 1432~1436.
- [8] GOODMAN J W. 傅里叶光学系统 [M]. 北京: 科学出版社, 1976, 54~55.
- [9] PORRAS M A. Finiteness and propagation law of the power density second-order moment for diffracted scalar light beam [J]. Optics, 1999, 110(9): 417~420.
- [10] 邓小玖, 胡继刚, 刘彩霞 *et al.* 光束质量因子的研究 [J]. 合肥工业大学学报 (自然科学版), 2002, 25(6): 1187~1190.
- [10] 侯亚奇, 庄大明, 张弓 *et al.* 中频交流反应溅射  $\text{TiO}_2$  薄膜的制备及性能研究 [J]. 真空科学与技术, 2001(6): 457~460.
- [11] 李成仁, 宋昌烈, 饶文雄 *et al.* 两片掺钕玻璃样品级联荧光光谱的实验研究 [J]. 物理学报, 2003, 52(3): 751~755.
- [12] 李淑凤, 宋昌烈, 巢明. 不同波长泵浦的掺钕  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜光波导 1.53 $\mu\text{m}$  荧光特性 [J]. 光电子·激光, 2001, 12(1): 14~18.
- [13] 李成仁, 宋昌烈, 李淑凤 *et al.* 溶胶-凝胶 (sol-gel) 法制作掺钕  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜及其光致发光光谱特性测量 [J]. 光子学报, 2003, 32(12): 1514~1517.

(上接第 442 页)

- [7] MCFARIANE R A, LUIM, YAP D *et al.* Rare earth doped fluoride waveguides fabricated using molecular beam epitaxy [J]. IEEE J Q E selected topics, 1995, 1(1): 82~91.
- [8] XIANG Q, LAM Y L, CHAN Y C *et al.* Optical properties of  $\text{Er}^{3+}$ -doped  $\text{SiO}_2\text{-CO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$  planar waveguide fabricated by sol-gel processes [J]. Thin Solid Films, 2000, 370: 243~247.
- [9] 赵来, 刘翔宇, 许生 *et al.* 中频双靶反应磁控溅射制备  $\text{TiO}_2$  膜的一些探索 [J]. 真空, 2003(1): 17~20.