

SiO₂-Glasschichten auf Si-Wafern für optische Komponenten

M. Mennig, A. Gier, A. Berni, H. Schmidt

Institut für Neue Materialien; 66123 Saarbrücken

EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG

Um optische Komponenten auf SiO₂-Basis, wie zum Beispiel planare Lichtwellenleiter auf Siliziumsubstraten, in großen Stückzahlen herzustellen, muß ein kostengünstiges Herstellungsverfahren entwickelt werden. Die Abscheidung von wellenleitendem Material (SiO₂) auf Silizium erfolgt in der Regel über CVD-Verfahren [1-3]. Der Sol-Gel-Prozeß könnte hierzu eine interessante Alternative darstellen, wenn es gelingt, SiO₂-Schichten optischer Qualität mit Schichtdicken im unteren µm-Bereich auf Si-Wafern mit möglichst wenigen Beschichtungsschritten abzuscheiden.

Bei der Ausbildung von anorganischen Sol-Gel-Schichten führt das Verdunsten der Lösungsmittel beim Sol-Gel-Übergang und im weiteren Verlauf der thermischen Verdichtung das Ausbrennen restlicher Organik und das Kollabieren daraus resultierender Nanoporen zur Schrumpfung der Beschichtung, die aufgrund der chemischen Bindung zum Substrat nur in einer Richtung senkrecht zur Oberfläche erfolgen kann. Daraus resultieren mechanische Spannungen in der Beschichtung und an der Grenzfläche zum Substrat, die von der Schrumpfung der sich verdichtenden Beschichtung und auch von der thermischen Ausdehnung von Substrat und Beschichtung beim Aufheiz- bzw. Abkühlvorgang bestimmt werden. Vereinfachende theoretische Betrachtungen von Lange [4] zeigen, daß diese Spannungen mit der Schichtdicke wachsen, so daß sich für alle bekannten Schichtsysteme eine kritische Schichtdicke von ca. 1 µm ergibt, oberhalb derer keine rißfreien Beschichtungen ausgebildet werden können. Dabei werden jedoch Spannungsrelaxationsprozesse nicht berücksichtigt und Maßnahmen zur Verringerung der durch die Schrumpfung hervorgerufenen Spannungen werden nicht betrachtet.

In Arbeiten von Holmes und Syms [5-7] wurde gezeigt, daß aus sauer katalysierten Tetraethoxysilan (TEOS)-Solen hergestellte SiO₂-Beschichtungen auf Si-Wafern mit Hilfe eines Flash-Annealers in einem Rapid Thermal Processing Schritt (RTP) rißfrei bei Temperaturen von ca. 1000 °C verdichtet werden können, so daß aus verdichteten Einzelschichten von ca. 50 nm Dicke im Mehrfachbeschichtungsverfahren Schichten von bis zu 10 µm Dicke zu 10

μm Dicke ausgebildet werden können. Die Autoren zeigen, daß die im System Substrat-Beschichtung gebildeten Spannungszustände wesentlich von den zur Verdichtung gewählten Prozessparametern (Heiz- bzw. Kühlgeschwindigkeit, Maximaltemperatur) beeinflusst werden. Sie vermuten, daß durch die starke Absorption des Blitzlichtes im Wafer im Sekundenbereich der Si-Wafer gegenüber dem Substrat überhitzt und überdehnt wird, so daß sich nach Abkühlen (ebenfalls im Sekundenbereich) spannungsfreie Zustände bzw. leichte Druckspannungen in der Beschichtung einstellen lassen, die eine Rißbildung verhindern. Diese Erfahrungen wurden aufgegriffen und zur Entwicklung eines organikfreien Nanokompositols genutzt, um durch Erhöhung der Einzelschichtdicke die Zahl der erforderlichen Prozessschritte zu senken und die Schichtqualität (Schichtdickenschwankungen $\pm 5\%$ auf der Fläche eines 4"-Wafers) zu verbessern, um damit einen Fortschritt gegenüber dem aktuellen Stand der Forschung zu erreichen.

EXPERIMENTELLES

Es wurden Beschichtungssole aus Tetraethoxysilan und kolloidalem Kieselsohl (Partikelgröße ca. 10 nm) durch saure Katalyse synthetisiert, die zur Brechzahlerhöhung mit P_2O_5 sowie mit ca. 10 nm großen Al_2O_3 -Partikeln dotiert wurden [8]. 4"-Si-Wafer wurden im Reinraum über Spincoating beschichtet und die Schichten wurden 15 min bei 100 °C getrocknet. Zur Verdichtung wurden die Schichten im Flash-Annealer innerhalb von 5 s auf 990 °C erhitzt. Diese Temperatur wurde 10 s konstant gehalten. Danach wurden die Beschichtungen mit einer Rate von 60 K/s auf 300 °C abgekühlt. Dieser Vorgang wurde bis zu 5 mal pro Schicht wiederholt. Die Brechzahl der Beschichtungen wurden spektralellipsoidometrisch bestimmt und die Schichtdickenverteilung wurde interferometrisch gemessen.

ERGEBNIS

Mit dem entwickelten nanopartikulären SiO_2 -Sol gelang es durch Optimierung des Verdichtungsprogramms auf die oben genannten Parameter, auf 4" Si-Wafern SiO_2 -Einfachschichten mit einer Dicke von ca. 550 nm bei Schichtdickenschwankungen von nur 8 nm (gemessen auf einer Fläche von 4 cm²) fehlerfrei nach thermischer Verdichtung bei 990 °C abzuschneiden, was etwa der Qualität von thermisch abgeschiedenem SiO_2 entspricht. Dabei konnte gezeigt werden, daß zu geringe Heizgeschwindigkeiten zur Ausbildung von Zugspannungen und damit zum Zerreißen der Schicht führten [8]. Bild 1 zeigt die Brechzahl dieser Schichten als Funktion der zum RTP verwendeten Endtemperatur.

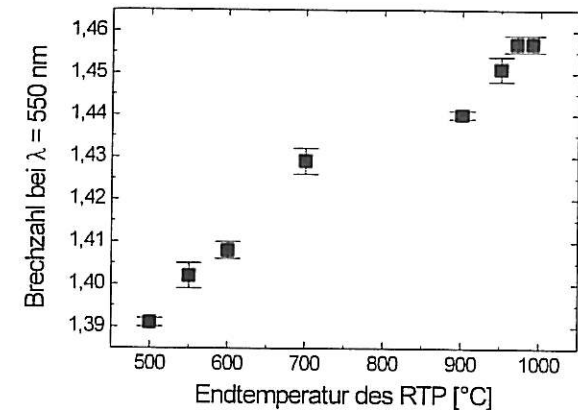


Bild 1: Darstellung der Brechzahl ($\lambda = 550\text{ nm}$; Mittelwert aus 3 Messungen) der SiO_2 Filme auf Silizium, die mittels eines RTP bei verschiedenen Temperaturen verdichtet wurden.

Man erkennt den Anstieg der Brechzahl mit steigender Verdichtungstemperatur. Nach einer Verdichtung bei 990 °C stimmt die für 633 nm Wellenlänge gemessene Brechzahl $n = 1,455 \pm 0,001$ mit der von erschmolzenem SiO_2 sehr gut überein, so daß sie sich als Bufferschicht eignet. Über Mehrfachbeschichtung gelang es, SiO_2 -Schichten mit Dicken von etwa 8 μm rißfrei herzustellen, wobei die Schichtdickeninhomogenität im Bereich von 0,1 % der Schichtdicke lag und somit den Anforderungen genügte. Es bestehen keine prinzipielle Probleme, höhere Schichtdicken zu erreichen, da sich der Spannungszustand in den Schichten durch die Prozessparameter beim RTP einstellen läßt.

Der OH-Gehalt konnte durch eine thermische Behandlung für 10 h bei 850 °C, die die Schichtqualität nicht verschlechtert, auf Werte unterhalb 50 ppm reduziert werden. Daher können Absorptionsverluste $< 0,1\text{ dB/cm}$ im NIR erwartet werden. Höhere Temperaturen, die kürzere Zeiten erwarten lassen, erscheinen möglich, konnten jedoch noch nicht untersucht werden.

Zur Herstellung wellenführender Schichten konnte durch Dotierung mit P_2O_5 oder mit Al_2O_3 -Nanopartikeln (Teilchengröße $\leq 10\text{ nm}$) die Brechzahl angepaßt werden. Bisher wurden Brechzahlen zwischen 1,462 (1 mol % P_2O_5) und 1,472 (4 mol % Al_2O_3) für eine Wellenlänge von 550 nm realisiert, d.h. der für Monomodewellenleiter erforderliche Brechzahlhub kann eingestellt werden.

Es wurden durch Mehrfachbeschichtung Doppelschichten als SiO_2 -Bufferschicht und Al_2O_3 -dotierter wellenführender Schicht mit jeweils ca. 4 μm Dicke hergestellt. Mittels eines Prismenkopplers konnten bei 1300 nm Wellenlänge an diesen Schichten Lichtwellenleitung

zweifelsfrei nachgewiesen werden. Die Dämpfungsverluste bei 1300 nm betragen für transversalelektrische Wellen 3,7 dB/cm sowie für transversalmagnetische Wellen 3,2 dB/cm bei einem Fehler von ca. $\pm 0,2$ dB/cm. Sie sind aber in dieser Höhe nicht auf intrinsische Verluste zurückzuführen, sondern werden wegen der bisher noch zu geringen Dicke der Bufferschicht (4 μm) durch Auskoppeln des evaneszenten Feldes in das Si-Substrat hervorgerufen.

ACKNOWLEDGEMENT

Die Autoren danken dem BMBF für die finanzielle Unterstützung sowie Herrn Dr. Eberhard, FhG-IPM Freiburg für seine kollegiale Unterstützung zur Durchführung der RTP-Versuche.

-
- [1] Tang, Xingfeng, Yuan, Runzhang; Chemical vapor deposition and its development in inorganic materials processing (II); Wuhan Gongye Daxue Xuebao (1995), 175 (2), 119 - 121
 - [2] Loan, James F., Sullivan; Advanced materials delivery in CVD processing; Semicond. Int.; Volume Date (1995), 18(8), 239-246
 - [3] Greif, Ralph; CVD-processes in the manufacture of optical fibers; Transp. Phenom. Therm. Eng.; Proc. Int. Symp.; 6th (1993) Volume 2
 - [4] F. Lange, "Liquid Precursors for Ceramic Particles, Fibers and Thin Films", Proceedings of the International Symposium on Molecular Level Designing of Ceramics, p. 14-28, March 16, 1991, Nagoya, Japan.
 - [5] R.R.A Syms; Stress in thick sol-gel phosphosilicate glass films formed on Si substrates; J. Non. Cryst.Solids; 167 (1994) 16-20
 - [6] A.S. Holms, R.R.A. Syms; Fabrication of low-loss waveguides in sol-gel glass on silicon substrates; DRAL (1994); Oxforshire England
 - [7] A.S. Holms, R.R.A. Syms; Fabrication of buried channel waveguides on silicon substrates using spin on glass; Appl. Opt. (1993) 4916
 - [8] M. Mennig, H. Schmidt, Abschlußbericht BMFT-Projekt 03M2721 B9 „Entwicklung von Schichten für planare Lichtwellenleiter auf Kieselglasbasis über die Sol-Gel-Technik, 1996