

## 高速电光调制器波导测试系统滤光片的研制

付秀华<sup>1</sup>, 唐昊龙<sup>1</sup>, 刘国军<sup>1</sup>, 刘凤娥<sup>2</sup>, 张 静<sup>1</sup>

(1. 长春理工大学 光电工程学院, 吉林 长春 130022; 2. 中国兵器工业标准化研究所, 北京 100089)

**摘 要:** 为了实现对基于 BaTiO<sub>3</sub> 薄膜的高速电光调制器波导精确测试, 研制出了一种深背景、高截止度的滤光片, 用于提高测试系统信噪比, 排除杂光干扰。该滤光片采用双离子束溅射的制备方法, 以 Nb 和 SiO<sub>2</sub> 作为沉积材料, 借助 TFCalc 和 Macleod 软件进行膜系设计和工艺反馈分析, 通过正交矩阵法简化了辅助离子源工艺参数的优化过程, 保证了采用优化后的工艺制备的薄膜具有更低的吸收, 利用实时标定薄膜材料沉积速率等方法, 解决了膜层厚度精确控制等问题。制备的滤光片通带中心波长为 1550.1 nm, 通带宽度 5.1 nm, 光密度在 -0.1~30 dB 处的波长间隔为 1.9 nm, 满足了波导精确测试系统的使用要求。

**关键词:** 薄膜; 高截止度滤光膜; 双离子束溅射; 波导测试系统

**中图分类号:** O484 **文献标志码:** A **文章编号:** 1007-2276(2013)12-3380-06

## Research and development of filter in high speed electro-optic modulator waveguide measurement system

Fu Xiuhua<sup>1</sup>, Tang Haolong<sup>1</sup>, Liu Guojun<sup>1</sup>, Liu Feng'e<sup>2</sup>, Zhang Jing<sup>1</sup>

(1. School of Electro-Optical Engineering, Changchun University of Science and Technology, Changchun 130022, China;

2. Norinco Group Standardization Research Institute, Beijing 100089, China)

**Abstract:** Design and manufacture of higher rejection rate filters which meet the needs of accurate measurement of BaTiO<sub>3</sub> single crystal film high-speed electro-optic modulator waveguide devices were focused on. The filters were used to improve the signal-to-noise ratio of the test system and eliminate stray light interference. The films were prepared by the depositing method of dual ion beam sputtering, Nb and SiO<sub>2</sub> were chosen as deposition materials. The coating was designed and optimized with the help of Macleod and TFCalc software, orthogonal matrix method was used to optimize the process parameters of assist ion source. The absorption of film was reduced by using optimized process parameters, the problem of film thickness accuracy controlling was solved by using the method of real-time calibration of the deposition rate. Test transmission spectrum of the filter, center wavelength is 1550.1 nm, the pass band width is 5.1 nm, the wavelength interval of optical density from -0.1 dB to -30 dB is 1.9 nm, the using requirements of the waveguide accurate measurement system is achieved.

**Key words:** thin films; filter film with high rejection rate; dual ion beam sputtering; waveguide measurement system

收稿日期: 2013-03-08; 修订日期: 2013-04-14

基金项目: 国家自然科学基金(60977052)

作者简介: 唐昊龙(1988-), 男, 博士生, 主要从事光学薄膜方面的研究。Email: thl19880514@163.com

导师简介: 付秀华(1963-), 女, 教授, 博士生导师, 博士, 主要从事薄膜技术方面的研究。Email: goptics@126.com

## 0 引言

BaTiO<sub>3</sub> 单晶薄膜是电光调制器件功能材料中最为特殊的材料之一,具有超高的电光系数、较低的介电损耗、厚度可控的薄膜状态等优点,基于 BaTiO<sub>3</sub> 单晶薄膜的高速电光调制器<sup>[1]</sup>可应用于光通信、光刻和激光雷达等诸多领域,其波导测试系统的精确度对高速电光调制器的研究有着重要影响<sup>[2]</sup>。文中主要介绍了用于提高波导测试系统高精度度的高截止度滤光片的研制过程,并对材料特性、膜系设计和制备工艺进行了深入的研究。

## 1 材料选取与膜系设计

测试系统滤光片需具备损耗低、应力小、稳定性高等特点,设计膜系时,既要满足波导测试系统使用要求,还应采用较少的膜层数和厚度。因此,基板和薄膜材料的选择较为苛刻。

### 1.1 材料选取

基底材料选取 WMS-13 玻璃,在 1 550 nm 处折射率为 1.519,热膨胀系数为 110 (10<sup>-7</sup>/°C),镀制在 WMS-13 玻璃上的薄膜在温度变化时光学厚度的改变小于 1 pm/°C,常用来制备膜层较多的滤光片。

在可见和近红外波段常用的高折射率材料有 TiO<sub>2</sub>、Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 和 Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 等,与之相匹配的低折射率材料为 SiO<sub>2</sub>。离子束溅射法制备的 Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 的折射率高于 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>,若与 SiO<sub>2</sub> 组成多层膜系,在达到相同光学性能要求时,Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 与 SiO<sub>2</sub> 的组合需要更少的膜层数,可减少膜厚累积误差并缩短薄膜的制备周期;TiO<sub>2</sub> 虽然折射率略高于 Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>,但材料本身稳定性较差。Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 透明区域为 0.38~8 μm,折射率为 2.3~2.4(波长 550 nm 处),具有折射率高、高硬度、高稳定性等特点。考虑到金属靶材相比于氧化物靶材温度传导性好,并且离子轰击过程中不会出现分子碎片,可以更快地达到沉积速率的动态平衡<sup>[3]</sup>,因此选用金属 Nb 靶为高折射率靶材,低折射率靶材为 SiO<sub>2</sub>。

### 1.2 膜系设计

从使用要求进行分析,滤光片的研制应分两部分进行,在基底一面镀制高截止度滤光膜,要求通带高透过并具有较高的截止陡度,以减小入射光的衰减损耗,提高测试信号强度;另一面镀制宽截止长波通滤光膜,排除杂光干扰,宽截止长波通滤光膜是由

多个反射膜堆组成,由于文章篇幅有限,在此只介绍高截止度滤光膜的研制过程。

高截止滤光膜是以法布里珀罗型干涉滤光片的设计理论为基础,采用多腔串置的形式使通带的波形矩形化,并提高了截止深度,通过主体参数寻优法<sup>[4]</sup>得到初始膜系:G| (HL)<sup>-4</sup> 2H (LH)<sup>-4</sup> L (HL)<sup>-5</sup> 2H (LH)<sup>-5</sup> L (HL)<sup>-5</sup> 4H (LH)<sup>-5</sup> L (HL)<sup>-5</sup> 4H (LH)<sup>-5</sup> L (HL)<sup>-5</sup> 4H (LH)<sup>-5</sup> L (HL)<sup>-5</sup> 2H (LH)<sup>-5</sup> L (HL)<sup>-4</sup> 2H (LH)<sup>-4</sup> L |A,设计波长 1 550 nm,其中 G 为 WMS-13 基底,A 为空气,H 和 L 分别代表 1/4 波长厚度的 Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 和 SiO<sub>2</sub>,不考虑基底的背面反射,利用 TFCalc 软件模拟得到的理论曲线如图 1 所示。

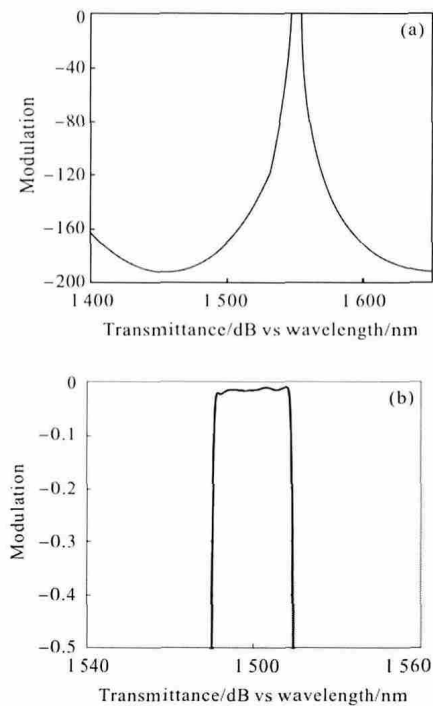


图 1 初始膜系理论设计曲线及通带设计曲线  
Fig.1 Theoretical design curve of initial coating and design curve of passband

图 1(a)可看出,曲线截止深度高于-30 dB,截止陡度(光密度在-0.1~30 dB 处的波长间隔)小于 2 nm,由图 1(b)可看出,1 547.5~1 552.5 nm 处的通带透过损耗大于-0.1 dB,其产生原因是:多层膜在通带的等效折射率与入射介质的折射率匹配性差,在中心波长处存在的剩余反射率导致的。为解决该问题,利用等效折射率<sup>[5]</sup>的概念在初始膜系后添加匹配层,使多层膜的等效折射率与入射介质达到匹配,应用 TFCalc 软件模拟并优化,确定膜系为:G| (HL)<sup>-4</sup> 2H

(LH)<sup>4</sup>L...L(HL)<sup>4</sup>2H(LH)<sup>4</sup>L 0.319 2H 1.342 6L 1A, 模拟出的理论设计曲线如图 2 所示。

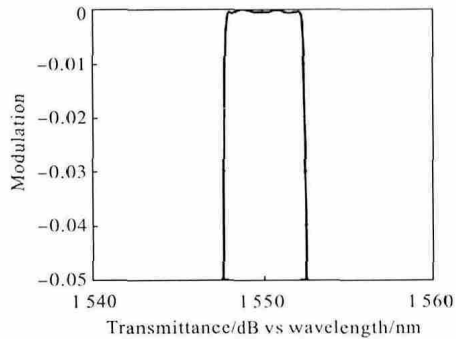


图 2 膜系添加匹配层后通带设计曲线

Fig.2 Theoretical design curve of coating after adding the matching layer

从图 2 中可看出曲线通带波纹较为平滑, 达到了滤光膜的使用要求。但薄膜总层数达到了 148 层, 总厚度为 34  $\mu\text{m}$ , 制备滤光膜时, 其膜层厚度是通过 1550 nm 激光光源直接监控基片进行控制的, 为不影响光控极值法的监控精度, 需在基片背面镀制一个增透膜来增强光控信号强度, 并在滤光膜制备完成后抛除增透膜进行后续制备工作。利用 TFCalc 软件模拟和优化, 得到背面增透膜系: G11.628 6H 1.708 6L 1.575 6H 1.052 6L 1A, 分别将滤光膜和增透膜系导入 TFCalc 软件中的 layersfront 和 layersback 中, 得到滤光膜设计曲线见图 3(a), 其通带宽度为 5.2 nm, 峰

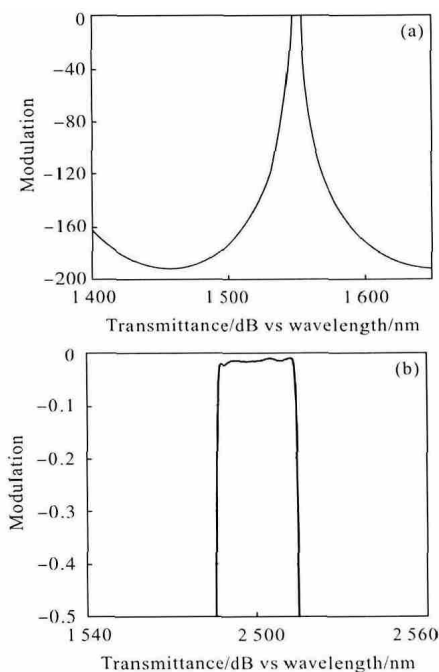


图 3 双面镀膜时理论设计曲线和双面镀膜时通带设计曲线

Fig.3 Theoretical design curve of double-faced coating and passband design curve of double-faced coating

值最大透过损耗为  $-0.0026$  dB, 截止陡度(光密度在  $-0.1 \sim -30$  dB 处的波长间隔)为 1.2 nm, 从图 3(b)可以看出滤光膜通带接近矩形。

## 2 薄膜制备

滤光片是在 VEECO-SPECTOR 离子溅射镀膜机上制备的, 该设备配备 16 cm 和 12 cm 两个射频离子源, 16 cm 射频离子源(溅射源)用于清洁靶材并在镀膜过程中轰击靶材, 将膜料溅射到基片表面; 12 cm 射频离子源(辅助源)用于对基片表面预清洗并在镀膜过程中辅助蒸镀增强膜层致密性。溅射源参数对薄膜的光学、机械特性和成膜速率起着主要作用, 另外真空度、基底温度等条件的改变都会对薄膜特性产生影响, 通过多次实验进行优化, 得到表 1 所示工艺参数, 此时  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  和  $\text{SiO}_2$  薄膜光学、机械特性良好, 溅射速率也最为稳定。

表 1 主要溅射工艺参数

Tabl.1 Main parameters of sputtering process

Substrate temperature / $^{\circ}\text{C}$	Back-ground pressure /Pa	$\text{Nb}_2\text{O}_5$ working pressure /Pa	$\text{SiO}_2$ working pressure /Pa	Sputtering source voltage /eV	Sputtering source current /mA
120	$1.0 \times 10^{-4}$	$1.0 \times 10^{-2}$	$1.1 \times 10^{-2}$	1250	600

### 2.1 辅助源参数优化

为进一步提高膜层的致密性, 沉积过程中采用了辅助离子源, 通过查阅文献得知, 选择不同的辅助源工艺参数对  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  薄膜的消光系数影响不同<sup>[6]</sup>, 高截止度滤光的膜层数较多, 通带损耗要求很小, 即使有微小的吸收损耗都会影响通带透过率, 因此, 需对辅助源的工艺参数进行优化实验。

辅助源的主要工艺参数有: 离子束能量、离子束流和辅助源氧气流量, 采用常规方法优化工艺参数时, 需对上述因素进行大量组合实验, 过程极为繁琐。根据以往文献记载, 采用正交矩阵法<sup>[7]</sup>优化工艺参数, 可简化实验流程, 但目前关于辅助离子源工艺参数的正交矩阵优化实验并未见过相关报道。现以辅助源参数的改变对  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  薄膜消光系数的影响作为主线, 采用表 2 所示的矩阵形式进行正交矩阵实验, 具体实验参数如表 3 所示。实验在表 1 所示工艺条件下进行。

表 2 正交矩阵实验数据

Tab.2 Data of orthogonal matrix tests

Assist source voltage /eV	Assist source current/mA	Flow of O <sub>2</sub> from assist source	Extinction coefficients of Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (λ=1 550 nm)
+	-	-	2.18×10 <sup>-4</sup>
-	+	-	5.96×10 <sup>-4</sup>
-	-	+	6.78×10 <sup>-4</sup>
+	+	+	0.94×10 <sup>-4</sup>

表 3 正交矩阵的具体参数

Tab.3 Specific parameters of orthogonal matrix

	Assist source voltage/eV	Assist source current/mA	Flow of O <sub>2</sub> from assist source/sccm
-	200	100	6
+	800	200	24

表 2 中消光系数是依据每次实验测得的透射光谱数据,通过光度法反演计算得到的,反演时光学常数采用 Sellmeier 公式拟合,其数学表达式为:

$$n(\lambda) = \left( A_n + \frac{B_n \lambda^2}{\lambda^2 - C_n} \right)^{1/2}$$

$$k(\lambda) = \left[ n(\lambda) \left( B_1 \lambda + \frac{B_2}{\lambda} + \frac{B_3}{\lambda} \right)^{1/2} \right]^{-1}$$

式中: A<sub>n</sub>, B<sub>n</sub>, C<sub>n</sub>, B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub> 和 B<sub>3</sub> 是拟合参量。通过对表 2 实验数据的计算<sup>[8]</sup>得知:在一定的工艺参数范围内,随着辅助源离子束流、离子束能量的增大和辅助源氧气流量的增加,Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 薄膜消光系数有减小的趋势,即适当提高辅助源离子束流和离子束能量,增加充入辅助源的氧气量,有利于获得较低吸收损耗的 Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 薄膜。

实验中发现,当辅助源离子束流达到 200 mA 时,随着离子束能量的增大,制备的 Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 薄膜折射率开始减小。这是由于原子之间的碰撞效应不断加剧,一部分沉积离子溅射出了薄膜表面,导致薄膜变得疏松引起的。经过多次实验,最后确定辅助源的离子束能量为 600 eV,离子束流为 150 mA,此时制备的薄膜吸收损耗小并且折射率较高。

保证溅射过程中氧偏压不变,当辅助源中 O<sub>2</sub> 充入量较少时,制备的 Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 薄膜消光系数较大,这是因为氧原子的溅射率高于铌原子<sup>[9]</sup>,在辅助源的轰击下氧原子优先溅射后没有足够的氧离子进行弥

补,制备的薄膜严重失氧,导致了薄膜吸收损耗较大。当辅助源 O<sub>2</sub> 流量增至 12 sccm 时,不会出现该现象。考虑到以上因素及设备的稳定性,最后得到制备 Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 薄膜的辅助离子源工艺参数如表 4 所示,经实验验证在此工艺参数下制备的 SiO<sub>2</sub> 薄膜光学特性依旧优良。

表 4 优化后的辅助源工艺参数

Tab.4 Process parameters of assist source after optimization

Assist source voltage /eV	Assist source current /mA	Flow of O <sub>2</sub> from assist source
600	150	12

### 2.2 沉积工艺

利用优化后的工艺在基片背面镀制增透膜,经测试合格、翻面清洁后,将基片放入真空室并开启公转,待基片转速稳定在 800 r/min,运行 spot finder 程序调节光控信号至最强,按照最终设计的膜系进行制备。滤光膜制备时的膜层厚度由激光光源直接监控基片来控制,具体的膜厚监控策略如下:采用光控极值法直接监控各腔内的周期膜系膜层厚度,采取平均时间监控法监控连接各腔的耦合层厚度<sup>[10]</sup>,对于非周期优化层,用时间监控法控制厚度。

## 3 测试结果与分析

### 3.1 光谱特性的测试与分析

测试装置由 Agilent 光波测量系统和外光路及测试平台组成。应用该测试系统,对制备的滤光片进行测试,结果如图 4 所示。

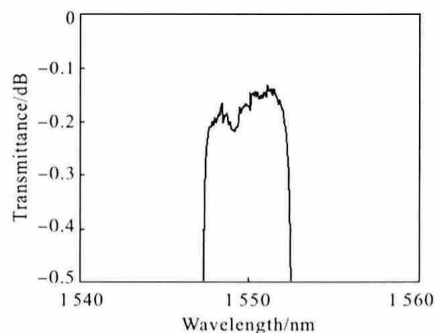


图 4 滤光片测试曲线

Fig.4 Measured transmittance curve of filter

从图 4 可看出滤光膜的通带损耗约为-0.23 dB,此时滤光片无法保证测试光信号具有较高的强度。

利用 Macleod 软件进行模拟分析,发现造成通带透过损耗过大的主要原因有:第一,由于单次滤光膜的制备时间超过了 24 h,随着实验的进行,会出现一定程度的设备误差,导致  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  和  $\text{SiO}_2$  的沉积速率发生一定程度的改变,当薄膜材料的实际沉积速率与极值法监控程序所记录的沉积速率出现偏差后,实时监控系统的拟合情况会受到影响,进而产生了膜厚监控误差;第二,相比于 Nb 靶材, $\text{SiO}_2$  从开始溅射至沉积速率稳定过程较缓慢<sup>[3]</sup>,可能导致采用时间法监控的  $\text{SiO}_2$  膜层厚度出现误差。

为解决上述问题,再次制备滤光膜时,依据滤光膜每个腔前两层薄膜的沉积时间,可计算出  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  和  $\text{SiO}_2$  的实时沉积速率,在光控极值法的拟合监控程序中对沉积速率进行手动标定,并依据设备使用情况将  $\text{SiO}_2$  的预溅射时间由 5 min 延长至 10 min,重新实验后的测试结果如图 5 所示。

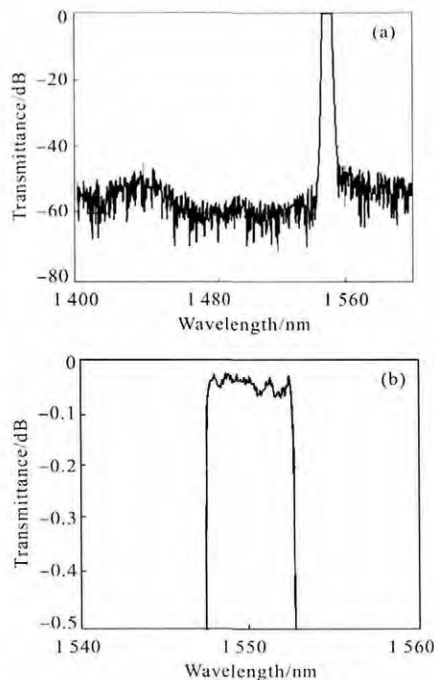


图 5 改进工艺后的滤光片测试曲线和通带测试曲线

Fig.5 Measured curve of filter and passband after improved process

从图 5 看出:测试曲线通带中心波长为 1550.1 nm,通带宽度为 5.1 nm,通带最大损耗为  $-0.07$  dB,光密度在  $-0.1 \sim -30$  dB 处的波长间隔为 1.9 nm,滤光膜满足了波导精密测试系统的使用要求,但与理论设计仍存在差别,其主要原因有:1) 拟合的膜层材料折射率

与实际膜层材料折射率的差别,这不仅影响通带透过率而且影响通带宽度;2) 膜层厚度的累计误差以及设备和人为误差;3) 测试系统存在的微小误差。

### 3.2 高低温测试

对滤光片样品进行  $200^\circ\text{C}$  阶梯型高温退火,利用 CSPM5500 型原子力显微镜测得退火前后薄膜表面形貌如图 6 所示。

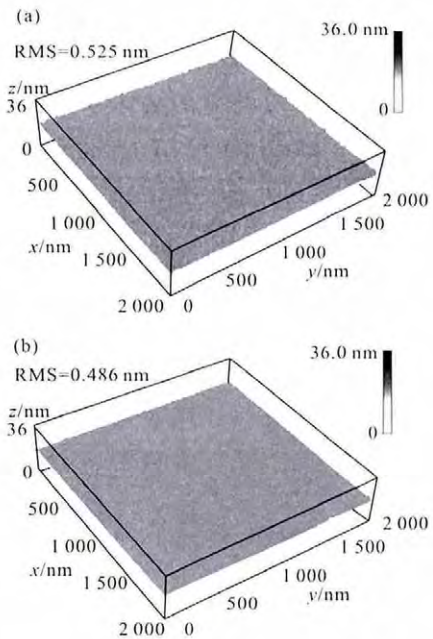


图 6 退火前膜层表面形貌图和退火后膜层表面形貌图

Fig.6 Film surface morphology before and after annealing

从图 6 中可以看出,退火后膜层表面均方根 RMS 约减小了 0.039 nm,膜层表面粗糙度略有改善。因此滤光片镀制完成后可采用  $200^\circ\text{C}$  退火工艺进行处理。

### 3.3 附着性测试

用 2 cm 宽剥离强度不小于  $2.94 \text{ N/cm}^2$  的胶带纸粘牢在膜层表面,重复 20 次垂直迅速拉伸样品表面薄膜,膜层无脱落、无损伤。

## 4 结束语

通过对高截止度滤光膜的深入研究,采用了实时标定  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 、 $\text{SiO}_2$  沉积速率和延长  $\text{SiO}_2$  靶材预溅射时间的方法,解决了膜厚监控误差大的问题;利用正交矩阵法简化了实验过程,缩短了辅助源工艺优化周期;最终制得的滤光片背景深度高于  $-30$  dB,截止陡度(光密度在  $-0.1 \sim -30$  dB 处的波长间隔)为 1.9 nm。

经实验验证,该滤光片对波导测试系统起到了减少入射光损耗、增强测试信号并排除杂光干扰的作用,提高了 BaTiO<sub>3</sub> 单晶薄膜高速电光调制器的波导测试精度,但实际制备的滤光片与理论设计仍存在差距,因此对镀制工艺参数有待进一步的研究和改进。

#### 参考文献:

- [1] Masuda S, Seki A, Shiota K, et al. Electro-optic and dielectric characterization of ferroelectric films for high-speed optical waveguide modulators [J]. *Journal of Applied Physics*, 2011, 109(12): 124108-1-124108-6.
- [2] Tang P, Meier A L, Towner D J, et al. High-speed travelling-wave BaTiO<sub>3</sub> thin-film electro-optic modulators [J]. *Electronics Letters*, 2005, 41(23): 1296-1297.
- [3] Liu Hongxiang, Li Linghui, Shen Lin, et al. Thickness modify of time-power monitoring of ion beam sputter depositing optical thin films [J]. *Optical Instruments*, 2004, 26(2): 91-94. (in Chinese)  
刘洪祥,李凌辉,申林,等.时间监控离子束溅射沉积光学薄膜的厚度修正[J].光学仪器,2004,26(2):91-94.
- [4] Gu Peifu, Bai Shengyuan, Li Haifeng, et al. Design of DWDM thin-film interference filters [J]. *Acta Optica Sinica*, 2002, 22(7): 794-797. (in Chinese)  
顾培夫,白胜元,李海峰,等.密集型波分复用薄膜干涉滤光片的设计[J].光学学报,2002,22(7):794-797.
- [5] Tang Jinfa, Gu Peifu, Liu Xu, et al. Modern Optical Thin Film Technology [M]. Hangzhou: Zhejiang University Press, 2006: 123-131. (in Chinese)  
唐晋发,顾培夫,刘旭,等.现代光学薄膜技术.杭州:浙江大学出版社,2006:123-131.
- [6] Yuan Wenjia, Zhang Yueguang, Shen Weidong, et al. Characteristics of Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> thin films deposited by ion beam sputtering [J]. *Acta Physica Sinica*, 2011, 60(4): 688-693. (in Chinese)  
袁文佳,章岳光,沈伟东,等.离子束溅射制备 Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 光学薄膜的特性研究[J].物理学报,2011,60(4):688-693.
- [7] Pan Yongqiang, Huang Guojun. Infrared optical properties of amorphous silicon films deposited by electron beam evaporation [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2011, 40(11): 2233-2237.  
潘永强,黄国俊.电子束热蒸发非晶硅薄膜红外光学特性[J].红外与激光工程,2011,40(11):2233-2237.
- [8] YW Leung, Y Wang. An orthogonal genetic algorithm with quantization for global numerical optimization [J]. *IEEE Transactions on Evolutionary Computation*, 2001, 5(1): 41-53.
- [9] Mohan S, Krishna M. A review of ion beam assisted deposition of optical thin films [J]. *Vacuum*, 1995, 46(7): 645-659.
- [10] Li Shan, Fu Xiuhua, Su Jiani, et al. Fabrication of filter film using in lidar ranging system [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2010, 39(5): 853-856. (in Chinese)  
李珊,付秀华,苏佳妮,等.激光雷达测距系统中滤光片的制备[J].红外与激光工程,2010,39(5):853-856.