

# 反应离子束微细加工全息闪耀光栅研究

傅新定 郑延芳 陈莉芝 任琮欣  
(中国科学院上海冶金研究所)

蔡雪强 曲志敏 徐英明 李美月  
(上海市激光技术研究所)

## 提 要

本文报道以无透镜傅里叶全息术变换记录的全息光栅作掩膜,应用反应离子束入射角控制光栅闪耀角,选择了合适刻蚀工艺参数,制得衍射效率为67%的 $\text{SiO}_2$ 全息闪耀光栅。

自从1968年Sheridon<sup>[1]</sup>运用Denisyuk原理制出了全息闪耀光栅。之后,各国学者对全息闪耀光栅的理论和实验进行了大量的研究<sup>[2~5]</sup>。近年来,Johnson用氩离子束刻蚀GaAs闪耀光栅并对其剖面形状作了详细的剖析<sup>[6]</sup>。Brown等发展了既有物理溅射又有化学反应的反应离子束刻蚀技术<sup>[7]</sup>,这种技术具有槽形倾角可控,刻蚀速率快,选择性好,表面损伤小等优点,是有广泛应用前景的微细加工技术,现已被用来制作全息闪耀光栅。

本文主要报道用 $\text{CF}_4$ 反应离子束制作 $\text{SiO}_2$ 全息闪耀光栅的部分实验结果。由于这种技术对 $\text{SiO}_2$ 的刻蚀速率较AZ1350光刻胶快,且改变束入射角可方便地控制光栅的沟槽形状,因此,是制备 $\text{SiO}_2$ 全息闪耀光栅的有效方法。

## 一、实验方法

### 1. 全息光栅掩膜条纹制备

离子束刻蚀全息闪耀光栅一般可分为三个步骤,如图1所示。为便于观察光栅沟槽剖

(a) 涂胶



(b) 全息曝光



(c)  $\text{CF}_4$  反应离子束刻蚀

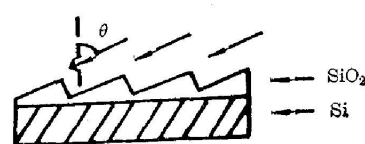


图1  $\text{SiO}_2$  全息闪耀光栅制造工艺

Fig. 1 The fabrication process of  $\text{SiO}_2$  blazed grating

面形状,采用热氧化生成的  $\text{SiO}_2$  作衬底。所用光刻胶为 AZ1350 B,显影剂 MF 312,涂层厚度约  $0.3\mu$ ,激光波长用 He-Cd 激光器的  $4416\text{ \AA}$  谱线,全息曝光装置如图 2 所示。

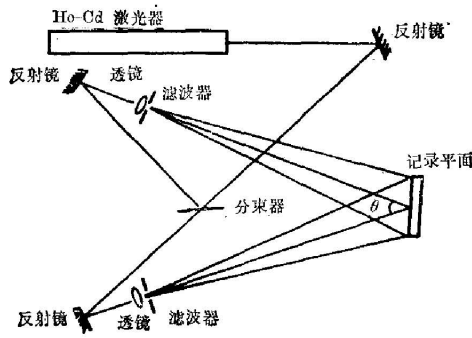


图 2 无透镜傅里叶全息记录装置  
Fig. 2 Lensless Fourier hologram recording arrangement

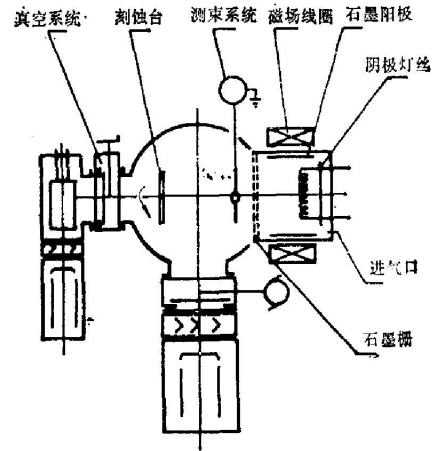


图 3 反应离子束刻蚀装置示意图  
Fig. 3 Schematic of the reactive ion beam etching apparatus

## 2. 反应离子束刻蚀

将具有全息光栅掩膜图形的  $\text{SiO}_2$  衬底,用图 3 所示反应离子束刻蚀装置进行刻蚀转移。该装置采用石墨离子源和石墨栅。离子束有效束径  $\phi 100\text{ mm}$ ,离子能量  $300\sim 1000\text{ eV}$ ,束流密度  $0\sim 1.0\text{ mA/cm}^2$  连续可调,束流稳定性  $\leq \pm 2\%/hr$ ,束流均匀性  $\pm 5\%$ 。反应气体采用纯度为 99% 的  $\text{CF}_4$ ,用质量流量计控制进气量。刻蚀条件为离子能量  $900\text{ eV}$ ,束流密度  $0.3\text{ mA/cm}^2$ , $\text{CF}_4$  反应离子束入射角  $60^\circ$ ,刻蚀时间  $16\text{ min}$ 。刻蚀后,沿硅晶体轴向进行解理,获得槽形剖面,然后用扫描电镜观察光栅槽形剖面形状。

## 二、实验结果和讨论

### 1. 浮雕光栅形状控制

(1) 在不计光刻胶-衬底界面反射及特征曲线线性化的条件下,浮雕光栅形状主要由曝光量、光刻胶厚度、显影条件(时间、浓度)决定。图 4 就是上述三要素的相互关系的示意图。其中  $T_2$ 、 $T_1$  ( $T_2 > T_1$ ) 为显影时间,  $h$  为光刻胶厚度。对于一定的显影条件,  $d \sim E$  关系即为光刻胶的特征曲线。鉴于特征曲线的功能及控制浮雕光栅沟槽的要求,所以在研究光栅之前,一般均需依实验所得数据绘制出光刻胶的特征曲线。图 5 是我们的实验结果。考虑到实验的简便和重复性,实际上是根据离子束刻蚀要求,通过调节曝光量来控制浮雕光栅条纹的占空比(即条纹宽度  $r$  和光栅周期  $\lambda$  之比  $r/\lambda$ )。

设两束干涉光的强度分别为  $I_1$  和  $I_2$ ,则光刻胶面上的总光强为

$$I_0(x) = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \cos(2\pi x/\lambda), \quad (1)$$

令  $I_1/I_2 = A = 1$ (等光强干涉),并设曝光时间为  $t$ ,则曝光量为

$$I_0(x) \cdot t = 2I_2 [1 + \cos(2\pi x/\lambda)] \cdot t. \quad (2)$$

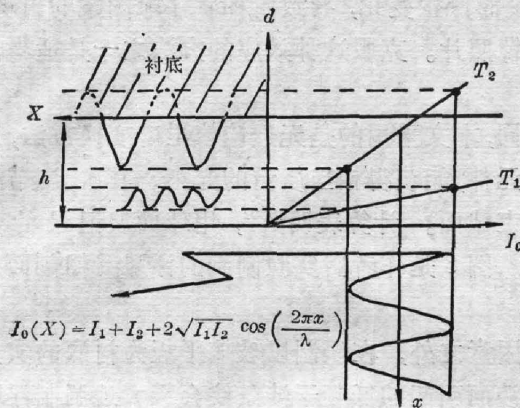


图4 正性光刻中浮雕光栅的形成  
Fig. 4 The relief grating formation in positive photoresist

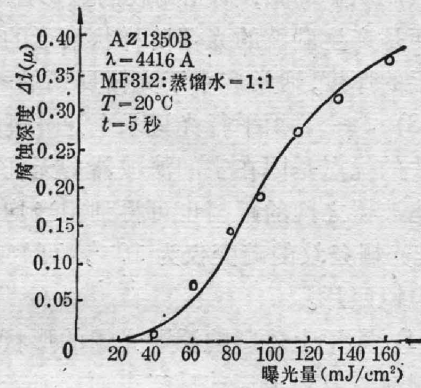


图5 光刻胶曝光特征曲线  
Fig. 5 The exposure characteristics curve of the photoresist

图6(a)、(b)分别为曝光量变化曲线及相应光刻胶浮雕光栅形状的示意图。其中  $Q$  为光刻胶的灵敏度, 即在一定显影条件下, 将一定厚度的胶层去除所需的曝光量。

为求出曝光量和条纹占空比的定量关系, 令  $x' = x - (\lambda/2)$ , 所以

$$I_0(x') \cdot t = 2I_2 \left\{ 1 + \cos \frac{2\pi [x' + (\lambda/2)]}{\lambda} \right\} t, \quad (3)$$

当  $x' = (r/2)$  时, 等式的左端便等于  $\theta$ , 即可得到

$$(\theta/I_2 t) = 2[1 - \cos(r/\lambda)\pi]. \quad (4)$$

根据(4)式, 控制  $t$  就可控制占空比  $(r/\lambda)$ 。取  $(r/\lambda) = 1/2$  时, 在  $I_2$  为  $0.345 \text{ mW/cm}^2$  时,  $t$  一般控制在  $180 \text{ sec}$ 。

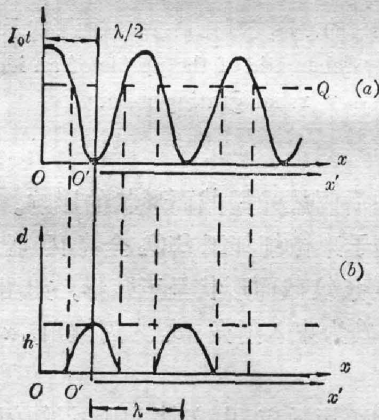


图6 浮雕光栅槽形与曝光量关系  
Fig. 6 The dependence of relief grating profile on the exposure

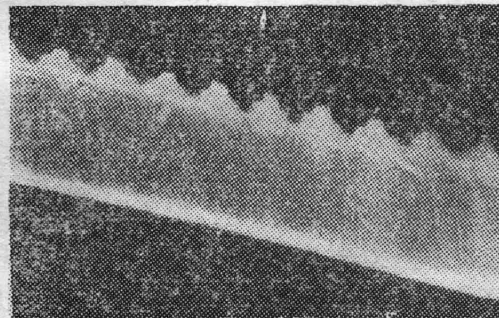


图7 驻波引起的光栅阶梯状槽形的扫描电镜照片 ( $\times 10000$ )  
Fig. 7 The step structure of the photoresist caused by standing wave ( $\times 10000$ )

(2) 实际上, 由于 AZ1350 光刻胶折射率与  $\text{SiO}_2$  折射率的差异 (在  $\lambda = 4416 \text{ \AA}$  时,  $n_{\text{AZ}} = 1.674$ ,  $n_{\text{SiO}_2} = 1.523$ ), 所以曝光时, 两束入射光和两束由光刻胶- $\text{SiO}_2$  界面引起的反射光之间干涉而在沿光刻胶深度方向上产生令人烦恼的纵向干涉条纹, 即所谓驻波效应。若

这种效应明显的话,则光刻胶的显影速率随深度而产生变化,导致阶梯状浮雕图案的出现。图 7 便是产生驻波的光栅阶梯状槽形的扫描电镜照片。克服这种效应的方法之一是适当选取胶层的厚度,通常应小于光栅周期的一半。

(3) 与一般用平行光记录全息光栅光路不同,本文采用的是无透镜傅里叶变换方法,这种方法的优点是因在空间滤波器后无任何光学元件,能获得相当质量的光束。其次,调节样品与滤波器之间的距离也可得到相当均匀的光束截面。计算表明<sup>[8,9]</sup>,用球面波记录的光栅,其光栅条纹的畸变仅为  $10^{-7}$ ,可忽略不计。图 8 是作者们实验制到的浮雕光栅剖面的扫描电镜照片。

(4) 除了上述影响浮雕光栅的形状和质量因素之外,在研制以玻璃平板为衬底的实用化光栅时,发现玻璃前后二表面反射光相互干涉而引起的低频干涉条纹会极大地调制浮雕光栅的条纹。为消除这一影响,必须消除后表面反射。虽然用黑漆之类的吸收体或蒸镀增透膜,可使条纹反差下降而有所改善,但终究难以根除。实验中发现,若用 HB 玻璃作衬底或在玻璃平板背面放置折射率匹配液是比较理想的方法。作者所用的匹配液是由折射率为  $n_D=1.45$  的煤油和折射率为  $n_D=1.66$  的  $\alpha$ -溴代奈混合而成。

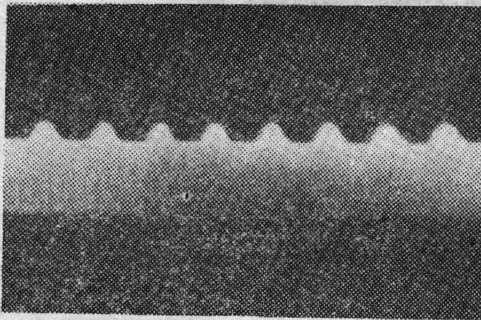


图 8 浮雕光栅剖面 ( $\times 10000$ )

Fig. 8 The profile of the relief grating)

( $\times 10000$ )

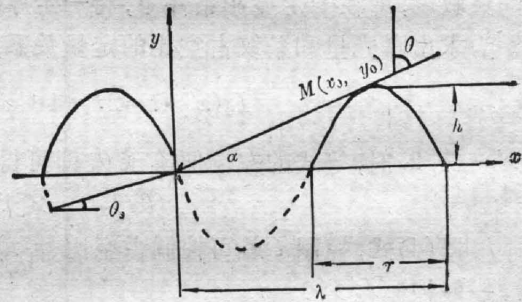


图 9 理想的浮雕光栅掩膜条纹截面形状示意图

Fig. 9 Schematic of the profile of an ideal relief grating mask

## 2. 反应离子束刻蚀工艺参数控制

(1) 全息光栅掩膜条纹截面形状对反应离子束刻蚀后闪耀光栅截面形状的影响。

闪耀光栅截面形状控制特别是控制闪耀角是反应离子束微细加工  $\text{SiO}_2$  全息闪耀光栅的工艺关键。为获得理想光栅槽形,要求全息光栅掩膜条纹截面形状呈正弦形,如图 9 所示。图中  $h$  为掩膜高度,  $r$  为条纹宽度,  $\lambda$  为光栅周期,  $\theta$  为束入射角,  $\theta_s$  为闪耀角,  $\alpha$  为束倾斜角。

由于反应离子束刻蚀的离子直进性和离子束刻蚀的荫影效应,由文献 [10] 得知闪耀角  $\theta_s \cong (87^\circ - \theta)$ ,  $\theta$  为离子束入射角。本文的实验结果与其相一致。

为避免沟槽底部或顶部出现平台,入射离子束的最佳状态应如图 9 所示,即离子束刚好入射到正弦形光刻胶的根部,且占空比  $(r/\lambda) = 1/2$ 。由于光栅的周期和闪耀角都是既定的,因此掩膜的高度  $h$  有一最佳值。图 9 光刻胶的曲线方程可表为

$$y = -h \sin(2\pi x/\lambda), \quad y' = -(2\pi h/\lambda) \cos(2\pi x/\lambda). \quad (5)$$

曲线上任一点  $M(x_0, y_0)$  的切线方程则为



$$y - y_0 = f'(x_0)(x - x_0), \quad (6)$$

如图 9 所示时,  $M$  点的切线过原点 ( $x=y=0$ ), 且  $(\lambda/2) < x_0 < (3/4)\lambda$ 。则(6)式变为  $-y_0 = -f'(x_0)x_0$ , 即可简化为

$$\operatorname{tg}\left(\frac{2\pi x_0}{\lambda}\right) = \frac{2\pi x_0}{\lambda}. \quad (7)$$

设  $X_0 = (2\pi x_0/\lambda)$ , 则  $\operatorname{tg} X_0 = X_0$  用计算机算得  $X_0 = 4.49341$ , ( $|\operatorname{tg} X_0 - X_0| < 10^{-5}$ )。因而可得

$$x_0 = (X_0 \lambda / 2\pi) = 0.715 \lambda,$$

$$y_0 = -h \sin\left(\frac{2\pi x_0}{\lambda}\right) = 0.976 h,$$

$$\operatorname{tg} \alpha = (y_0/x_0) = 1.365 h/\lambda.$$

由上述的  $\theta_s$  与  $\theta$  的关系可知,  $\alpha \cong \theta_s + 3^\circ$ 。因此可得

$$h \cong 0.733 \operatorname{tg}(\theta_s + 3^\circ) \lambda.$$

例如, 周期  $\lambda = 1.0 \mu$  时, 若闪耀角为  $12^\circ$ , 则光刻胶高度  $h$  应为  $1946 \text{ \AA}$ 。光刻胶的高度是通过控制光刻胶的粘度和涂胶机的转速来控制的。假定  $\theta$ 、 $h$ 、 $\lambda$  保持不变, 若  $(r/\lambda) < 1/2$ , 则部分未受到掩膜作用, 离子束刻蚀后, 沟槽底部将会出现平台。若  $r/\lambda > 1/2$ , 则由于离子束刻蚀的荫影效应而使离子束先刻到掩膜上, 引起掩膜图形变化, 最终导致光栅截面形状变坏。为此, 在刻蚀前, 我们必须清楚地知道浮雕光栅基本形状。根据图 8 浮雕光栅实际形状, 选择合适的刻蚀条件为: 离子束入射角  $60^\circ$ , 离子能量  $900 \text{ eV}$ 、束流密度  $0.3 \text{ mA/cm}^2$ 、刻蚀时间  $12 \text{ min}$ , 进行  $\text{CF}_4$  离子束刻蚀转移。刻蚀后的  $\text{SiO}_2$  全息闪耀光栅剖面形状的扫描电镜照片示于图 10。

由图 10 可知  $\theta_s \cong 27^\circ$ , 槽形表面清晰、无沾污。沟槽底部及顶端均未出现平台, 说明刻蚀时间较为合适。若刻蚀时间选择不当都会影响光栅截面形状。刻蚀时间少则有光刻胶残留, 去胶后必然会出现平台。刻蚀时间过长由于各点刻蚀速率不一, 顶端尖角就会被削平。显然两者都会严重影响所得  $\text{SiO}_2$  闪耀光栅的质量。

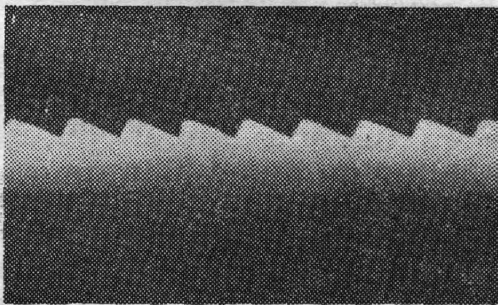


图 10  $\text{SiO}_2$  全息闪耀光栅剖面形状 ( $\times 10000$ )

Fig. 10 The profile of  $\text{SiO}_2$  holographic blazed grating ( $\times 10000$ )

## (2) 刻蚀速率与入射角关系

$\text{CF}_4$  反应离子束刻蚀速率与入射角、束流密度、离子能量密切相关。图 11 显示了  $\text{SiO}_2$  刻蚀速率与入射角关系的实验结果, 实线  $\circ$  为松井真二<sup>[11]</sup> 的实验结果。

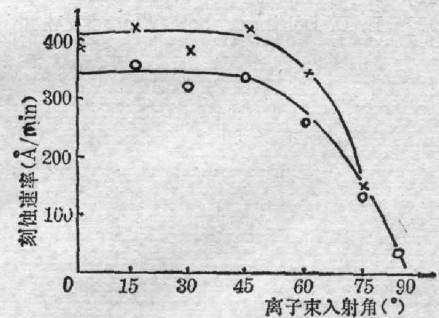


图 11  $\text{SiO}_2$  刻蚀速率与离子束入射角的关系

Fig. 11  $\text{SiO}_2$  etching rate vs ion beam incident angle

由图 11 可见,  $\text{SiO}_2$  刻蚀速率在入射角小于  $45^\circ$  时基本不变, 大于  $45^\circ$  开始明显下降。虽说入射离子到达样品表面的离子数是  $\cos \theta$  的函数, 即随入射角增大而下降。但对纯物理溅射来说, 当入射角小于  $45^\circ$  时, 由于溅射率的较大增加, 故刻蚀速率还是随入射角增大而增加<sup>[12]</sup>; 而对纯化学反应来说则随入射角增大而减小, 增加与减小数值两者基本相当, 故刻蚀速率基本不变。而当入射角大于  $45^\circ$  时, 物理溅射与化学反应都随入射角增大而减小, 因而刻蚀速率明显下降。

#### 四、结 论

实验结果表明用反应离子束刻蚀的全息闪耀光栅, 刻蚀表面清晰、无沾污、轮廓陡直。证明反应离子束刻蚀是一种很有发展前途的闪耀光栅的微细加工方法。它还可在多种衬底材料上制出许多光学器件如紫外偏振器、全息扫描器以及全息图的复制等。

本研究工作是在邹世昌研究员和陈国明同志直接指导下进行的, 扫描电镜照片由唐圣明、树绥娟等同志拍摄, 在此一并致谢。

#### 参 考 文 献

- [1] N. K. Sheridan; *Appl. Phys. Lett.*, 1968, **12**, No. 9 (1 Nov), 316.
- [2] Y. Aoyagi, S. Nambal; *Opt. Acta*, 1976, **23**, No. 9 (Sep), 701.
- [3] 春柳信克信, 難波進; 《応用物理》, 1976, **45**, No. 7 (Jul), 657.
- [4] L. F. Johnson *et al.*; *Appl. Opt.*, 1978, **17**, No. 7 (Jul), 1165.
- [5] A. S. Svakhin *et al.*; *Soviet J. Quant. Electron.*, 1979, **9**, No. 5 (May), 645.
- [6] L. F. Johnson; *Appl. Opt.*, 1979, **18**, No. 15 (1 Aug), 2559.
- [7] D. M. Brown *et al.*; *Appl. Phys. Lett.*, 1980, **37**, No. 2 (15 Jul), 159.
- [8] H. L. Smith; *Proc. IEEE*, 1974, **62**, No. 10 (Oct), 1361.
- [9] S. Austin, F. T. Stone; *Appl. Opt.*, 1976, **15**, No. 9 (Sep), 2126.
- [10] Shinji Matsui *et al.*; *Japan J. Appl. Phys.*, 1980, **19**, No. 3 (Mar), L1126.
- [11] 松井真二; 反応性イオンセームエシチンカしニよち回折格子の作製に関する研究, 大阪大学, 昭和 56 年 2 月。
- [12] L. D. Bollinger; *Solid State Technology*, 1977, **20**, No. 11 (Nov), 66.

## Microfabrication of holographic blazed grating by reactive ion beam etching

FU XINDING ZHENG YANFANG CHENG LIZHI AND REN CONGXIN  
(*Shanghai Institute of Metallurgy, Academia Sinica*)

[CAI XUEQIANG QU ZHIMING XU YINMING AND LI MEIYUE  
(*Shanghai Institute of Laser Technology*)

(Received 22 June 1984)

### Abstract

The  $\text{SiO}_2$  holographic blazed grating with good quality and high diffraction efficiency have been developed by reactive ion beam etching and holographic grating mask made by lensless Fourier transform holography recording.

We investigated the techniques of the photoresist coating, holographic exposure and development so that the mask pattern of the AZ1350 photoresist holographic grating should be made suitable for reactive ion beam etching.

And then, the  $\text{SiO}_2$  holographic blazed gratings with space frequency of 1000 lines/mm are microfabricated by  $\text{CF}_4$  ion beam etching. The etching rate of  $\text{SiO}_2$  and AZ1350 photoresist has been determined.

The blazed angle of gratings can be controlled by varying the incident angle of the ion beam.

The advisable etching technology parameters have been chosen and the experimental results of the  $\text{SiO}_2$  holographic blazed grating with 67% diffraction efficiency have been achieved.