

90°顶角中阶梯光栅的研制

王 琦 郑衍畅 邱克强* 刘正坤 徐向东 付绍军

(中国科学技术大学国家同步辐射实验室, 安徽 合肥 230029)

摘要 结合单晶硅各向异性腐蚀和倾斜光刻技术,在14°斜切(110)单晶硅片上成功制作出90°顶角的中阶梯光栅。在1500~1600 nm波段对其进行了闪耀级次衍射效率测量,测量结果的趋势与C方法计算结果基本吻合,其中在1500~1550 nm波段光栅表现出良好的闪耀特性,效率为理论值的52%~75%,峰值约为58%。讨论并计算了制作工艺中的槽深误差对光栅闪耀级次衍射效率的影响。结果表明,在1500~1550 nm波段,考虑槽深误差计算所得的理论闪耀级次衍射效率约为完美槽形计算效率的77%~85%。

关键词 光栅;中阶梯光栅;单晶硅;各向异性腐蚀技术;光刻技术

中图分类号 TN305.7 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/AOS201434.0905001

Fabrication of Echelle Gratings with 90° Apex Angle

Wang Qi Zheng Yanchang Qiu Keqiang Liu Zhengkun Xu Xiangdong Fu Shaojun

(National Synchrotron Radiation Laboratory, University of Science and Technology of China, Hefei, Anhui 230029, China)

Abstract Echelle gratings with 90° apex angle have been successfully fabricated on 14° off-cut (110) silicon wafer by combining silicon anisotropic etch technique with inclined photolithography. The diffraction efficiency of blazed orders is measured in a wavelength region of 1500~1600 nm. The measurement results agree with theoretical results based on the C method. The grating has a strong blazing effect at wavelengths from 1500 nm to 1550 nm. The measured diffraction efficiency is about 52%~75% of theoretical value, thereinto, the peak efficiency is about 58%. At last, we discuss and calculate the diffraction efficiency of grating blazed orders caused by groove depth error in the production process. The results show that theoretical diffraction efficiency of blazed orders in consideration of groove depth error is about 77%~85% of perfect groove efficiency at wavelengths from 1500 nm to 1550 nm.

Key words gratings; echelle grating; monocrystalline silicon; anisotropic etching technique; photolithography

OCIS codes 050.1950; 040.6040; 050.1970; 110.5220

1 引 言

中阶梯光栅是一种槽形为三角形、周期较大(一般为几十微米)的光栅,一般工作在高衍射级次(30~2500)和大衍射角度(63°~85°)^[1],具有高分辨率和角色散的特点,在光谱仪^[2-3]、天文望远镜和波分复用器等领域中都有着广泛应用^[4]。根据其顶角的不同可分为90°顶角和非90°顶角两大类。大多数应用

中,光学元件设计和制作的目标之一是获得高衍射效率。90°顶角中阶梯光栅可以避免非90°顶角中阶梯光栅存在的遮挡效应,同时在TM偏振下提供完美边界条件,从而可以获得更高的衍射效率^[1]。

目前,90°顶角中阶梯光栅通常采用机械刻划的方法来制作^[5]。然而,刻划光栅的刻槽是先后刻划(犁切、挤压)产生的,存在周期性和随机性位移误

收稿日期: 2014-04-15; 收到修改稿日期: 2014-05-13

基金项目: 国家自然科学基金(11275201)

作者简介: 王 琦(1990—),男,硕士研究生,主要从事单晶硅湿法腐蚀及紫外光刻方面的研究。

E-mail: haishen@mail.ustc.edu.cn

导师简介: 付绍军(1952—),男,教授级高级工程师,博士生导师,主要从事衍射光学、微细加工技术、短波光学等方面的研究。E-mail: sjfu@ustc.edu.cn

* 通信联系人。E-mail: blueleaf@ustc.edu.cn

差,导致“鬼线”(伪谱线)产生。刻刀刀刃微观豁口的存在导致光栅的杂散光较强^[6]。刻划材料内部在挤压过程中积聚了的弹性势能,在挤压力消失后产生一定回弹,影响槽形形状^[7]。

单晶硅各向异性腐蚀技术常被用来制作非 90° 顶角中阶梯光栅^[8-11]。利用单晶硅各向异性腐蚀制作光栅的突出优点是光栅的工作面[(111)晶面]平整而光滑,表面粗糙度约为 0.2 nm^[12]。光栅图形是由掩模板复制或全息干涉得到的,可避免“鬼线”的产生。由各向异性腐蚀形成的光栅刻槽能够减小机械刻划过程中引入的槽形误差。但是,由于单晶硅晶体结构的限制,很难直接制作 90° 顶角中阶梯光栅^[11]。

在利用单晶硅湿法腐蚀制作光栅的基础上,获得一种制作 90° 顶角中阶梯光栅的新方法,即利用单晶硅各向异性腐蚀和倾斜光刻技术,在斜切 Si(110)单晶片上制作出 90° 顶角的中阶梯光栅。本

文给出了 79 line/mm、闪耀角为 76° 的中阶梯光栅实验结果,并对其闪耀级次衍射效率进行了测量,讨论并计算了制作工艺中引入的槽深误差对光栅闪耀级次衍射效率的影响。

2 90° 顶角中阶梯光栅的制作工艺

在标准(110)单晶硅片中,有两组平行的垂直于(110)单晶硅片表面的(111)晶面(AF、CD, BC、EF)和一组相对的与表面夹 35.3° 角的(111)晶面(AB、ED)^[13],如图 1(a)所示。在碱类腐蚀中,(111)晶面的腐蚀速率最慢,比(110)晶面要小 2~3 个数量级。实验中选用的斜切硅片的参考边平行于 AF 或 BC 代表的(111)晶面,当硅片表面光栅掩模平行于参考边进行各向异性腐蚀时,形成的槽为平行四边形结构,如图 1(b)所示。

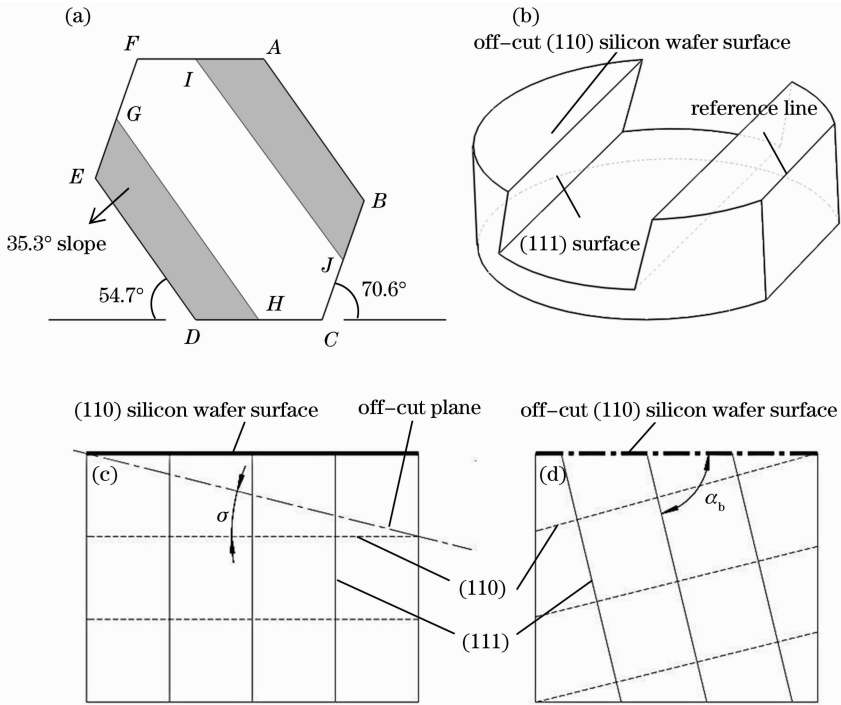


图 1 (a) (110)硅片中(111)晶面分布; (b)斜切(110)硅片各向异性腐蚀后的槽形示意图; (c) (110)硅片斜切前晶面与晶片表面相对位置; (d) (110)硅片斜切后晶面与晶片表面相对位置

Fig.1 (a) (111) planes in (110) silicon; (b) groove profile of off-cut (110) silicon after etching; (c) relative position between crystal planes and wafer surface before off-cut; (d) relative position between crystal planes and wafer surface after off-cut

斜切过程中,斜切面与(110)晶面的夹角为切偏角 σ ,如图 1(c)所示。(111)晶面与斜切面的夹角为光栅最终的闪耀角 α_b ,如图 1(d)所示。切偏角与闪耀角的关系为

$$\sigma + \alpha_b = 90^\circ. \quad (1)$$

通过切偏角 σ 的改变可获得不同闪耀角的光栅。实验中制作的 90° 顶角中阶梯光栅闪耀角为 76°,因此切偏角 σ 为 14°。

90°顶角中阶梯光栅的整个制作工艺如图2所示。可分为三个主要步骤,即基片的准备[图2(a)~(c)]、斜槽光栅的制备[图2(d)~(i)]以及90°顶角阶梯光栅制备[图2(j)~(m)]。

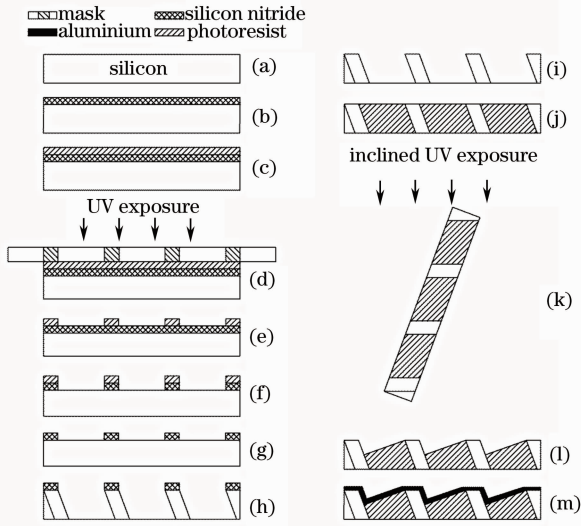


图2 90°顶角中阶梯光栅的制作流程。(a)基底;(b)镀氮化硅;(c)旋涂光刻胶;(d)紫外曝光;(e)显影;(f)ICP刻蚀;(g)去除残余光刻胶;(h)KOH腐蚀;(i)去除残余氮化硅;(j)填胶;(k)倾斜紫外曝光;(l)显影;(m)镀铝膜

Fig. 2 Fabrication process of echelle gratings with 90° apex angle. (a) Basement; (b) coating SiN; (c) spinning photoresist; (d) UV exposure; (e) development; (f) ICP etching; (g) removing residual photoresist; (h) KOH etching; (i) removing residual SiN; (j) filling with photoresist; (k) inclined UV exposure; (l) development; (m) coating Al

1) 基片的准备[图2(a)~(c)]

选用厚度为0.5 mm、直径为50.8 mm的14°斜切(110)硅片作为基底,在斜切后的单晶硅表面镀一50 nm厚度的氮化硅层。在清洗干净并灰化后的硅样片上均匀涂布一层200 nm的RZJ390PG正性光刻胶,放在120 °C热台上前烘2 min以去除光刻胶内溶剂。

2) 斜槽光栅的制备[图2(d)~(i)]

在显微镜下进行样片与掩模板的对准,要求79 line/mm掩模板光栅线条与基片切边平行;然后进行紫外(UV)曝光、显影,将掩模板图形转移到光刻胶上获得光刻胶光栅掩模。利用ICP-98A型高密度等离子体刻蚀机刻蚀表面暴露出来的氮化硅层,去除表面残余光刻胶后获得氮化硅掩模,氮化硅掩模在后续各向异性腐蚀过程中起保护作用。

将氮化硅光栅掩模基片置于质量分数为50%、温度为70 °C的KOH溶液中进行各向异性腐蚀,得到槽形为平行四边形的斜槽微结构;将腐蚀过后的样片置于HF酸中浸泡,以去除氮化硅掩模;使用去离子水清洗并烘干得到平行四边形斜槽硅光栅。

3) 90°顶角阶梯光栅制备[图2(j)~(m)]

采用多次旋涂的方法,以过填充的方式在斜槽硅光栅表面覆盖一层RZJ390PG正性光刻胶;利用ME-3A型多功能磁增强反应离子刻蚀机(RIE)向下刻蚀覆盖住斜槽硅光栅线条的多余光刻胶,使得硅光栅线条暴露出来,并以其作为下一步光刻的天然掩模。

将基片与水平面成76°倾斜放置进行紫外曝光。实验中,基片摆放时要求光栅线条方向平行于水平方向,紫外光入射方向与基片法线夹角为76°,经过显影获得制作完成的90°顶角中阶梯光栅。最后在制作完成的光栅表面沉积一层铝膜。

3 实验结果与讨论

3.1 实验结果

按第2节所述工艺制作出了90°顶角中阶梯光

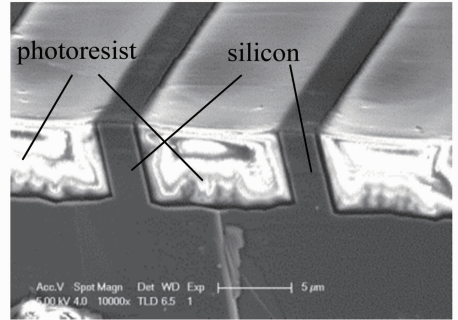


图3 斜槽硅光栅填胶后的截面扫描电镜照片
Fig. 3 SEM picture of chute silicon grating after filling grooves with photoresist

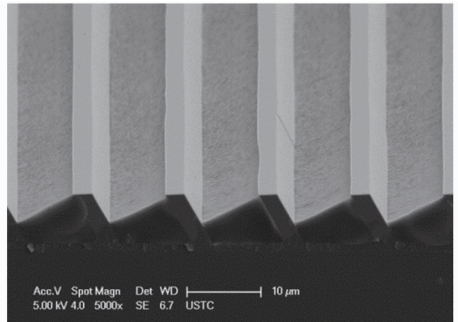


图4 倾斜紫外光刻后的光栅截面扫描电镜照片
Fig. 4 SEM picture of grating after inclined UV-photolithography

栅。图 3 是平行四边形斜槽光栅填胶后的截面扫描电镜(SEM)照片,图 4 是制作完成的中阶梯光栅截面 SEM 照片。

制作完成的光栅的顶角角度是十分重要的结果之一。利用 Canny 方法^[14-15]对光栅截面的 SEM 进行槽形轮廓提取并计算了顶角角度,结果如图 5 所示。图中光栅顶角的偏差为 4.5°、3°、3°和 3°,光栅顶角的偏差为 3.75°。

测量光栅闪耀级次衍射效率的波段是 1500~1600 nm,为保证测量光路能合理安排,入射光偏离自准直角入射,光源型号为 TSL-510,实际光路如图 6 所示。入射角随着波长的不同在 71°~73°之间变动,探测角在自准直角度附近且能够完全接收到衍射光。

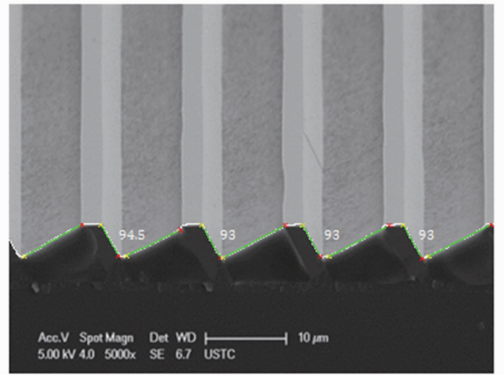


图 5 光栅顶角角度计算结果
Fig. 5 Calculated results of apex angle

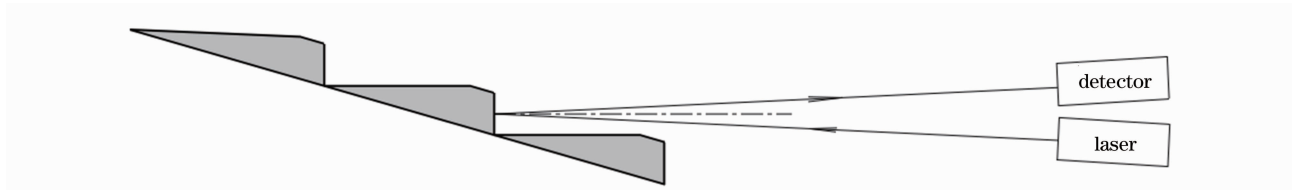


图 6 衍射效率测量装置示意图

Fig. 6 Schematic of diffraction efficiency measurement configuration

利用 C 方法^[16]对设计槽形进行了衍射计算。图 7 为设计槽形截面示意图,其中 p 为光栅周期, a 为顶端平台, d 为光栅计算槽深, θ_2 为光栅闪耀角, $\theta_1 = 90^\circ - \theta_2$ 。计算时取平台的占宽比 $a/p = 16\%$ 。由简单的几何关系计算光栅槽深 d 为

$$d = \frac{1}{2}(p - a)\sin(2\theta_1). \quad (2)$$

根据(2)式计算得到 $d \approx 2.6 \mu\text{m}$ 。

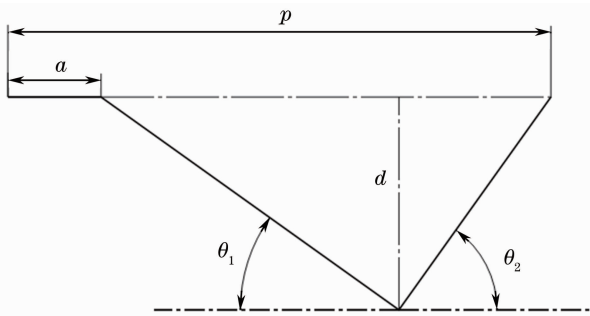


图 7 计算结果对应的光栅槽形示意图

Fig. 7 Schematic of grating groove profile relative to calculated results

图 8 为 TM 偏振下,光栅闪耀级次衍射效率测量曲线和 C 方法理论计算曲线。可以看出在该波段,实际测量的衍射效率变化趋势和计算曲线吻合,但是整体偏低。其中在 1500~1550 nm 波段测量

值为理论值的 52%~75%,峰值约为 58%,在此波段的闪耀级次为 16 级,随着波长的增加,第 16 级次的衍射效率降低,波长增加到 1.57 μm 后第 15 级成为光栅衍射的闪耀级次。导致光栅闪耀级次衍射效率偏低的主要原因是制作过程中引入的槽深误差。当然,衍射效率的测量值中还包括了入射角的偏离、积分计算误差等不可避免的因素带来的影响。

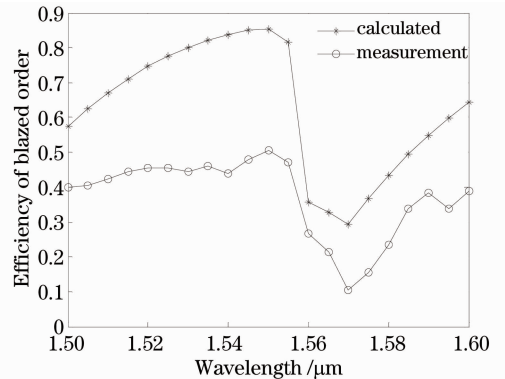


图 8 90°顶角中阶梯光栅实测和理论计算的闪耀级次衍射效率对比图

Fig. 8 Diffraction efficiency comparison diagram of measurement results and calculated efficiency of blazed orders of echelle grating with 90° apex angle

3.2 工艺误差对光栅衍射效率的影响

对实测衍射效率偏低影响最大的因素是制作工艺中引入是槽深误差。图9为槽深误差较大的光栅截面 SEM 照片。其中虚线为倾斜光刻后的完美光刻胶位置,可以看出实际光刻胶面有一定下陷,两者差值与计算槽深之比即为槽深误差(Δ_{er})。图10为具有槽深误差的光栅截面示意图。同样图中虚线为理想光刻胶位置,由对图7的分析可知, d 为计算槽深, d_0 为实际槽深。定义槽深误差为

$$\Delta_{er} = \frac{d_0 - d}{d}. \quad (3)$$

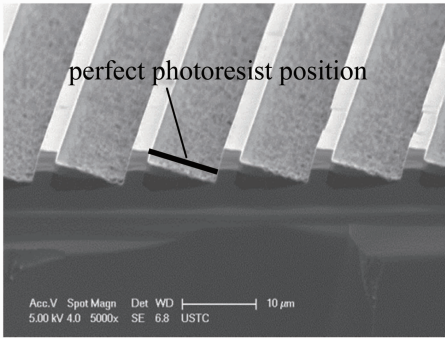


图9 槽深误差较大的光栅截面扫描电镜照片
Fig. 9 SEM picture of grating with large groove depth error

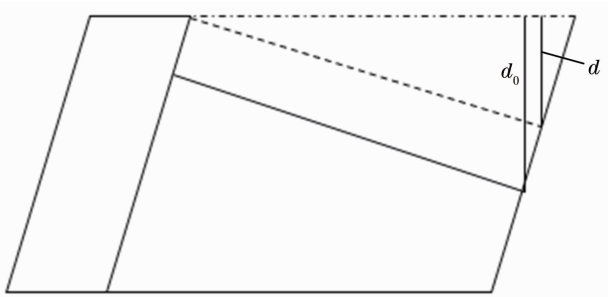


图10 具有槽深误差的光栅截面示意图
Fig. 10 Schematic of cross section of grating with groove error

在填胶的第二步中,需要严格控制 RIE 刻蚀多余光刻胶的时间,尽可能在硅光栅线条刚好暴露出来时停止刻蚀。然而,由于第一步过填胶时多余光刻胶量的不确定性,RIE 停止刻蚀的时间很难准确控制,实验中采用过刻蚀以保证线条能够暴露出来。这是产生槽深误差的主要因素。在倾斜光刻的过程中,还有很多影响因素,如光刻胶对曝光波长的敏感程度、前烘时间和温度、曝光剂量、显影时间等^[17]。这两步工艺多种因素的综合影响,最终导致槽深误差的产生。

图11为不同槽深误差闪耀级次衍射效率理论计

算结果,误差分别为0%、5%、10%、20%。可以看出,随着槽深误差的增加,闪耀级次衍射效率的降低越明显。实验中槽深误差约为10%~15%,在1500~1550 nm波段,其理论闪耀级次衍射效率约为槽形效率的77%~85%。

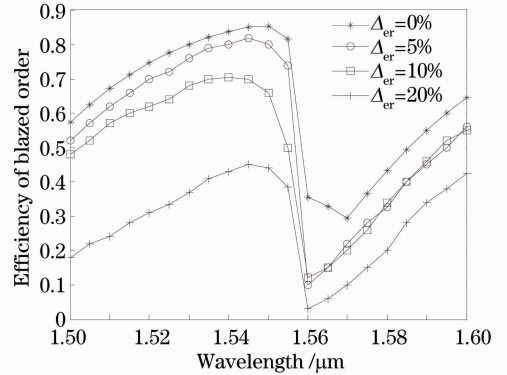


图11 槽深误差分别为0%、5%、10%、20%的理论计算中阶梯光栅闪耀级次衍射效率
Fig. 11 Calculated diffraction efficiencies of blazed order for echelle gratings with groove depth error of 0%, 5%, 10% and 20%

顶端平台的设计占宽比为16%,制作完成的光栅平台比例约为20%。光栅在自准直使用情况下,入射到平台上的光束直接散射或衍射,对光栅衍射效率没有贡献。因此平台比例的影响可以认为是使实测效率较理论效率降低4%。

杂散光、闪耀角误差、光栅周期误差也会影响衍射效率。单晶硅基底中存在的晶格缺陷或杂质、氮化硅层中存在的微型针孔以及光栅制作过程中基底上积累的灰尘或其他污染物都会造成杂散光的出现。光栅的闪耀角等于(111)晶面与基底表面的夹角,因此闪耀角误差由切片精度和斜切后的表面抛光精度决定,闪耀角误差使得衍射光向衍射级次之间扩展,降低衍射级次的衍射效率。光栅的光刻胶掩模是通过掩模板接触式紫外曝光得到的,因此掩模板线条的制作精度直接决定着光栅的周期误差。周期误差会使得闪耀级次中部分光强向其他级次转移,降低闪耀级次的效率。值得注意的是,光栅基底的平面度误差对槽形误差或光栅周期误差影响不大,因此对衍射效率的影响也很小,它只是将衍射级次的光斑展宽,光栅的分辨率受到影响。

4 结 论

提出了一种结合单晶硅各向异性腐蚀和倾斜光刻技术制作90°顶角中阶梯光栅的方法,并且可以

通过改变切偏角来获得不同闪耀角的光栅。使用这种方法成功制作出了 79 line/mm 的 90° 顶角中阶梯光栅, 其闪耀角为 76° 、闪耀面为平整光滑的 Si (111) 面。在 1500~1600 nm 波段对闪耀级次进行了闪耀级次衍射效率测量, 结果表明, 光栅在 1500~1550 nm 波段表现出了良好的闪耀特性, 为理论值的 52%~75%, 峰值为 58%, 测量结果与理论计算结果吻合。讨论并计算了制作工艺中的槽深误差对光栅闪耀级次衍射效率的影响。结果表明, 在 1500~1550 nm 波段, 考虑槽深误差所得的理论闪耀级次衍射效率约为槽形效率的 77%~85%。下一步工作重点是探索降低槽深误差的方法, 提高光栅闪耀级次衍射效率。另外, 可以通过微调倾斜曝光的角度对光栅顶角进行校正, 减小顶角的偏差。

致谢 感谢清华大学的李立峰教授和杨霖博士在光栅效率计算中给予的帮助。

参 考 文 献

- 1 B H Kleemann. Perfect blazing with echelle gratings in TE and TM polarization [J]. *Opt Lett*, 2012, 37(6): 1002-1004.
- 2 Chen Shaojie, Bayanheshig, Pan Mingzhong, *et al.*. Efficient algorithms for echelle spectrograph design and cross-dispersed spectra analysis [J]. *Acta Optica Sinica*, 2013, 33(10): 1030001.
陈少杰, 巴音贺希格, 潘明忠, 等. 中阶梯光栅光谱仪快速设计与谱图分析的数学模型[J]. *光学学报*, 2013, 33(10): 1030001.
- 3 Shi Huan, Zhao Nanjing, Wang Chunlong, *et al.*. Measurement of trace heavy metal zinc in water by laser induced breakdown spectroscopy [J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2012, 49(1): 013003.
石 焕, 赵南京, 王春龙, 等. 应用激光诱导击穿光谱测量水体中痕量重金属锌[J]. *激光与光电子学进展*, 2012, 49(1): 013003.
- 4 Xie Pin, Ni Zhengji, Huang Yuanshen, *et al.*. Application research progress in the echelle grating [J]. *Laser Journal*, 2009, 30(2): 4-6.
谢 品, 倪争技, 黄元申, 等. 中阶梯光栅的应用研究进展[J]. *激光杂志*, 2009, 30(2): 4-6.
- 5 Zhao Cuicui, Ni Zhengji, Zhang Dawei, *et al.*. Research progress in fabrication of ruling gratings [J]. *Laser Journal*, 2010, 31(6): 1-3.
赵翠翠, 倪争技, 张大伟, 等. 刻划光栅制造技术研究进展[J].

- 激光杂志, 2010, 31(6): 1-3.
- 6 Zhao Fuyuan. The principle and characters for applying of echelle [J]. *Spectroscopy and Spectral Analysis*, 1993, 13(3): 101-107.
赵复垣. 刻划阶梯光栅的原理和应用特性[J]. *光谱学与光谱分析*, 1993, 13(3): 101-107.
- 7 Zhang Leilei. Study on Optimization of Process Parameters for Echelle Grating Mechanical Ruling [D]. Changchun: Changchun University of Technology, 2012.
张垒垒. 中阶梯光栅机械刻划工艺参数优化研究[D]. 长春: 长春理工大学, 2012.
- 8 U U Graf, D T Jaffe, E J Kim, *et al.*. Fabrication and evaluation of an etched infrared diffraction grating [J]. *Appl Opt*, 1994, 33(1): 96-102.
- 9 L D Keller, D T Jaffe, O A Ershov, *et al.*. Fabrication and testing of chemically micromachined silicon echelle gratings [J]. *Appl Opt*, 2000, 39(7): 1094-1105.
- 10 J P Marsh, D J Mar, D T Jaffe. Production and evaluation of silicon immersion gratings for infrared astronomy [J]. *Appl Opt*, 2007, 46(17): 3400-3416.
- 11 Jiao Qingbin, Bayanheshig, Tan Xin, *et al.*. Effects of ultrasonic vibration and wettability enhancement on surface roughness on blaze plane of silicon echelon grating [J]. *Acta Optica Sinica*, 2014, 34(3): 0305001.
焦庆斌, 巴音贺希格, 谭 鑫, 等. 超声波震荡法及润湿性增强法对单晶硅阶梯光栅闪耀面粗糙度的影响[J]. *光学学报*, 2014, 34(3): 0305001.
- 12 B Sheng, X Xu, Y Liu, *et al.*. Vacuum-ultraviolet blazed silicon grating anisotropically etched by native-oxide mask [J]. *Opt Lett*, 2009, 34(8): 1147-1149.
- 13 T D James, G Parish, K J Winchester, *et al.*. A crystallographic alignment method in silicon for deep, long microchannel fabrication [J]. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2006, 16(10): 2177.
- 14 Y Li, L Zeng. Analyzing the grating profile parameters based on scanning-electron microscope images [J]. *Key Engineering Materials*, 2008, 381-382: 299-300.
- 15 Dong Jing, Yang Xia, Yu Qifeng. Fast line segment detection based on edge connecting [J]. *Acta Optica Sinica*, 2013, 33(3): 0315003.
董 晶, 杨 夏, 于起峰. 基于边缘连接的快速直线段检测算法[J]. *光学学报*, 2013, 33(3): 0315003.
- 16 L Li, J Chandezon, G Granet, *et al.*. Rigorous and efficient grating-analysis method made easy for optical engineers [J]. *Appl Opt*, 1999, 38(2): 304-313.
- 17 Qiu Keqiang, Xu Xiangdong, Liu Ying, *et al.*. Design and fabrication of gold transmission phase gratings for soft X-rays [J]. *Acta Physica Sinica*, 2008, 57(10): 6329-6334.
邱克强, 徐向东, 刘 颖, 等. 软 X 射线位相型金透射光栅的设计与制作[J]. *物理学报*, 2008, 57(10): 6329-6334.

栏目编辑: 史 敏