

紫外光刻-湿法刻蚀硅中阶梯光栅的研制

杨子江^{1,2,3}, 潘俏^{1,2,3*}, 朱嘉诚^{1,2,3}, 沈为民^{1,2,3}¹江苏省先进光学制造技术重点实验室, 江苏 苏州 215006;²教育部现代光学技术重点实验室, 江苏 苏州 215006;³苏州大学光电科学与工程学院, 江苏 苏州 215006

摘要 湿法刻蚀技术作为中阶梯光栅的主要制备方法之一,具有制造成本低、周期短、杂光少、所制作光栅的闪耀角误差小等优点。为解决某高分辨率光谱仪在近红外波段(800~1100 nm)的分光需求,尝试选择70.52°槽顶角的湿法刻蚀硅中阶梯光栅来代替90°槽顶角的传统中阶梯光栅。依据(100)硅光栅的结构特点以及光学设计给出的光栅工作条件,利用有限元数值计算法求解电磁场分布,理论分析了硅中阶梯光栅在工作波段内多个级次的衍射特性。在此基础上,利用紫外光刻-湿法刻蚀技术,在单晶硅基底上制作了槽密度为42 lp/mm、闪耀角为54.74°、有效面积超过46 mm×28 mm的对称V形槽光栅,并根据制备实验结果分析讨论了工艺过程中硅光栅质量的重要影响因素。测试结果表明,该光栅在各工作级次对应闪耀波长下的衍射效率均在45%~55%范围内,满足指标要求。

关键词 光栅; 中阶梯光栅; 硅光栅; 紫外光刻; 湿法刻蚀; 衍射效率

中图分类号 TN214; TN305.7

文献标志码 A

DOI: 10.3788/AOS230446

1 引言

中阶梯光栅(echelle grating)是一种低槽密度(<100 lp/mm)的锯齿槽闪耀光栅,是高分辨率光谱仪中的核心分光元件,其光学性能介于R. W. Wood设计的小阶梯光栅(echelette grating)与Williams设计的大阶梯光栅(echelon grating)之间,利用其大衍射角度(50°~85°)和高衍射级次(28~200)的特点,可使光谱仪获得高的光谱分辨率和角色散。Harrison等^[1-3]为了研究塞曼效应和同位素的超精细光谱结构以及精准测量复杂原子和分子的光谱波长,提出了中阶梯光栅的概念,该概念从20世纪70年代开始不断得到发展,如今在天文观测、物质分析、波分复用、高分辨率激光器等领域均拥有良好的应用前景。

目前中阶梯光栅的制备方法主要分为机械刻划法、全息离子束刻蚀法、湿法刻蚀法等。机械刻划法是指利用金刚石刻刀挤压基底表面的金属膜从而形成阶梯槽形,可根据所需闪耀角更换刻刀,刻出的槽顶角通常为90°,利用该方法制备的中阶梯光栅具有槽形易调谐、衍射效率高等优点。但目前机械刻划法制作的母光栅成本高昂,且在刻划过程中刀具的磨损以及接触应力的不均都会使光栅表面的粗糙度加大。不仅如此,电机步进运动造成的周期性误差会被记录到光栅

中,在谱线像上产生“罗兰鬼线”。全息离子束刻蚀法主要利用全息干涉法制备光刻胶掩模,再借助离子束刻蚀将掩模图形转移至基底,所制成的光栅具有高信噪比、无鬼线、低杂散光等优点。但是全息离子束刻蚀法的缺点是在制备中阶梯光栅这种低槽密度光栅时要求的干涉光束夹角极小,且掩模厚度大,因此制造难度大。此外,离子束在刻蚀槽深为几微米至几十微米的结构时,需要很长的刻蚀时间,并且闪耀面在长时间的离子束轰击下会变得十分粗糙^[4-5]。

根据掩模制作方法的不同,湿法刻蚀法可细分为紫外光刻-湿法刻蚀法与全息光刻-湿法刻蚀法等。紫外光刻-湿法刻蚀法是指利用紫外曝光和干法刻蚀完成钝化层掩模制备,再选择碱性腐蚀液对失去保护的硅进行各向异性化学腐蚀,从而获取所需槽形。与上述几种中阶梯光栅制备方法相比,紫外光刻-湿法刻蚀法拥有2个优势:第一,利用化学溶液制备这种深槽、大结构光栅时,对设备的要求少,制备成本低、周期短;第二,可以得到十分光滑的光栅闪耀面,侧壁的粗糙度均方根(RMS)误差小于1 nm,光栅杂散光少。1975年,Tsang和Wang^[6]利用半导体工艺在(100)硅片上成功制作了对称的V形槽中阶梯光栅,此后人们对于硅光栅的研究与应用逐渐丰富起来。20世纪90年代,美国得克萨斯大学的Graf等^[7]成功制作了红外波段使

收稿日期: 2023-01-06; 修回日期: 2023-02-06; 录用日期: 2023-02-20; 网络首发日期: 2023-03-09

基金项目: 国家自然科学基金(62205229, 62105230)、中国博士后科学基金(2020M681700)

通信作者: *panqiao@suda.edu.cn

用的硅中阶梯光栅,后将该工艺沿用在棱镜光栅的制造上,为拥有极大角色散的硅棱栅制备提供了可靠的技术支撑。国内方面,2004年中国科学院长春光学精密机械与物理研究所(以下简称“长春光机所”)的鞠挥等^[8]制作出小闪耀角的偏晶向(111)硅光栅,但受金属反射膜质量的影响,在632.8 nm处实测效率仅为32.7%。2014年,中国科学技术大学的王琦等^[9]利用湿法刻蚀和倾斜光刻技术尝试制作了90°顶角的硅中阶梯光栅,但由于制作误差较大,工作波段的实测衍射效率均小于50%。同年,长春光机所的焦庆斌^[10]从超声强化传质机理出发,就如何降低硅中阶梯光栅闪耀面粗糙度进行了深入研究。相比国外,国内有关中阶梯光栅的研究多聚焦于仪器整机设计和应用方面^[11-13],对于核心元器件中阶梯光栅的制造工艺特别是湿法刻蚀技术的报道较少。且现有报道中的多数硅基中阶梯光栅衍射效率偏低,槽形质量不佳,不具备实际应用的能力。

本文就某高分辨率光谱仪近红外波段(800~1100 nm)的分光需求,选择了70.52°槽顶角的硅光栅来替代90°槽顶角的传统中阶梯光栅,依据(100)硅光栅的结构特点与光学设计给出的光栅工作条件,利用有限元数值计算法求解电磁场分布,对光栅各工作级次的衍射特性进行仿真分析。采用紫外光刻-湿法刻蚀技术制备光栅,分析讨论了湿法刻蚀中影响光栅质量的关键工艺,在6 mm厚的单晶硅基底上实现了有效尺寸超过28 mm×46 mm的中阶梯光栅研制,并完成了对衍射效率、槽面粗糙度、槽间距和闪耀角的测试,性能均满足仪器需求。

2 近红外硅中阶梯光栅的衍射特性

2.1 (100)硅光栅的槽形结构

硅中阶梯光栅由湿法刻蚀工艺制成,主要依赖化学溶液在不同晶面上刻蚀速率的各向异性,常选用碱性溶液(如KOH溶液)作为刻蚀剂,在一定条件下,对于(100)、(110)、(111)3个晶面的刻蚀速率比可以达到400:200:1^[14]。在湿法刻蚀过程中,硅基底的表面形状最终由刻蚀速率最慢的晶面决定,化学反应似乎在这些晶面停止,该类晶面被称为自停止面,而凹槽的形貌最终由自停止面决定,产生各向异性的刻蚀效果^[15]。以(100)硅为例,与(100)面互成54.74°的4个(111)面为湿法刻蚀的“自停止面”,当耐腐蚀的钝化层掩模平行或垂直于硅片切边<011>晶向时,条带刻蚀窗口便可以腐蚀出V形凹槽结构,正方形刻蚀窗口则会形成“倒金字塔”结构,如图1所示。

传统中阶梯光栅的槽顶角通常为90°,而硅光栅的槽顶角是由2个相交的(111)面决定的,固定为70.52°,二者的槽形如图2所示,其中AB线所在侧面表示传统中阶梯光栅工作面, θ_B 表示光栅闪耀角, α 表示入射角, θ 表示衍射角, d 表示光栅常数, L 表示光栅

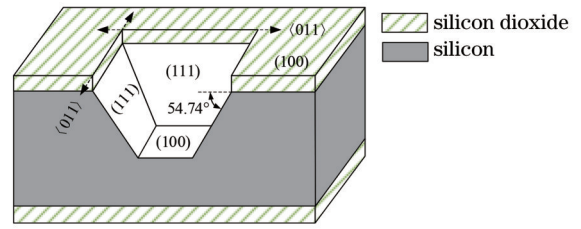


图1 (100)硅的各向异性刻蚀

Fig. 1 Anisotropic etching of (100) monocrystalline silicon

平台宽度。由图2可知,传统中阶梯光栅通常选择小槽面作为工作面,而硅光栅的槽形为对称式结构,在没有对基底进行切偏角处理的情况下,闪耀角 θ_B 固定为54.74°,2个槽面均可作为工作面使用。

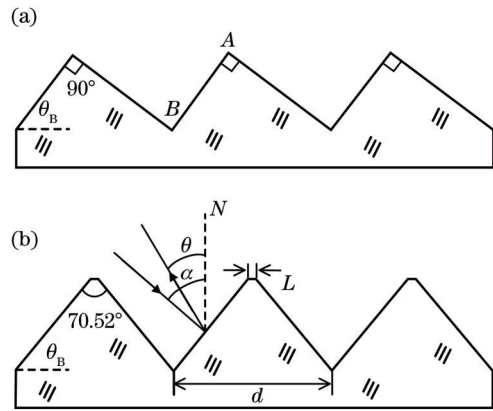


图2 中阶梯光栅示意图。(a)传统中阶梯光栅;(b)硅中阶梯光栅

Fig. 2 Schematics of echelle grating. (a) Traditional echelle grating; (b) silicon echelle grating

2.2 衍射效率仿真与分析

用于高分辨率近红外光谱仪的光栅工作条件如表1所示。

表1 光栅工作指标参数
Table 1 Working parameters of grating

Parameter	Value
Wavelength /nm	800-1100
Groove density / (lp·mm ⁻¹)	42
Incident angle / (°)	54.74
Incident condition	Quasi Littrow mounting
Diffraction order	35-48
Orientation angle / (°)	6.4

利特罗条件是指为了获取最高衍射效率与最佳光谱分辨效果,入射光垂直于光栅刻槽方向入射的工作状态(即 $\alpha=\beta=\theta_B$)。为了便于排布探测器位置,对入射光引入一定的光栅方位角 γ (入射光偏离光栅主截面的角度),此时的光栅在准利特罗条件(quasi Littrow mounting)下工作。设衍射级次为 m ,入射光的中心波长为 λ ,光栅方程可写为

$$2d \sin \theta \cos \gamma = m\lambda。 \quad (1)$$

由于中阶梯光栅具有多级闪耀的衍射特性^[16],需要分别对每个工作级次所对应的自由光谱区进行分析。根据式(1)和自由光谱区的定义,可计算得到各级次对应的自由光谱区 $\Delta\lambda$ 、下限波长 λ_1 、上限波长 λ_2 分别为

$$\begin{cases} \Delta\lambda = \left| \frac{\lambda^2}{2d \sin \theta \cos \gamma} \right| \\ \lambda_1 = \lambda - \frac{\Delta\lambda}{2} \\ \lambda_2 = \lambda + \frac{\Delta\lambda}{2} \end{cases}。 \quad (2)$$

将表1中参数代入式(2),得到各级次对应的自由光谱区,如表2所示。

表2 光栅各工作级次的自由光谱范围
Table 2 Free spectral ranges corresponding to working diffraction orders of grating

Diffraction order	Free spectral range /nm
48	796-813
47	813-830
46	830-849
45	849-868
44	868-888
43	888-909
42	909-930
41	930-953
40	953-978
39	978-1003
38	1003-1030
37	1030-1058
36	1058-1088
35	1088-1119

根据湿法刻蚀硅中阶梯光栅的特有结构,将仿真的光栅槽形参数列出,如表3所示。

表3 光栅槽形参数
Table 3 Parameters of grating groove

Parameter	Value
Groove spacing /mm	23.81
Blazed angle /($^{\circ}$)	54.74
Groove apex angle /($^{\circ}$)	70.52
High-reflecting film	Ag
High-reflecting film thickness /nm	150

利用表1~3中的参数构建光栅模型,结合光栅电磁理论和有限元数值计算法求解光栅在各工作级次对应自由光谱范围的衍射效率,分别通过模拟横电波(TE)和横磁波(TM)的衍射效率,得到自然光条件下的衍射效率,即平均衍射效率。文中出现的衍射效率

均为绝对衍射效率,定义为衍射光能量与入射光能量的比值。

工作波段中共有14个衍射级次,设平台占空比 $f=L/d$,为更好地对比衍射效率与平台占空比之间的关系,选取了3个不相邻的级次进行比较,图3所示为在47、41、36衍射级次下随平台占空比 f 变化的平均衍射效率。由图3可知,硅中阶梯光栅的平均衍射效率随着平台占空比 f 的增加而快速下降,原因是光栅平台与基底平行,当入射光以垂直于刻槽方向入射时,光栅平台会对闪耀面产生遮挡效应,更多的能量会以散射的方式损失。从硅光栅的特殊槽形角度来看,由图2(b)可知,当光栅常数 d 确定时,槽深 h 由平台占空比 f 决定:

$$h = \frac{d(1-f) \tan 54.74^{\circ}}{2}。 \quad (3)$$

由式(3)可知, f 愈大 h 愈小,使得闪耀面缩小,意味着入射光束能垂直照明在闪耀面的部分减少,则闪耀级次下的衍射效率降低。对比图3中不同级次的衍射效率可知:同一槽形结构的光栅在各级次自由光谱范围内的衍射效率曲线变化趋势拥有非常好的一致性;当光栅平台占空比 f 为0时,各级次的衍射效率达到最高,47、41、36级次的衍射效率峰值分别为87.7%、88.0%、87.5%,这说明各个级次所在自由光谱范围内的衍射效率峰值基本相同。综上可知,硅中阶梯光栅的平台成尖角时可获得最理想的衍射效率,且各工作级次的衍射效率曲线之间拥有很好的波长平移性。但在湿法刻蚀光栅的实际制造过程中,要完全消除光栅平台是非常困难的,为提高光栅的衍射效率,须尽可能缩小光栅平台占空比 f 。

2.3 制作容差分析

所用仪器要求各工作级次闪耀波长处的光栅衍射效率高于40%,为能实际制造出符合指标要求的光栅,需要对工艺制造中可能出现的误差进行分析,制定相应容差。对于硅中阶梯光栅而言,制作误差主要分为槽间距误差与平台宽度误差,紫外光刻的光栅槽间距精度是由光刻版的制版工艺决定的,当前工艺制作出的线宽误差小于0.15 μm ,此量级下的槽间距变化基本不会影响光栅的衍射效率。平台占空比是光栅衍射效率的重要影响因素,湿法刻蚀各工艺步骤都有可能造成光栅平台宽度偏离,导致衍射效率下降,因而主要对平台宽度展开容差分析。平台占空比 f 变化下各级次闪耀波长处的衍射效率如图4所示,可知当 f 小于0.3时,光栅可达到指标要求,因此制定的平台宽度容差为 $f \in [0, 0.3]$ 。

3 光栅制作

3.1 实验步骤

硅中阶梯光栅的工艺流程如图5所示,可分为3道主要工序,即基底切割与准备[图5(a)~(c)]、光栅掩

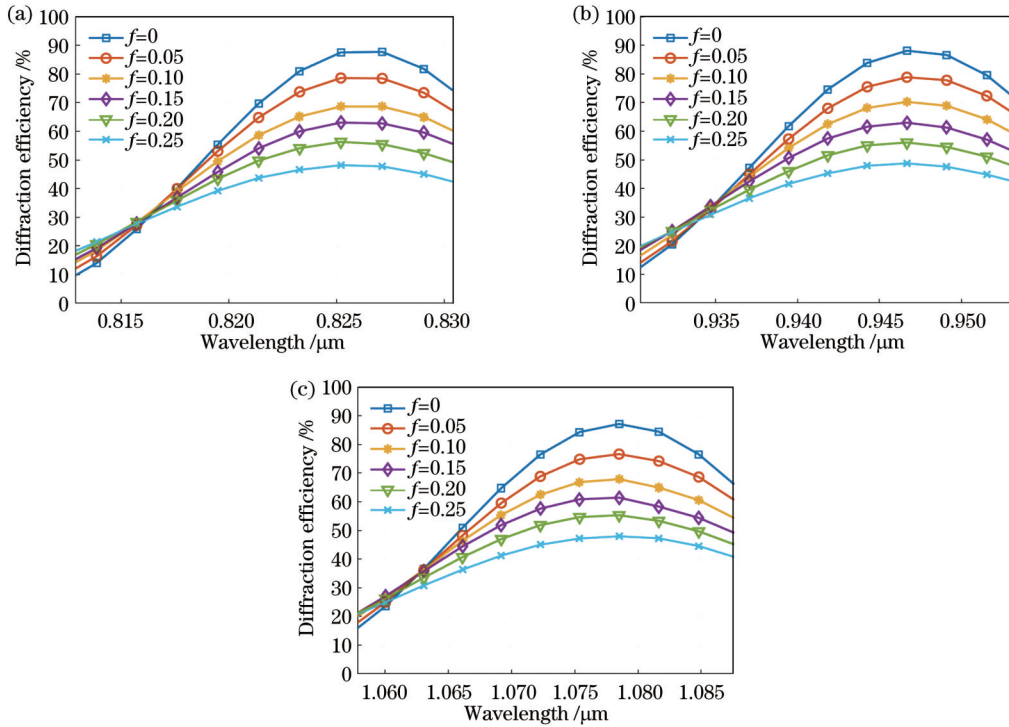


图 3 不同工作级次下随平台占空比 f 变化的衍射效率。(a) 47; (b) 41; (c) 36

Fig. 3 Diffraction efficiency varying with platform duty ratio f at different working orders. (a) 47; (b) 41; (c) 36

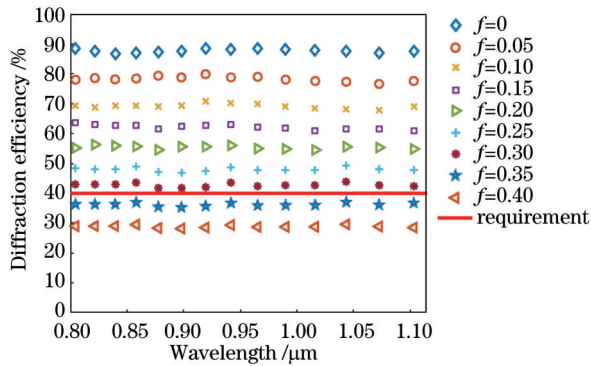


图 4 光栅平台占空比公差分析

Fig. 4 Tolerance analysis of grating platform duty ratio

模制备及转移[图 5(d)~(f)]、光栅结构形成及镀膜[图 5(g)~(h)]。

在基底切割与准备阶段,选取高纯度的本征单晶硅棒,切割出厚度为 6 mm、大小为 60 mm×60 mm、切边均为(011)晶面的(100)硅作为基底。将切好的基底放进高温氧化炉中进行热氧化反应,在整个基底表面生成一层厚度为 500 nm 的致密 SiO₂,氧化过程不会影响基底面形。分别利用丙酮溶液、乙醇溶液、去离子水超声清洗基底以去除表面杂质,再用氧等离子体清洗机轰击基底表面,使表面疏水性变为亲水性,以利于光刻胶的附着。在预处理完成的 SiO₂ 表面旋涂一层约 2 μm 厚的 RZJ-304 正性光刻胶,将其放置在 100 °C 的热板上前烘 5 min 以除去胶中溶剂。

待基底冷却至室温后,利用 365 nm 紫外曝光机进

行紫外光刻,在曝光过程中将掩模版覆盖在基底上,利用显微镜对准基底与光刻版,使栅线与基底切边保持平行。将曝光后的基底浸入碱性显影液中获得梯形光刻胶掩模。利用牛津公司生产的型号为 Plasma Pro-System 100 的 ICP 刻蚀机对光刻胶掩模进行氧等离子体刻蚀,去除凹槽底部残胶并使栅线更加陡直。通入 CF₄ 气体作为刻蚀气体将光栅图形向下转移,确保硅露出以获得有效的湿法刻蚀掩模。

利用丙酮溶液将 SiO₂ 层表面的光刻胶去除,将整个基底水浴加热至 75 °C,浸入质量分数为 40% 的 KOH 腐蚀液中进行湿法刻蚀,在单块光栅刻蚀过程中每间隔 20 min 更换一次腐蚀液,且需伴有磁力搅拌子不断搅拌溶液使得光栅刻蚀均匀。将湿法刻蚀完成的基底置于稀释后的 HF 溶液中浸泡 20 min 左右,以除去表面的 SiO₂。切除无效的工艺边后,得到硅中阶梯光栅。利用热蒸镀的方式在光栅表面沉积一层银反射膜以提高光栅的衍射效率。

3.2 影响光栅质量的关键工艺

由 2.2 节的仿真结果可知,硅中阶梯光栅的衍射效率主要受平台宽度影响,因此控制掩模的占空比是获取小平台的前提。实验中,当紫外曝光掩模版挡光区域占空比为 0.05 时,制作过小线宽的图形会使曝光效果不佳,光刻胶掩模出现不均匀,甚至变形的现象;当掩模版占空比为 0.10 时,可获得较好的光刻胶掩模,但在后续的湿法刻蚀过程中会时常出现掩模塌陷现象,利用光学显微镜拍摄的照片如图 6 所示。出现

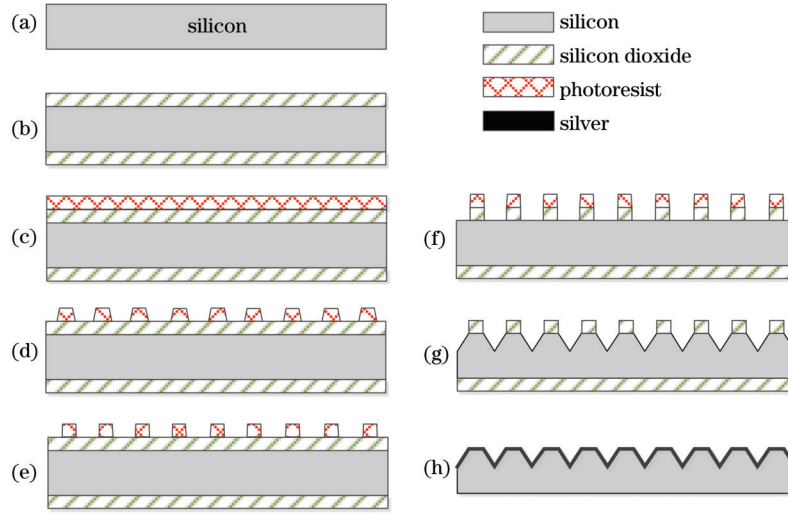


图 5 中阶梯光栅制备流程。(a)基底预处理;(b)生长氧化层;(c)旋涂光刻胶;(d)紫外曝光、显影;(e)氧等离子体刻蚀;(f)电感耦合等离子体(ICP)刻蚀;(g)湿法刻蚀;(h)镀反射膜

Fig. 5 Fabrication process of echelle gratings. (a) Substrate pre-processing; (b) oxide layer growing; (c) photoresist spinning; (d) ultraviolet exposure and development; (e) oxygen plasma etching; (f) ICP etching; (g) wet etching; (h) high-reflecting film coating

此现象的原因是当刻蚀达到自停止面后,刻蚀不会真正停止,而是会保持V形结构、以极小的速率继续向两侧刻蚀,形成一定的过刻蚀现象,如图7所示。当过刻至一定程度时,部分平台的硅支撑不住上方的SiO₂,从而形成掩模塌陷,失去保护的硅随后进行各向同性刻蚀,光栅表面会变得异常粗糙。考虑光栅的可制作性,最终将平台设计值定为0.15,并选用占空比为0.15的光刻版制作掩模,从而确保了掩模整体的一致性和完整性。为避免刻蚀时间过长导致掩模塌陷,可通过在腐蚀过程中取出样品,并利用光学显微镜观测的方式来知悉当前腐蚀的状态,判断腐蚀是否已达到自停止面:当观测到凹槽底部为平整区域时,凹槽呈倒梯形,腐蚀尚未到达自停止面;当观测到凹槽底部呈尖角状时,光栅凹槽为V形,腐蚀已到达自停止面。除此以外,若工艺误差造成了湿法刻蚀掩模占空比的变动,亦可借此方法监控腐蚀情况,根据光栅工艺片的湿法刻蚀速率,及时调整刻蚀时间,控制最终的平台宽度,以保证光栅槽形的一致性和可重复性。

除平台宽度外,光栅闪耀面的粗糙度也是影响光栅质量的重要参数,它不仅影响光栅衍射效率,还决定

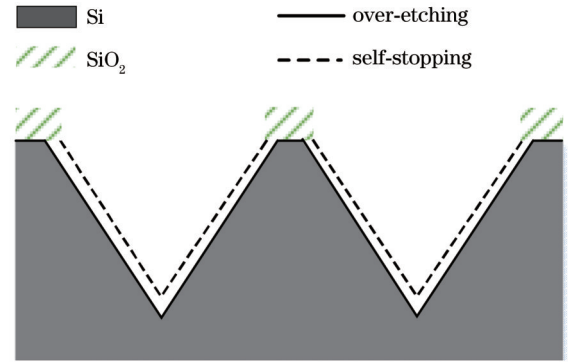


图 7 达到自停止面后的过刻蚀示意图

Fig. 7 Schematic of over-etching after reaching the self-stopping surface

着光栅杂散光的大小。从实验可知,工艺过程中影响闪耀面粗糙度的因素主要包括掩模方向与晶向的误差、湿法刻蚀掩模栅线的平直度、腐蚀液的温度以及搅拌溶液的频率等,其中掩模方向与晶向的误差尤为重要,这是因为它直接造成了晶格的错位腐蚀,在光栅侧壁上形成若干条断崖结构,误差愈大,则侧壁愈粗糙。为了解决这一问题,采用扇形预腐蚀图形^[17-18]的方式来提高晶向标定精度,利用光刻法将一组对称图形以扇形排布的方式制作在基底上,经湿法刻蚀,不同方向的图形会出现各不相同的腐蚀效果,偏离<011>晶向的图形形貌会变得极不对称,且随着偏离角度的增加,这种现象愈发明显。利用这一特性可在若干组预腐蚀图形中找出与理想<011>晶向最为接近的一组,并据此确定栅线方向进行光栅套刻。对准精度主要由图形的尺寸和间隔角度决定,利用该方法目前可达到的对准晶向精度为0.015°。在其他工艺条件不变的情况下,晶向对准前后的光栅槽形如图8所示。

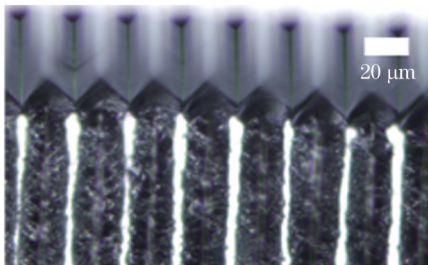


图 6 光学显微镜下掩模塌陷后的光栅

Fig. 6 Grating after mask collapse under optical microscope

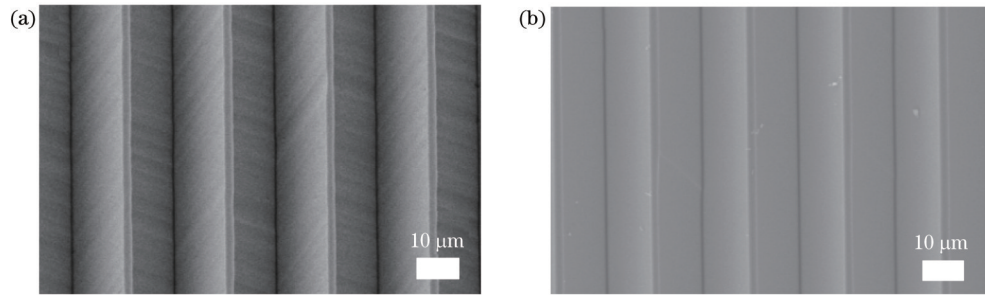


图 8 晶向对准前后硅中阶梯光栅的扫描电子显微镜(SEM)照片。(a)晶向对准前;(b)晶向对准后

Fig. 8 SEM photos of silicon echelle grating with or without crystal alignment. (a) Without crystal alignment; (b) with crystal alignment

3.3 实验结果

通过本节所述工艺,制作出 70.52° 槽顶角的硅中

阶梯光栅。图 9 为镀膜前的 SEM 照片;图 10 为镀膜后的实物照片,分别展示了光栅的尺寸与色散效果。

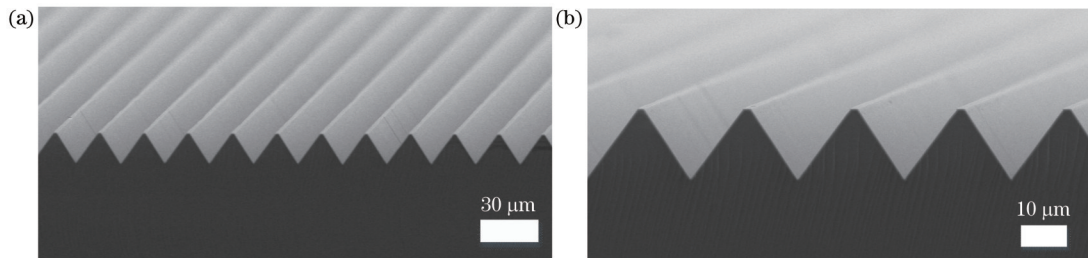


图 9 42 lp/mm 硅中阶梯光栅的 SEM 照片。(a)放大倍率为 $300\times$; (b)放大倍率为 $1000\times$

Fig. 9 SEM photos of 42 lp/mm silicon echelle grating. (a) Magnification of $300\times$; (b) magnification of $1000\times$

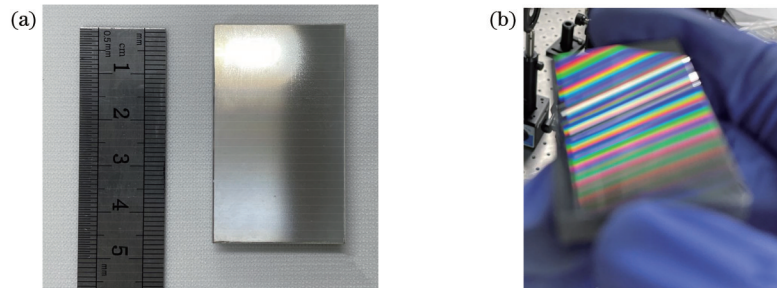


图 10 镀膜后的光栅实物图。(a)正视图;(b)色散图

Fig. 10 Grating photos after coating. (a) Top view; (b) dispersion diagram

4 测试与分析

中阶梯光栅衍射效率的测试装置主要由光源、分束镜、光谱仪、光阑、聚焦镜、探测器、微电流计等组成,整个测试装置如图 11 所示。光源选用宽带可调谐激光器,激光器出射激光经过分束镜分为两束:一束光入射至光谱仪中,以监测入射光波长;另一束光经过小孔光阑以准利特罗角入射到待测光栅,由转折反射镜将产生的多个级次的衍射光引出,经过可变光阑滤除非工作级次的衍射光。工作级次的衍射光经过聚焦透镜会聚在光电探测器上,利用微电流计记录探测器响应所产生的光信号强度。

选择中阶梯光栅各工作级次对应的闪耀波长进行测试,结果如图 12 所示,其中圆形标记代表 $f=0.15$ 时的设计槽形仿真结果,三角形标记代表根据 SEM 照片

中的槽形数据推算得到的衍射效率,方形标记代表实测值。由图 12 可知:所制成的光栅在 $0.8\sim 1.0\ \mu\text{m}$ 波段内各级次闪耀波长的衍射效率均大于 50% ,峰值可达 55% ;在 $1.0\sim 1.1\ \mu\text{m}$ 波段内衍射效率有所下降,导致长波方向实测衍射效率降低的主要原因可能是可调谐激光器在 $1.0\sim 1.1\ \mu\text{m}$ 波段能量相对较低,且在此波段探测器对于环境温度变化更加敏感,使得测量误差加大。通过比较图 12 中的设计值与实测值可知,二者的绝对值存在 $10\%\sim 15\%$ 的偏差,通过 SEM 测得最终制成的光栅平台占空比约为 0.17 ,在容差范围内,该实测结果略大于设计值 0.15 ,更宽的平台造成了光束遮挡效应的放大,其主要原因可能是紫外光刻曝光形成的光刻胶掩模呈正梯形,贴近基底的光刻胶占空比大于掩模版挡光区域的占空比,从而导致平台宽度增加。可通过加大曝光剂量或者延长氧等离子刻

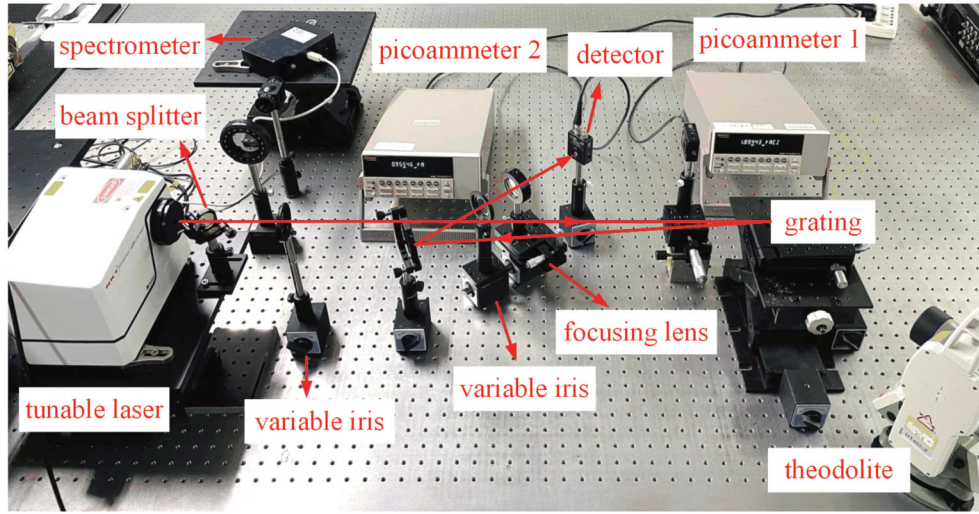


图 11 中阶梯光栅的衍射效率测试装置示意图

Fig. 11 Schematic of diffraction efficiency testing device of echelle grating

蚀时间来缩小光刻胶掩模的占空比。通过比较由 SEM 槽形推算得到的衍射效率与实测衍射效率可知, 两者存在较好的一致性, 实测值相对较低主要有 3 个原因: 一是基底晶格本身含有的杂质和工艺过程引入的缺陷导致了最终光栅表面的缺陷, 造成了能量的损失; 二是激光器的波长分辨率低, 通过第 2 节的分析可知, 中阶梯光栅在中心波长两侧的衍射效率值呈迅速下降趋势, 所用激光器输出带宽为 3~5 nm, 实测的衍射效率值为输出波段的平均值, 会比真实值低; 三是实测过程中入射角及方位角存在偏差。

为了测试光栅闪耀面的粗糙度, 利用 Sensofar 公司制造的型号为 S Neox 的 3D 光学轮廓仪在光栅侧壁

上截取大小为 $120\ \mu\text{m} \times 3.5\ \mu\text{m}$ 的区域进行观测, 得到该区域的表面粗糙度(以算术平均高度 S_a 表示)约为 0.57 nm。测试结果如图 13 所示, 其中 S_q 表示该区域的算术均方根高度, S_z 表示该区域峰谷高度之间的最大差值。

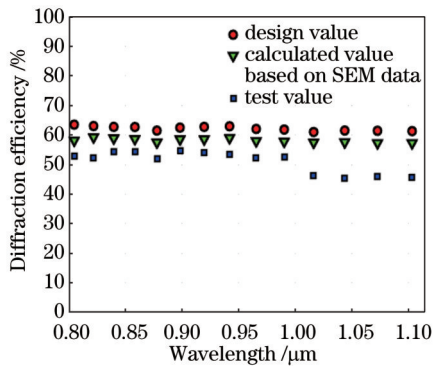


图 12 各工作级次对应的闪耀波长下的衍射效率测量结果
Fig. 12 Measurement results of diffraction efficiency at corresponding blazed wavelength of working orders

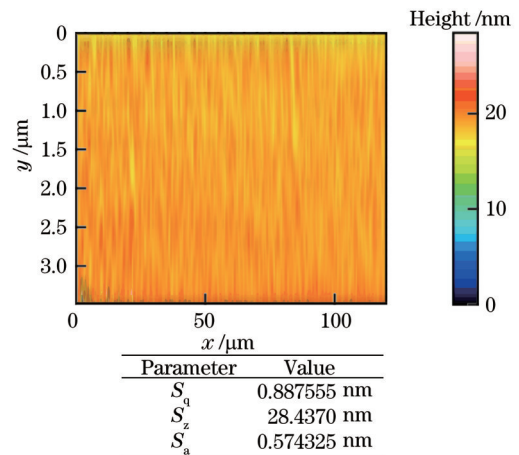


图 13 光栅侧壁表面粗糙度测试结果
Fig. 13 Test results of grating sidewall surface roughness

对于光栅槽间距与闪耀角的测试, 为减小测量误差, 通过随机挑选多个不同的光栅截面位置, 利用 SEM 记录下每个位置对应的光栅槽间距与闪耀角, 取各组平均数作为最终测试结果。近红外硅中阶梯光栅各项指标的结果如表 4 所示, 可见实测结果满足技术要求。

表 4 光栅实测结果

Table 4 Measurement results of grating

Parameter	Requirement	Measured value
Maximum diffraction efficiency of each working order / %	>40	45-55
Groove space / μm	23.81 ± 0.20	23.80
Blazed angle / ($^\circ$)	54.74 ± 0.20	54.74
Roughness of sidewall / nm		0.57

5 结 论

根据硅光栅特殊的槽形结构,仿真分析了槽密度为 42 lp/mm、槽顶角为 70.52°的中阶梯光栅在近红外波段(800~1100 nm)各工作级次的衍射特性,得知平台宽度是硅中阶梯光栅衍射效率的主要影响因素之一,且中阶梯光栅在各级次自由光谱区内的衍射效率曲线均拥有非常好的一致性。通过实验得知,在保证掩模不塌陷的前提下减小平台宽度和提高晶向对准精度是光栅制备工艺的关键,利用扇形预腐蚀图形的方式将晶向对准精度提高至 0.015°。采用紫外光刻-湿法刻蚀工艺在厚度为 6 mm 的硅基底上成功制作了闪耀角为 54.74°、有效幅面超过 46 mm×28 mm 的对称 V 形槽中阶梯光栅。通过测试,得到光栅各工作级次对应闪耀波长下的衍射效率均在 45%~55% 范围内,120 μm×3.5 μm 范围内的光栅侧壁粗糙度小于 1 nm,性能均满足仪器需求,并讨论、分析了实际衍射效率低于设计值与槽形推算值的主要原因。所研制的近红外硅中阶梯光栅成功验证了湿法刻蚀光栅投入使用的可行性,下一步工作是探索将硅中阶梯光栅平台完全消除的可能性以及搭建实验装置来定量分析硅中阶梯光栅中的杂散光。

参 考 文 献

- [1] Harrison G R. The production of diffraction Grating I. development of the ruling art[J]. Journal of the Optical Society of America, 1949, 39(6): 413-426.
- [2] Wood R W. LXXXV. The echelette grating for the infra-red[J]. The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science, 1910, 20(118): 770-778.
- [3] Williams W E, Middleton A. Vacuum wave-length measurements in the iron spectrum by means of the reflection echelon grating[J]. Proceedings of the Royal Society of London Series A, 1939, 172(949): 159-172.
- [4] 高菲. 离子束刻蚀制作中阶梯光栅研究[D]. 苏州: 苏州大学, 2015: 16-22.
Gao F. Study on fabricating echelle by ion beam etching[D]. Suzhou: Soochow University, 2015: 16-22.
- [5] 徐向东, 洪义麟, 傅绍军, 等. 全息离子束刻蚀衍射光栅[J]. 物理, 2004, 33(5): 340-344.
Xu X D, Hong Y L, Fu S J, et al. Holographic ion beam etched diffraction gratings[J]. Physics, 2004, 33(5): 340-344.
- [6] Tsang W, Wang S. Preferentially etched diffraction gratings in silicon[J]. Journal of Applied Physics, 1975, 46(5): 2163-2166.
- [7] Graf U U, Jaffe D T, Kim E J, et al. Fabrication and evaluation of an etched infrared diffraction grating[J]. Applied Optics, 1994, 33(1): 96-102.
- [8] 鞠挥, 张平, 王淑荣, 等. 偏晶向(111)硅片闪耀光栅的制作[J]. 光子学报, 2004, 33(6): 755-757.
- [9] Ju H, Zhang P, Wang S R, et al. The design of blazed silicon grating by deflecting crystal orientation (111) silicon wafer[J]. Acta Photonica Sinica, 2004, 33(6): 755-757.
- [9] 王琦, 郑衍畅, 邱克强, 等. 90°顶角中阶梯光栅的研制[J]. 光学学报, 2014, 34(9): 0905001.
Wang Q, Zheng Y C, Qiu K Q, et al. Fabrication of echelle gratings with 90° apex angle[J]. Acta Optica Sinica, 2014, 34(9): 0905001.
- [10] 焦庆斌. 超声强化液固传质动力学模型与硅中阶梯光栅湿法刻蚀技术研究[D]. 长春: 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所, 2014: 113-115.
Jiao Q B. The research on kinetics model of ultrasonic enhancement on liquid-solid mass transfer and technology of silicon echelle grating fabricated by wet etching[D]. Changchun: Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, Chinese Academy of Sciences, 2014: 113-115.
- [11] 杨增鹏, 李政言, 浦恩昌, 等. 基于离轴三反光学系统的高分辨率中阶梯光栅光谱仪[J]. 光学学报, 2021, 41(22): 2212001.
Yang Z P, Li Z Y, Pu E C, et al. High-resolution echelle grating spectrometer based on off-axis three-mirror reflective optical system[J]. Acta Optica Sinica, 2021, 41(22): 2212001.
- [12] 曹海霞, 赵英飞, 何森, 等. 小型分段式高分辨率中阶梯光栅光谱仪的设计[J]. 光学学报, 2018, 38(11): 1105002.
Cao H X, Zhao Y F, He M, et al. Design of small-size high resolution echelle grating spectrometer with divided spectral coverage[J]. Acta Optica Sinica, 2018, 38(11): 1105002.
- [13] 马成, 李金亮, 陈笑, 等. 基于中阶梯光栅的高分辨率可调谐光纤激光器[J]. 光学学报, 2019, 39(10): 1014001.
Ma C, Li J L, Chen X, et al. High-resolution tunable fiber laser based on echelle grating[J]. Acta Optica Sinica, 2019, 39(10): 1014001.
- [14] Kendall D L, Shultz R A. Wet chemical etching of silicon and SiO₂, and ten challenges for micromachiners[M]//Handbook of microlithography, micromachining, and microfabrication, volume 2: micromachining and microfabrication. Bellingham: SPIE Press, 2017: 41-97.
- [15] 刘聪. 基于纳米压印技术的光栅制备[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2015: 13-16.
Liu C. Fabrication of gratings based on the nanoimprint lithography[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2015: 13-16.
- [16] 杨国军. 中阶梯光栅衍射特性及绝对补偿拼接技术的研究[D]. 长春: 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所, 2021: 25-27.
Yang G J. Study on diffraction characteristics and absolute compensation mosaic technique of echelle grating[D]. Changchun: Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, Chinese Academy of Sciences, 2021: 25-27.
- [17] Vangbo M, Bäcklund Y. Precise mask alignment to the crystallographic orientation of silicon wafers using wet anisotropic etching[J]. Journal of Micromechanics and Microengineering, 1996, 6(2): 279-284.
- [18] Wang Y, Liu Z K, Zheng Y C, et al. High-accuracy alignment of the grating pattern along silicon <112> directions using a short rectangular array[J]. Journal of Micromechanics and Microengineering, 2017, 27(6): 065008.

Fabrication of Silicon Echelle Grating by Ultraviolet Lithography Combined with Wet Etching

Yang Zijiang^{1,2,3}, Pan Qiao^{1,2,3*}, Zhu Jiacheng^{1,2,3}, Shen Weimin^{1,2,3}

¹Key Lab of Advanced Optical Manufacturing Technologies of Jiangsu Province, Suzhou 215006, Jiangsu, China;

²Key Lab of Modern Optical Technologies of Education Ministry of China, Suzhou 215006, Jiangsu, China;

³School of Optoelectronic Science and Engineering, Soochow University, Suzhou 215006, Jiangsu, China

Abstract

Objective The echelle grating, with a high spectral resolution and large angular dispersion, is the core component of high-resolution spectrometers. The main preparation method of echelle grating is mechanical holographic lithography combined with ion beam etching and wet etching. The gratings fabricated by the traditional mechanical method have a high cost, a rough groove surface, and a Roland ghost. The holographic lithography combined with ion beam etching can hardly fabricate echelle gratings and has a long production cycle. The wet etching method is a good supplement to the preparation method, and ultraviolet (UV) lithography combined with wet etching has the advantages of few equipment requirements, a low preparation cost, a short preparation period, little stray light, an accurate blazed angle, etc. At present, domestic research on echelle gratings is mostly on the design and application of instruments with echelle gratings. The research on the manufacturing technology of echelle gratings, especially wet etching technology, starts late and has few reports. The diffraction efficiency and groove quality of most silicon-based echelle gratings reported in the existing papers are low, and thus, they cannot be applied in practice. To meet the spectral requirement of the high-resolution spectrometer in near-infrared (NIR) bands (800–1100 nm), this paper chooses the wet-etched silicon echelle grating with an apex angle of 70.52° instead of the traditional echelle grating with an apex angle of 90°. In addition, the factors affecting the quality of the wet-etched grating are analyzed. It is necessary to develop an echelle grating that can meet the requirement of instruments and has high groove quality and practical application capability.

Methods According to the crystal characteristics of (100) silicon and grating working conditions given by optical design, the electromagnetic field distribution is solved by the finite-element numerical calculation method, and the diffraction efficiency of working orders is obtained. On this basis, the diffraction characteristics of the silicon echelle grating in the working bands can be analyzed theoretically to obtain the grating factors affecting the diffraction efficiency. In the experiment, the photoresist mask is prepared by UV lithography, and the mask patterns are transferred to the SiO₂ layer by inductively coupled plasma etching. Finally, the grating grooves are made by wet etching. After the fabrication of gratings, the diffraction efficiency of gratings is measured by the tunable laser and detector. The roughness of groove surfaces is measured by the three-dimensional (3D) optical surface profiler. The spacing of the grating grooves and the blazed angles are measured by the scanning electron microscope.

Results and Discussions The mask collapse problem in wet etching is explained through experiments. It is proposed that during wet etching, samples can be periodically taken out for observation with an optical microscope to prevent the collapse of the mask caused by over-etching. In addition, the etching process can be controlled better by this method to maintain the consistency and repeatability of gratings. The method of pre-etching is applied to the fabrication of silicon echelle gratings, which can improve the precision of crystal alignment to 0.015° and is used to solve the problem of overly large sidewall roughness of silicon gratings. In this paper, the sidewall roughness of the gratings is less than 1 nm, measured by a 3D optical surface profiler in the range of 120 μm × 3.5 μm. It lays the foundation for the fabrication of high-quality silicon gratings. Compared with other fabrication methods of echelle gratings, UV lithography combined with wet etching greatly reduces the production cost. Moreover, the fabricated echelle gratings have a smoother groove surface and a more accurate blazed angle.

Conclusions In this paper, the diffraction characteristics of the silicon echelle grating with a groove density of 42 lp/mm and an apex angle of 70.52° are simulated and analyzed in NIR bands (800–1100 nm). It is known that the width of the platform is one of the main factors affecting the diffraction efficiency, and the diffraction efficiency curves of working orders in the free spectral range have good consistency. A symmetrical V-shaped groove grating with a groove density of 42 lp/mm, a blazed angle of 54.74°, and an effective area greater than 46 mm × 28 mm is fabricated on a silicon substrate by UV lithography and the wet etching technique. The key factors affecting the quality of the silicon grating in the fabrication process are analyzed and discussed. The experimental measurement shows that the diffraction efficiency of the

grating is 45%–55% at the corresponding blazed wavelength of working orders, which meets the requirement of the index. The main reasons why the measured diffraction efficiency is lower than the design value are discussed, and the value calculated by scanning electron microscope data is analyzed. The successful development of silicon echelle gratings in this paper can verify the feasibility of wet-etched gratings in the formal application.

Key words grating; echelle grating; silicon grating; ultraviolet lithography; wet etching; diffraction efficiency