

doi:10.3788/gzxb20154409.0922004

基于移动掩模曝光的聚酰亚胺连续微结构刻蚀工艺研究

谢玉萍^{1,2,3}, 吴鹏^{2,3}, 杨正^{2,3}, 尹韶云^{2,3}, 杜春雷^{2,3}, 董连和¹

(1 长春理工大学 光学工程学院, 长春 130022)

(2 中国科学院重庆绿色智能技术研究院 集成光电中心, 重庆 401122)

(3 跨尺度制造技术重庆市重点实验室, 重庆 401122)

摘要:为实现在聚酰亚胺薄膜上制备连续面形的微透镜结构, 开发了一种薄膜光刻刻蚀的工艺方法. 首先利用移动掩模曝光得到连续面形的光刻胶微浮雕结构, 再通过反应离子刻蚀技术将微结构高保真度、低粗糙度地转移到 PI 薄膜上. 为解决刻蚀过程中最关键的等比刻蚀问题, 分别研究了刻蚀气体组分的优选、气体组分配比和气体流量的优化等对等比刻蚀的影响. 实验结果表明: 在一定的刻蚀条件(如射频功率、腔室压强和自偏压)下, $O_2 + SF_6$ 的混合工作气体中, O_2 为一定值, 随着 SF_6 占的比例增加至 13.04%, 总流量为 46sccm 的优化值时, 实现了刻蚀速率和刻蚀比分别为 136 nm/min 和 1 : 1.02, 刻蚀误差仅为 2.3% 的较好各向异性刻蚀. 通过实验室搭建的焦距测试系统, 证明了该方法在 PI 薄膜上制备的微透镜阵列与石英上具有相同的光学特性.

关键词:微透镜; 移动掩模曝光; 反应离子刻蚀; 等比刻蚀; 聚酰亚胺; 各向异性; 光学特性

中图分类号: TN205

文献标识码: A

文章编号: 1004-4213(2015)09-0922004-5

Continuous Microstructure Etching Process Polyimide Based Moving Mask Exposure

XIE Yu-ping^{1,2,3}, WU Peng^{2,3}, YANG Zheng^{2,3}, YIN Shao-yun^{2,3}, DU Chun-lei^{2,3}, DONG Lian-he¹

(1 School of Optoelectronic Engineering, Changchun University of Science and Technology, Changchun 130022, China)

(2. Chongqing Institute of Green and Intelligent Technology, Chinese Academy of Sciences, Chongqing 401122, China)

(3 Chongqing Key Laboratory of Multi-Scale Manufacturing Technology, Chongqing 401122, China)

Abstract: The lithography etching process was developed to make the continuous surface micro-lens structure on a self-supporting polyimide (PI) thin film. The photo-resist sculpture structures were obtained by means of moving mask exposure technology firstly, and then they were transferred onto a PI thin film with high-fidelity. While the key point of our process is how to achieve equal ratio etching. The affection of optimization of etching gas composition, ratio and flow to the equal ratio etching was studied respectively. Under the condition of some process parameters are fixed (such as the RF power, chamber pressure and self-bias), when the content of O_2 was a constant in the mixing work gas of $O_2 + SF_6$, with the percentage of SF_6 increasing to 13.04%, and the total flow was the optimal value of 46sccm, which makes the etching rate is 136nm/min and the etching ratio is 1 : 1.02. The anisotropic etching with the 2.3% etching error was obtained finally. It has proved that the micro-lens array fabricated on a PI thin film has the same optical performance comparing to a micro-lens array on a quartz substrate, by using the focal spot testing setup in our lab.

Key words: Micro-lens; Moving mask; Reactive ion etching; Equal ratio etching; Polyimide (PI); Anisotropism; Optical characteristics

OCIS Codes: 220.3740; 220.4000; 310.6860

基金项目: 国家自然科学基金(Nos. Y22Z140H100, Y22Z080H10)和重庆科技攻关项目(No. 3ZR12FD050)资助

第一作者: 谢玉萍(1989-), 女, 硕士研究生, 主要研究方向为先进光学制造. Email: xieyuping@cigit.ac.cn

导师(通讯作者): 董连和(1953-), 男, 教授, 博导, 主要研究方向为先进光学制造与特种技术加工. Email: custdong@126.com

收稿日期: 2015-04-01; 录用日期: 2015-07-02

<http://www.photon.ac.cn>

0 引言

微透镜阵列已在裸眼多视点 3D 显示中得以广泛应用,但随着柔性显示技术的发展,需要微透镜器件亦能弯曲.薄膜基底连续面形微透镜器件,具有质量、可弯曲半径小等优点,是未来柔性显示系统中的关键器件. PET、PC、PVC、PUA 等常用薄膜材料不耐高温和紫外辐射,影响柔性显示系统的使用寿命和稳定性. 聚酰亚胺 (Polyimide, PI) 具有优异的光、热、力学性能,是一种在柔性显示器件中被广泛应用的基底材料^[1]. 在 PI 薄膜基底上制备高精度微纳结构是实现柔性显示器件的关键技术.

PI 材料的玻璃化温度较高 (通常 300℃ 左右), PI 薄膜微结构的加工难以采用传统的卷对卷热压印方法,目前常用的加工方法包括:激光烧蚀^[2-5]和光刻刻蚀^[6-10]. 前者相比后者存在加工时间长、加工精度低等缺点. Guy Turban 和孙承龙等^[6-10]分别对 PI 薄膜的刻蚀工艺进行了研究,实现了两台阶微结构的结构;2013 年,美国 Lawrence Livermore National Laboratory 在 PI 薄膜上实现了四台阶微结构的制备^[11-13],目前尚未有 PI 薄膜连续面形微结构制备的报导.

本文提出基于移动掩膜曝光的聚酰亚胺连续微结构光刻刻蚀方法,主要研究了 PI 薄膜的 RIE (Reactive Ion Etching) 刻蚀参量 (刻蚀气体组分、组分配比和气体流量) 对刻蚀速率、刻蚀各向异性和表面粗糙度的影响. 通过严密的实验过程,获得了高保真度、低粗糙度的 PI 薄膜微透镜阵列.

1 移动掩膜光刻

移动掩膜光刻^[14]的基本原理是:在曝光过程中,通过移动特殊设计的二元光刻掩模板对曝光量进行连续调制,经过显影等处理后得到连续的光刻胶浮雕图案.

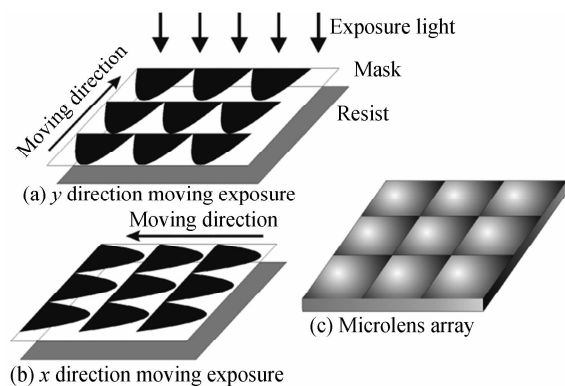


图 1 移动掩膜光刻示意图
Fig. 1 Schematic of moving mask method

图 1 是移动掩膜光刻制备微透镜阵列^[15]的示意图. 首先将掩膜板沿 Y 方向匀速移动整数个周期距离,如图 1(a),此时光刻胶上的曝光能量在 X 方向呈现出与掩膜图形对应的抛物线周期分布;然后旋转掩膜板 90°并沿着 X 方向采用同样的移动方法曝光,如图 1(b);最后得到图 1(c)所示的微透镜阵列.

实验中采用 URE-2000A/55 移动掩膜曝光机,在梯度升温亚胺化方法自制的 PI 薄膜上制备了如图 2(a)所示的连续面形光刻胶微结构.

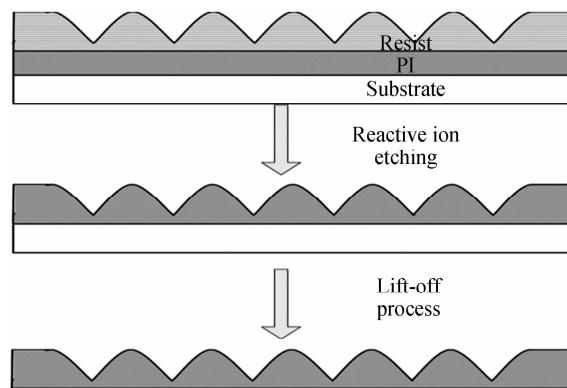


图 2 图形转移流程
Fig. 2 Pattern transfer process

2 聚酰亚胺薄膜上等比刻蚀微透镜阵列

获得连续面形的光刻胶微透镜阵列之后,再将其等比转移到 PI 薄膜上,具体流程如图 2:首先利用 ME-3A 磁增强反应离子刻蚀机将光刻胶上的浮雕图案精确转移到 PI 薄膜上;然后脱膜处理得到 PI 薄膜微透镜阵列. 其中 PI 的刻蚀工艺直接影响着图形转移质量,因此本文对刻蚀过程中的气体组分、组分配比和气体流量进行优化,以实现高保真度、低粗糙度的 PI 薄膜微透镜阵列制备.

2.1 刻蚀气体组分的优选对等比刻蚀的影响

实验中采用 100 W 的射频功率对制备工艺相同的 PI 薄膜进行刻蚀,刻蚀气体分别为 O_2 ^[16-17]、 CHF_3 和 SF_6 ,其他刻蚀参量为腔室压强 0.9 Pa、刻蚀流量和时间分别为 40 sccm 和 15 min.

利用白光干涉仪 (New View 7100) 对刻蚀后的薄膜表面轮廓进行测试. 采用多次测量取平均值的方法对三种刻蚀气体对光刻胶和 PI 薄膜刻蚀速率进行比较. 结果如表 1,相比 O_2 而言, CHF_3 和 SF_6 的刻蚀速率要慢得多. 当刻蚀气体仅为 O_2 时,刻蚀后 PI 薄膜的表面轮廓如图 3,台阶边缘呈斜坡,此时刻蚀的各向异性差,无法实现等比刻蚀. 因此将 CHF_3 和 SF_6 作为辅助气体,通过选择合适的气体组分和配比调节光刻胶与 PI 薄膜的刻蚀速率,从而实现等比刻蚀.

表 1 不同气体对光刻胶及 PI 刻蚀速率的比较
Table 1 Comparison of different gases on the photo-resist etch rate and PI

| | O ₂ | SF ₆ | CHF ₃ |
|--|----------------|-----------------|------------------|
| Photoresist etching rate/(nm·min ⁻¹) | 1066.8 | 109 | 55 |
| PI etching Rate/(nm·min ⁻¹) | 1270 | 141 | 39 |

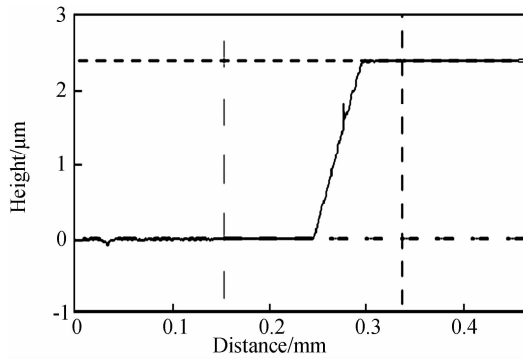


图 3 白光干涉仪测试两台阶表面轮廓图
Fig. 3 White light interferometer test surface contours of two steps

首先对两种气体组分(O₂+CHF₃和O₂+SF₆)进行刻蚀实验对比.如图4,O₂+CHF₃的混合气体刻蚀速率过低、刻蚀时间久,会使样品表面粗糙度增加.而用O₂+SF₆进行刻蚀时,SF₆和O₂在匀强电磁场的作用下受到激发,再遇e⁻生成F⁺、SF₅、SF₄、SF₃、O⁺等阶段性产物^[7],激活的F⁺、O⁺和聚酰亚胺反应生成CO、CO₂、COF₂、CF₄、HF等挥发物质被抽走,从而增加了光刻胶和PI薄膜的刻蚀速率^[18].

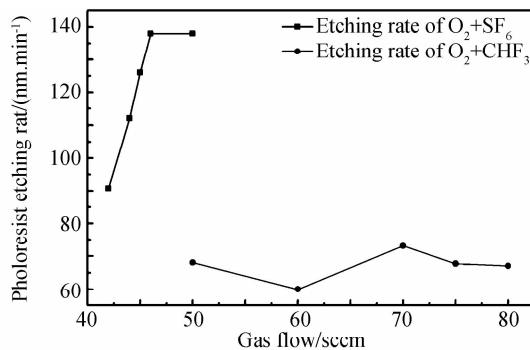


图 4 各混合气体总流量与刻蚀速率的关系
Fig. 4 Relationship between the total amount of the mixed gas and the etching rate

由实验结果可知,O₂+SF₆的气体总流量不仅要比O₂+CHF₃少,而且刻蚀的速率也更大.综合考虑刻蚀速率、气体的利用率以及刻蚀的稳定性,选择O₂和SF₆作为刻蚀气体.

2.2 刻蚀气体组分的配比对等比刻蚀的影响

在上组实验结论的基础上分别对不同配比的O₂+SF₆进行刻蚀实验,研究组分配比对刻蚀结果的影响.固定O₂流量为40 sccm,再通入不同流量的SF₆,

其他刻蚀参量与上组实验相同.

利用白光干涉仪测量计算不同配比下的刻蚀速率.结果如图5,随着SF₆在总气体流量中比例的增加,刻蚀速率会呈线性增加,当占比超过13%以后,刻蚀速率趋于平缓.

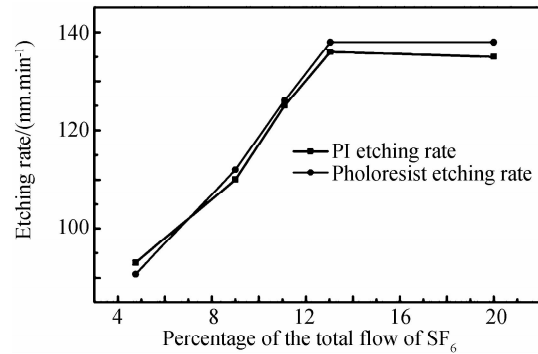


图 5 SF₆在总气体流量中占的百分数与刻蚀速率的关系
Fig. 5 Relationship between the percentage of SF₆ content and the etching rate

因为正型光刻胶的主要成分是指邻-叠氮醌类光刻胶,胶中所含邻-叠氮醌化合物,在O₂+SF₆刻蚀时,被打断的分子键是C=O,这与PI薄膜的刻蚀机理几乎是相同的,所以光刻胶和PI的刻蚀速率并未有明显的差异.当在氧等离子体中增加少量氟时,氟原子不仅具有活化PI表面破坏其分子结构,还能促进氧原子数量的产生,从而大大地增加了刻蚀速率.然而氟原子会与氧原子竞争自由基^[16],自由基的数量一定时,继续增加SF₆含量不会进一步提高刻蚀速率.

至此,在SF₆占用比低于13%时(O₂:SF₆=86.96:13.04),光刻胶和PI薄膜的刻蚀速率曲线基本重合,说明两者刻蚀速率几乎相同,可以实现等比刻蚀.所以,本实验选择O₂:SF₆=86.96:13.04的配比进行刻蚀.

2.3 刻蚀气体流量的优化对等比刻蚀的影响

在上述实验结论中,以13.04%的SF₆占比来优化总流量,总流量分别为23 sccm、46 sccm、50 sccm,其他刻蚀参量与上组实验相同.

通过表2中不同总流量刻蚀速率的比较发现,气体流量过低会因为反应气体供应不足导致刻蚀速率降低;流量过大,固定反应室压强下的抽气速率跟不上,导致刻蚀速率饱和.

气体总流量不仅影响刻蚀速率,也影响着刻蚀的各向异性.这是因为放电功率一定的情况下,气体流量愈小,其受到电场作用轰击样品表面的概率愈大;气体流量过大时,离子浓度增加,不利于各向异性刻蚀.三种流量下的PI薄膜刻蚀轮廓如图6:流量为23 sccm和46 sccm时,台阶都比较陡直(各向异性好),50 sccm时台阶呈斜坡(各向异性差),但是气体流量较小时刻蚀速率降低(23 sccm刻蚀速率仅为46 sccm的3/5),会

增加样品表面粗糙度. 通过对比刻蚀速率和各向异性, 总流量 46 sccm 具有最优的刻蚀结果.

表 2 SF₆ 所占相同百分比下的不同总流量的刻蚀速率之间的关系

Table 2 Relationship between the same percentage of SF₆ different flow and the etching rate

| Total gas flow / (sccm) | Percentage of SF ₆ gas / (%) | Photoresist etching rate / (nm · min ⁻¹) | PI etching Rate / (nm · min ⁻¹) |
|-------------------------|---|--|---|
| 23 | 13.04 | 88 | 90 |
| 46 | 13.04 | 138 | 136 |
| 50 | 13.04 | 138 | 135 |

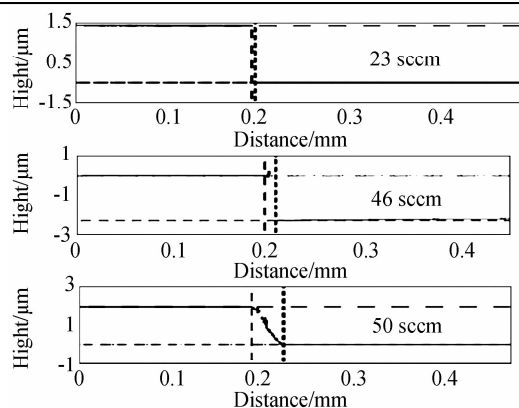
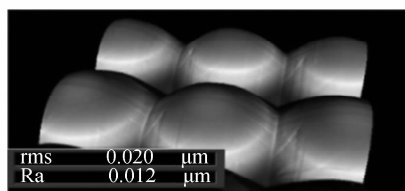
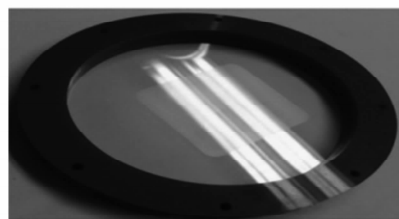


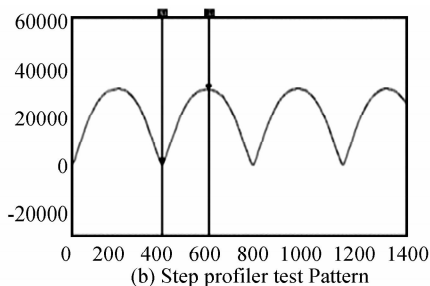
图 6 总流量 23 sccm、46 sccm、50 sccm 下的刻蚀面形图
Fig. 6 Etched surface at 23 sccm、46 sccm、50 sccm flow



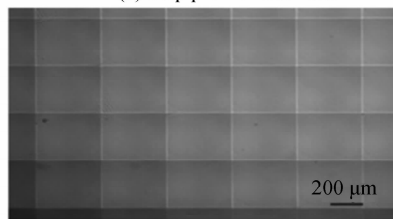
(a) White light Interferometer test pattern



(c) Actual picture



(b) Step profiler test Pattern



(d) Microscope test pattern

图 7 微透镜阵列测试图形
Fig. 7 Microlens array test pattern



(a) Focus of the microlens array on the quartz



(b) Focus of the microlens array on the PI

图 8 微透镜阵列的焦点
Fig. 8 Focus of the micro lens array

综合考虑气体组分、配比及总流量对等比刻蚀的影响, 本文选择总流量为 46 sccm, SF₆ 占 13.04% 配比的混合气体进行刻蚀实验.

3 实验结果

利用上述的光刻工艺和刻蚀参量, 本文制备了矢高和口径分别为 3.4 μm 和 400 μm 的 PI 薄膜微透镜阵列. 通过白光干涉仪、台阶仪 (Alpha-step IQ) 以及显微镜等对微透镜进行表征, 如图 7: 微透镜阵列的表面粗糙度 rms=20 nm, 与光刻胶图形结构对比 PI 薄膜结构的刻蚀误差仅为 2.1%.

为了验证 PI 薄膜微透镜阵列的光学性能, 实验室搭建了微透镜阵列焦距测试系统来检测其焦点. 结果如图 8: 图 8(a) 是相同参数下石英微透镜阵列的聚焦光斑, 图 8(b) 是 PI 薄膜微透镜阵列聚焦光斑, 可见 PI 薄膜的聚焦效果与石英基本相同; 两者的焦距分别为 24.7 mm 和 19.5 mm. 而石英折射率与 PI 薄膜实测的折射率分别是 1.453 和 1.585, 根据 ZEMAX 软件计算, 薄膜透镜的实测焦距与理论预测值接近. 测试结果表明 PI 薄膜上的微透镜阵列结构有着与石英微透镜阵列相同的光学表现, 可以在柔性光电器件上得到很好的应用.

4 结论

通过研究 PI 薄膜的高各向异性和等比刻蚀工艺,得到了 PI 薄膜的高精度刻蚀参数.利用 $O_2 + SF_6$ 作为刻蚀气体可以基本实现正性光刻胶和 PI 薄膜的等比刻蚀;通过刻蚀气体流量优化,发现 SF_6 所占总气流量的比例越大时,刻蚀的速率越快,比例为 13.04% 时,刻蚀速率和刻蚀比分别为 136 nm/min 和 1 : 1.02,并且刻蚀速率趋于稳定;当气体总量为 46 sccm 时,13.04% 的 SF_6 可以实现较好的各向异性刻蚀.利用该参数制备了 PI 薄膜微透镜阵列,并搭建了焦距测试系统来测试其光学表现,结果表明 PI 薄膜上微透镜阵列有着与石英微透镜阵列相同的光学表现,在未来柔性光电器件上有着很好的应用前景.

参考文献

- [1] JAKUB P, BARBARA K, MIROSLAV B. Synthesis of hyperbranched copolyimides and their application as selective layers in composite membranes [J]. *Desalination*, 2009, **245** (1-3): 516-526.
- [2] SVETOVVOY V B, AMIROV I I, BABANOVYE. Laser direct writing system for fabrication of smooth-relief micro-optical elements [C]. SPIE, 1996, **2969**: 248-251.
- [3] PRATE B, ARNOLD C B, PIQUE A. Depth and surface roughness control on laser micromachined polyimide for direct-write deposition [C]. *Photo-Optical Instrumentation Engineers*, 2003, **4979**: 217-225.
- [4] WOCHNOWSKI C, CHENG Y, METEVA K. Femtosecond-laser induced formation of grating structures in planar polymer substrates [J]. *Optics A: Pure and Applied Optics*, 2005, **7** (9): 493-501.
- [5] GU J H, LOW J, LIM P K. Nd: YAG laser cleaning of ablation debris from excimer laser ablated polyimide [C]. *Photo-Optical Instrumentation Engineers*, 2001, **4592**: 293-300.
- [6] WEN C H, CHUANG M J, HSIUE G H. Plasma fluorination of polymers in glow discharge plasma with a continuous process [J]. *Thin Solid Films*, 2006, **503**(1-2): 103-109.
- [7] SUN Cheng-long, DU Gen-di, GUO Fang-min. Reactive ion etching of polyimide film using $SF_6 + O_2$ [J]. *Journal of Applied Sciences*, 1993, **11**(1): 31-36.
孙承龙, 杜根娣, 郭方敏, 等. 采用 $SF_6 + O_2$ 反应离子刻蚀聚酰亚胺膜 [J]. *应用科学学报*, 1993, **11**(1): 31-36.
- [8] MOUSSANT C, LUCAS B, MOLITION A. Etching techniques using a collimated ion beam for the realization of waveguides [J]. *Synthetic Metals*, 2000, **115**(1-3): 29-32.
- [9] DONG Shuan-cheng, FAN Wei-zheng, MA Bin-he. Research on the polyimide micro-etching process [J]. *Micronanoelectronic Technology*, 2012, **49**(5): 323-327.
董拴成, 苑伟政, 马炳和等. 聚酰亚胺微刻蚀加工工艺研究 [J]. *微纳电子技术*, 2012, **49**(5): 323-327.
- [10] SHIMOKAWA F, FURUYA A, MATSUI S. Fast and extremely selective polyimide etching with a magnetically controlled reactive ion etching system [C]. *IEEE Micro Electro Mechanical Systems*, 1991: 192-197.
- [11] ATCHESON P, STEWART C, DOMBER J. MOIRE-initial demonstration of a transmissive diffractive membrane optic for large lightweight optical telescopes [C]. SPIE, 2012, **8442**: 844221-14.
- [12] ASMOLOVA O, ANDERSEN G, DEARBORN M E, et al. Optical analysis of a membrane photon sieve space telescope [C]. SPIE, 2013, **8739**: 87390C.
- [13] ASMOLOVA O, ANDERSEN G, DEARBORN M E, et al. Optical testing of a membrane diffractive optic for space-based solar [C]. SPIE, 2014, **9006**: 90060D.
- [14] DONG Xiao-chun. Research on fabrication technology of micro optics element with free-arrangement aspheric profile [D]. The Institute of Optics and Electronics the Chinese Academy of Sciences, 2009.
董小春. 任意排布、不规则连续面形微光学元件的成型方法研究 [D]. 成都: 中国科学院光电技术研究所, 2009.
- [15] DU Chun-lei, DONG Xiao-chun, QIU Chuan-kai. Profile control technology for high-performance micro-lens array [J]. *Optical Engineering*, 2004, **43**(11): 2595-2602.
杜春雷, 董小春, 邱传凯, 等. 高性能微透镜阵列的面形控制技术 [J]. *光学工程*, 2004, **43**(11): 2595-2602.
- [16] PESSOA R S, PARADA S W C, FRAGA M A. Studies about flow rate effect on atomic fluorine generation in inductively coupled CF_4 plasmas; a global model investigation [J]. *ECS Transactions*, 2010, **31**(1): 125-134.
- [17] MENG Jie, CAO Zi-jian, JIN Lin, et al. Plasma etching technology for polymer optical waveguide fabrication [J]. *Acta Photonica Sinica*, 2011, **40**(1): 0007-0010.
孟杰, 曹子谦, 靳琳, 等. 聚合物光波导的等离子体刻蚀工艺研究 [J]. *光子学报*, 2011, **40**(1): 0007-0010.
- [18] BUDER U, BERNS A, OBERMEIER E. Aero-MEMS wall hot-wire anemometer on polyimide foil for measurement of high frequency fluctuations [J]. *IEEE Sensors*, 2005, **1-2**: 545-548.