doi:10.3788/gzxb20164506.0605001

基于纳米压印的大角度衍射光学元件批量化 制备方法

刘鑫,张满,庞辉,史立芳,曹阿秀,邓启凌

(中国科学院光电技术研究所,成都 610209)

摘 要:针对大角度(大于 50°)衍射光学元件低成本、批量化制备的需求,提出一种基于纳米压印技术的 制备方法.首先利用光学曝光技术或电子束直写技术制备衍射元件的原始母板,然后将原始母板的结构 通过纳米压印过程复制到压印胶上,完成衍射光学元件的制备.由于纳米压印母板可以多次重复使用, 降低了制作成本,提高了效率.用该方法制备了不同特征尺寸(最小为 250 nm,衍射全角为 70°)的衍射 光学元件,具有良好的衍射效果,实现了对高深宽比浮雕结构的高保真复制.该技术可实现从微米到纳 米跨尺度兼容的衍射光学元件的高保真、低成本、批量化制备.

关键词:衍射光学元件;低成本;批量化;纳米压印;跨尺度兼容 中图分类号:TN205 文献标识码:A

文章编号:1004-4213(2016)06-0605001-5

Fabrication of Large-angle Diffractive Optical Element Based on Nanoimprint Lithography

LIU Xin, ZHANG Man, PANG Hui, SHI Li-fang, CAO A-xiu, DENG Qi-ling (Institute of Optics and Electronics, Chinese Academy of Sciences, Chengdu 610209, China)

Abstract: In order to fabricate the large-angle (more than 50°) diffractive optical elements with low cost and mass preparation, a fabrication method base on nanoimprint lithography was proposed. A diffractive optical elements master mold was prepared via conventional photolithography or electron beam lithography. The mold was then imprinted onto the nanoimprint resist with quartz substrate. The structure was transferred to the resist and the diffractive optical elements were achieved. In contrast to other techniques, the nanoimprint mold can be repeatedly used to lower production cost and improve the efficiency. Based on the method, diffractive optical elements with different feature sizes (minimum 250 nm, diffractive angle 70°) were fabricated for different diffractive patterns, which has a good diffractive efficiency, realizing high-fidelity replication of relief structure with high aspect ratio. The technology can fabricate diffraction optical elements from micron to nanometer scale with high fidelity, low cost and mass production.

Key words: Diffractive Optical elements; Low cost; Mass production; Nanoimprint lithography; Nanometer scale

OCIS Codes: 050.196; 0050.1970; 090.1760; 090.2890; 100.5070

0 引言

衍射光学元件(Diffractive Optical Element, DOE) 是以光的衍射理论为基础,由计算机辅助设计,运用各 种微细加工工艺,在传统光学器件表面刻蚀产生多台 阶或连续形状的浮雕结构,具有汇聚、成像、分光等光 束整形作用的一类光学元件^[1-3].由于其体积小、设计 灵活、衍射效率高等优点,被广泛应用于光学传感、光 通讯、光计算、医学、数据存储和消费娱乐等领域,成为 研究热点^[4].目前在一些前沿性的研究领域中,如激光

导师(通讯作者):邓启凌(1973-),女,高级工程师,硕士,主要研究方向为微纳光学. Email:dengqiling@ioe.ac.cn

收稿日期:2015-11-24;录用日期:2015-12-24

基金项目:国家自然科学基金(No. 61505204)资助

第一作者:刘鑫(1991-),男,硕士研究生,主要研究方向为微纳结构制备技术. Email: 676612082@qq. com

雷达中的广角三维地形地貌探测^[5]、三维测量^[6]等,迫 切需要具有大角度(大于 50°)的衍射光学元件.

衍射器件的主要关键指标为衍射角和衍射效率. 衍射角取决于器件的特征线宽(例如:波长为 600 nm 的衍射元件,当衍射全角为 20°时,其特征尺寸为 1.70 μm,当衍射全角为70°时,其特征尺寸为250 nm); 衍射效率则取决于量化台阶数和制作准确度^[7].大角 度的衍射光学元件,由于其结构的特征尺寸较小(纳米 量级),制作过程严重限制了其低成本、批量化地生 产^[8-9].

现有的加工衍射光学元件的技术有很多种,最早 是采用了大规模集成电路制作的光刻工艺^[10],适合批 量生产,但光学曝光技术的加工分辨率受衍射效应的 限制,普遍使用的光刻机很难达到亚微米准确度,且设 备成本较高^[11-12].20世纪90年代直写技术^[13-14]被提 出,无需掩模,直接利用激光或电子束写入浮雕图案, 但曝光时间长、设备庞大、价格昂贵^[15].到90年代后 期,出现了准分子激光加工^[16]和灰阶掩模^[17]等方法, 降低了成本,缩短了制作周期,但掩模制作困难,成本 昂贵^[18].21世纪初,复制加工技术也得到了发展,出现 了模压全息技术^[19-20]、平面热压技术^[21]、溶胶凝胶技 术^[22]等,产品制作质量一致,易于大批量生产,但对于 特征尺寸较小的结构制作困难,难以脱模.

1995年,华裔科学家周郁(Stephen Chou)提出了 纳米压印技术(Nanoimprint Ligthography, NIL)^[23-24] 的概念,展示了一种新型的、以模板为基础的纳米结构 制造技术,具有高分辨率、低成本、可批量化制备等适 合工业化生产的独特优势,在国际半导体技术蓝图中 被列为下一代节点光刻技术的代表之一^[25-26],为大角 度小特征尺寸衍射光学元件的批量化低成本制备提供 了新思路.

本文提出一种基于纳米压印技术的大角度衍射光 学元件制备的方法.由于纳米压印模板可以多次重复 使用,平均成本降低,能够实现从微米到纳米跨尺度兼 容的衍射光学元件的低成本、批量化制备.本文利用该 方法制备了具有不同衍射图案、不同特征尺寸的衍射 光学元件,实验结果验证了该方法的可行性.

1 制备方法

基于纳米压印技术的衍射元件制备方法的具体过 程如图 1. 首先利用传统的光学曝光技术或电子束直 写技术制备将从微米到纳米不同尺度的衍射元件作为 纳米压印母板,母板材质为硅、二氧化硅、石英、玻璃 等. 在纳米尺度下,为了成功脱模,需要对母板进行表 面处理.

紫外光固化聚合物材料作为纳米压印胶,通过旋涂的方式被涂覆在基底上,如图1(a),胶的厚度可通过

改变旋转速率调节.为了增加胶膜与基底的粘附力,可 将氯硅烷偶联剂蒸发到基底表面形成一层偶联层,防 止聚合物薄膜脱落造成结构误差.如图1(b),将压印 模板对准压印在胶上,外界提供一定的压力,使母板与 压印胶保形接触.然后放置在紫外光下照射固化,紫外 光固化压印胶发生聚合交联反应生成交联聚合物,保 持与母板互补的结构,如图1(c).脱模后,获得与模板 结构互补的压印胶图形,如图1(d).由于模板经过了 防粘处理,所以可以顺利脱模,无残余物、结构残缺、模 板损伤等问题.

压印后获得的图形结构与母板保形互补,深度相同,根据衍射元件的设计原理,互补结构的衍射图案与 原始结构相同.因此,压印后的结构无需进一步传递过 程,即可制备完成目标衍射元件,如图1(e).



图 1 基于纳米压印技术的衍射元件制备过程 Fig. 1 Schematic of the fabrication process of DOE

2 实验过程

在实验中,选择特征尺寸为 2.46 μ m、1.14 μ m、500 nm 和 250 nm 的衍射元件结构作为母板结构,工 作波长分别为 532 nm、532 nm、830 nm 和 650 nm,结 构深度为 590 nm、590 nm、922 nm 和 722 nm,衍射图 案分别为花、人眼、枪瞄和激光键盘.利用光学曝光技 术和电子直写技术分别制作了石英材料的母板.对于 微米量级的结构,压印复制过程简单、准确度高.但是 对于纳米尺寸的母板,尤其是高深宽比的结构,为了顺 利脱模,需要对其进行表面防粘处理.首先对表面进行 氧气等离子体清洗(功率100 W,流量 30 sccm,时间 30 s),然后将防粘剂(Trichloro (1H,1H,2H,2Hperfluoroocty)silane)蒸发到结构表面上形成一层防粘 层,降低表面能.表面防粘处理后,压印母板制备完成.

选择高杨氏模量、低粘度、折射率接近石英材料的 紫外光固化材料作为压印胶,利用旋涂的方式在玻璃 基底上涂覆一层压印胶,形成深度分别为600 nm, 750 nm,1 µm的胶薄膜.将不同结构的纳米压印母板 对准压印在紫外光固化胶上,放置在纳米压印机(AR- IMC-100A)上,施加大小为 34.5 kPa 的压力,使得模板与胶充分保形接触.压印机提供压力和真空环境,以保证压印的共性接触,以及复制结构的高准确度和高分辨率,增加了纳米压印过程的可行性.

将压印胶放置在 365 nm 紫外光下照射固化,在曝 光量为 40 mJ/cm² 的条件下,压印胶发生聚合交联反 应生成高杨氏模量的聚合物网络,高保真地复制了模 板结构.顺利脱模后,获得与母板结构互补的压印胶结 构,由于高保真的保形压印,所以压印胶的结构尺寸和 深度均与母板相同.紫外光固化胶的折射率与石英相 近,制备的压印胶结构与石英压印母板完全相同,完成 了目标衍射元件制备.压印母板在无损伤的前提下可 以无限次地重复使用,即一块压印模板可以在短时间 内压印制备出多个衍射元件,大大降低了制备成本,提 高了生产效率.

3 实验结果和讨论

利用结构测试设备如光学显微镜、电子扫描显微镜、原子力显微镜等对制备的结构进行测试,并搭建测试光路对其衍射效果进行测试分析,来验证实验的可行性.

不同结构的纳米压印模板的扫描电子显微镜 (Scanning Electron Microscope, SEM)图片如图 2.从 图 2(a)~(d)分别为花、人眼、枪的瞄准标记和激光键 盘的结构图.



Fig. 2 SEM images of different diffractive optical elements molds

针对纳米尺度和高深宽比的压印母板,在压印之前,需要对模板进行表面防粘处理以利于脱模.处理前, 標板的表面能很高, 利用水接触角测量仪器测得水

接触角为70°,呈现出高粘合力性能,如图3(a).氧气等 离子体清洗处理后,模板表面呈现为亲水性,水接触角 显著下降至15°,如图3(b).因为结构表面的共价键团-O-Si-O-与水反应形成-O-Si-OH分子团,增加了表面的 亲水性.经过防粘剂处理后,结构表面的水接触角增大 为120°,如图3(c).表面能大大降低,防粘性提高,有利 于顺利脱模.表面防粘处理后,纳米压印模板制作 完成.



(a) The original contact (b) The angle becomes water angle is 70° 15° after O₂ plasma

(c) The angle is 120° after antiadhesion treatment

图 3 水接触角 Fig. 3 Water contact angles

压印复制后,获得与母板互补的压印胶结构,光学 显微镜和扫描电子显微镜图如图 4.图 4(a)~(d)分别 为特征尺寸为 2.43 μm 的花图案、1.12 μm 的人眼图 案、489.5 nm 的枪瞄图案以及 245.5 nm 的激光键盘 图案.由于压印胶的固化收缩造成结构尺度平均误差 小于 3%,因此压印胶对母板进行了高保真复制.





制备结果的三维形貌有利用原子力显微镜测试, 选择人眼和激光键盘的结构进行测试,结果如图 5.这 两种元件的母板深度分别为 590 nm 和 722 nm,压印 复制结构的实际深度分别为 586.64 nm 和 713.87 nm, 如图 5(a)和(b).结构深度的平均误差为 0.85%,结果 表明压印深度的高保真性.



图 5 刻蚀结果的原子力显微镜图片 Fig. 5 The AFM images of the fabrication results

实验的衍射效果利用测试光路进行测量.四种衍射光学元件的工作波长分别为532 nm、532 nm、

830 nm和 632 nm. 测试结果如图 6. 衍射图案清晰,无 多余杂散光,表明该制备方法是可行的.



(a) A flower at the wavelength of 532nm



(b) A human eye at the wavelength of 532nm



(c) A aiming symbol of a gun at the wavelength of 830nm



(d) A laser keyboard at the wavelength of 632nm

图 6 刻蚀结果的衍射图案 Fig. 6 Diffractive patterns of the different quartz DOEs

4 结论

本文提出了一种基于纳米压印技术的大角度衍射 光学元件制作方法.采用该方法制备了四种不同特征 尺寸、不同图案的衍射光学元件(最小特征尺寸 250 nm,衍射全角为 70°),实现了大角度、高深宽比衍 射光学元件高保真、低成本、批量化制备.与已有方法 相比,制作成本和周期均大大降低.该方法可应用于微 纳米光学器件的低成本制作,促进其在实际生产中的 实用化进程.

参考文献

- [1] HERRERA-FEMANDEZ J M, SANCHEZ-BREA LM. Double diffractive optical element system for near-field shaping
 [J]. Applied Optics, 2011, 50(23): 4587-4593.
- [2] JESACHER A, BEMET S, RITSCH-MARTE M. Colour hologram projection with an SLM by exploiting its full phase modulation range[J]. Optics Express, 2014, 22(17): 20530-20541.
- [3] PANG Hui, YIN Shao-yun, DENG Qi-ling, et al. A novel method for the design of diffractive optical elements based on the Rayleigh - Sommerfeld integral[J]. Optics & Lasers in Engineering, 2015, 70: 38-44.
- [4] MENG Jian-qi. Diffractive optics and its application in infrared imaging systems[J]. Aero Weaponry, 2006, 06: 38-41.
- [5] ABDALATI W, ZWALLY H J, BINDSCHADLERET R, et al. The ICES at-2 laser altimetry mission[J]. Proceedings of the Institute of Electrical and Electronics Engineers, 2010, 98(5): 735-751.
- [6] ZHANG Wei-guang, ZHAO Hong, ZHANG Qi, et al. Calibration method for three-dimensional measurement system based on linear-structure light [J]. Chinese Journal Lasers, 2009, 36(1): 182-188.
- [7] YOO S, SONG H Y, LEE J, et al. Cost-effective large-scale fabrication of diffractive optical elements by using conventional semiconducting processes[J]. Applied Optics, 2012, 51(33): 8052-8056.
- [8] YU Bin, LI Heng, CHEN Dan-ni, et al. Design, fabrication, and experimental demonstration of a diffractive optical element with long depth of field for nanoscale three-dimensional multimolecule tracking[J]. Acta Physica Sinica, 2013, 62(15): 154206.
- [9] SHINONAGA Y, OGINO K, UNNO N, et al. Fabrication of eight-step diffractive optical element for hologram-ROM[J]. Microelectronic Engineering, 2015, 141.
- [10] XIE Y, LU Z, LI F, et al. Lithographic fabrication of large diffractive optical elements on a concave lens surface [J]. Optics Express, 2002, 10(20): 1043-1047.
- [11] YOO S, SONG H Y, LEE J, et al. Cost-effective large-scale fabrication of diffractive optical elements by using conventional semiconducting processes[J]. Applied Optics, 2012, 51(33): 8052-8056.
- [12] XIE Chang-qing, ZHU Xiao-li, NIU Jie-bin, et al. Micro-and nano-metal structures fabrication technology and applications
 [J]. Acta Optica Sinica, 2011, 31(9): 0900128.
- [13] FREESE W. Optimized electron beam writing strategy for fabricating computer-generated holograms based on an effective medium approach [J]. Optics Express, 2011, 19

(9): 8684-8692.

- [14] ZEITNER U D, OLIVA M, FUCHS F, et al. High performance diffraction gratings made by e-beam lithography
 [J]. Applied Physics A, 2012, 109(4): 789-796.
- [15] VIJAYAKUMAR A, EIGENTHALER U, KESKINBORA K, et al. Optimizing the fabrication of diffractive optical elements using a focused ion beam system[C]. SPIE, 2014, 9130: 255-275.
- [16] BRAUN A, ZIMMER K. Diffractive gray scale masks for excimer laser ablation[J]. Applied Surface Science, 2002, 186: 200-205.
- [17] BEAL R, AIMEZ V, DUBOWSKI J J. Excimer laser induced quantum well intermixing: a reproducibility study of the process for fabrication of photonic integrated devices [J]. *Optics Express*, 2015, 23(2): 1073-1080.
- [18] BHATT D, HUTT D A, CONWAY P P. Excimer laser machining of microvias in glass substrates for the manufacture of high density interconnects[J]. Applied Physics B, 2012, 108(1): 137-147.
- [19] WANG T, YU W, ZHANG D, et al. Lithographic fabrication of diffractive optical elements in hybrid sol-gel glass on 3-D curved surfaces[J]. Optics Express, 2010, 18 (24): 25102-25107.
- [20] LI J. Fabrication and dynamic tuning of periodic structures from holographic lithography [J]. Dissertations & Theses-Gradworks, 2013.
- [21] FAGAN M D, KIM B H DONG Gang-yao. A novel process for continuous thermal embossing of large-area nanopatterns onto polymer films [J]. Advances in Polymer Technology, 2009, (04): 246-256.
- [22] WANG L W, WU F, TIAN D X, et al. Effects of Na content on structural and optical properties of Na-doped ZnO thin films prepared by sol-gel method [J]. Alloys and Compounds, 2015, 623: 367-373.
- [23] CHOU S Y, KRAUSS P R, RENSTROM P J. Nanoimprint lithography[J]. Vacuum Science & Technology, 1996, B14 (6): 4129-4133.
- [24] JUNG G Y, JOHNSTON H E, Wu W, et al. Circuit fabrication at 17 nm half-Pitch by nanoimprint lithography [J]. Nano Letters, 2006, 6(3): 351-354.
- [25] GUO L J. Nanoimprint lithography: methods and material requirements[J]. Advanced Materials, 2007, 19(4): 495-513.
- [26] SCHIFT H. Nanoimprint lithography: an old story in modern times A review[J]. Journal of Vacuum Science Technology B Microelectronics & Nanometer Structures, 2008, 26(2): 458.

Foundation item: The National Natural Science Foundation of China (No. 61505204)