

doi:10.3788/gzxb20184712.1214003

# 离子束刻蚀辅助飞秒激光加工制备 碳化硅微光学元件

于磊<sup>1</sup>, 杨双宁<sup>1</sup>, 刘学青<sup>1,2</sup>, 李德辉<sup>1</sup>

(1 吉林大学 集成光电子学国家重点实验室, 长春 130012)

(2 清华大学 精密测试技术及仪器国家重点实验室, 北京 100084)

**摘 要:**为了解决飞秒激光加工硬质材料所带来的表面质量差的问题,提出了离子束刻蚀与飞秒激光复合加工技术.利用飞秒激光加工技术在碳化硅表面制备微纳结构图形,然后通过离子束刻蚀技术对碳化硅微纳结构进行刻蚀,以调控结构的线宽和深度,使结构表面粗糙度由约 106 nm 降低到 11.8 nm.研究表明,利用该技术制备的碳化硅菲涅尔波带片展现出良好的聚焦和成像效果.

**关键词:**超快激光;半导体加工技术;离子束刻蚀;碳化硅;微光学元件

中图分类号:TN249

文献标识码:A

文章编号:1004-4213(2018)12-1214003-6

## Ion Beam Etching Assisted Femtosecond Laser Machining to Manufacture Silicon Carbide Micro-optical Components

YU Lei<sup>1</sup>, YANG Shuang-ning<sup>1</sup>, LIU Xue-qing<sup>1,2</sup>, LI De-hui<sup>1</sup>

(1 State Key Laboratory on Integrated Optoelectronics, Jilin University, Changchun, 130012, China)

(2 State Key Laboratory of Precision Measurement Technology and Instruments, Tsinghua University, Beijing, 100084, China)

**Abstract:** A hybrid technology combined ion beam etching and femtosecond laser machining was proposed for solving the problem of high surface roughness when processing of hard materials by femtosecond laser machining. First, silicon carbide micro/nano structures were fabricated by femtosecond laser machining. Then, the silicon carbide micro/nano structures were etched by ion beam etching. Ion beam etching can adjust the width and depth of the line structure, and reduce the surface roughness of the structures from about 106 nm to 11.8 nm. The silicon carbide Fresnel zone plate prepared by this technology exhibits well focusing and imaging properties.

**Key words:** Ultrafast lasers; Semiconductor device manufacture; Ion beams etching; Silicon carbide; Micro-optical components

**OCIS Codes:** 140.7090; 220.4000; 050.1965; 160.6000

## 0 引言

碳化硅、氮化镓、金刚石等硬质材料作为第三代半导体材料,其微纳结构<sup>[1-3]</sup>逐渐在微电子<sup>[4]</sup>、微光学<sup>[5]</sup>、光电子<sup>[6]</sup>等领域发挥重要的作用.由于硬质材料具有硬度大、稳定度高等特点,使得对其进行微纳加工较为困难.传统制备微纳结构<sup>[7]</sup>的方法有平面光刻技术<sup>[8]</sup>、纳米压印<sup>[9]</sup>、聚焦离子束刻蚀<sup>[10]</sup>、电子束刻蚀<sup>[11]</sup>等.这些微纳加工方法可以将加工精度缩小到十几到几纳米之间,具有较高的加工精度<sup>[12]</sup>,但难以实现三维微纳

**基金项目:**国家重点研发计划(No. 2017YFB1104600),国家自然科学基金(Nos. 91423102, 61590930, 61435005)和中国博士后科学基金(No. 2018M631456)资助

**第一作者:**于磊(1995-),男,硕士研究生,主要研究方向为飞秒激光加工. Email: yulei32205@163.com

**导师(通讯作者):**李德辉(1970-),男,工程师,博士,主要研究方向为器件封装工艺及其测试. Email: lidh@jlu.edu.cn

**收稿日期:**2018-07-16; **录用日期:**2018-10-12

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

结构的制备.飞秒激光加工<sup>[13]</sup>由于采用高能量密度激光进行扫描加工,利用非线性效应可以实现对硬质材料的三维精密加工<sup>[14]</sup>,但是采用高能量飞秒激光进行烧蚀加工会造成结构表面粗糙度大、表面形貌差的问题,难以满足光学元件对于表面质量高的要求.

为此,本文提出了离子束刻蚀辅助飞秒激光加工技术来降低结构表面的粗糙度.通过飞秒激光加工进行微纳结构造型,然后利用离子束刻蚀去除表面碎屑并不断对结构表面进行平滑,以此实现高平滑度微光学元件的制备.在此基础上,制备出高表面质量的碳化硅菲涅尔波带片,展现了良好的成像和聚焦效果.

## 1 实验与设备

### 1.1 飞秒激光加工参数对碳化硅线条结构的影响

实验中使用的碳化硅样品为  $1\text{ cm} \times 1\text{ cm}$  大小的方形薄片,厚度为  $1\text{ mm}$ ,依次在丙酮、乙醇、去离子水中超声清洗  $30\text{ min}$ ,去除表面污染物,保持表面洁净.首先利用 Ti:Sapphire 飞秒激光放大器(Spectra Physics, USA)对干净的碳化硅样品进行微纳加工,激光器波长  $\lambda$  为  $800\text{ nm}$ ,脉冲宽度为  $100\text{ fs}$ ,重复频率为  $1\text{ 000 Hz}$ ,光斑直径为  $5\text{ mm}$ ,实验中通过  $80$  倍的显微物镜(数值孔径  $d_{\text{NA}}$  为  $0.85$ )进行聚焦,由于衍射极限制,聚焦后的光斑直径为  $d = 1.22\lambda/d_{\text{NA}} = 1.15\text{ }\mu\text{m}$ .分别在激光功率为  $65\text{ }\mu\text{W}$ 、 $75\text{ }\mu\text{W}$ 、 $90\text{ }\mu\text{W}$ 、 $120\text{ }\mu\text{W}$ 、 $150\text{ }\mu\text{W}$ 、 $175\text{ }\mu\text{W}$  和单点曝光时间为  $1\text{ 000 }\mu\text{s}$ 、 $2\text{ 000 }\mu\text{s}$ 、 $3\text{ 000 }\mu\text{s}$ 、 $4\text{ 000 }\mu\text{s}$ 、 $5\text{ 000 }\mu\text{s}$  的条件下,在碳化硅表面扫描加工出长为  $60\text{ }\mu\text{m}$  的线条结构,并利用扫描电子显微镜(Scanning Electron Microscope, SEM)对其进行表征,观察其表面形貌,如图 1.图 1(a)~(c)为激光功率分别为  $65\text{ }\mu\text{W}$ 、 $90\text{ }\mu\text{W}$ 、 $175\text{ }\mu\text{W}$  条件下的不同单点曝光时间的碳化硅线条结构的 SEM 照片,可以看出其表面具有较多的散落颗粒,线条结构周围有很多毛刺,造成其表面的粗糙度较大,而且随着激光功率和脉冲数的增加,表面散落颗粒增多,表面质量更差.随后,对飞秒激光加工制备的碳化硅线条结构进行离子束刻蚀  $15\text{ min}$ ,刻蚀参数为离子能量  $600\text{ eV}$ 、离子束流  $70\text{ mA}$ .利用 SEM 对结构表面的形貌进行表征,如图 1(d)~(f),从图中可以看出碳化硅线条结构周围的毛刺基本消失,线条结构表面的粗糙度得到显著改善.结构表面粗糙度的改善得益于两方面:1)利用飞秒激光烧蚀对材料进行微纳加工过程中,除了在表面形成微纳结构外,同时在材料内部会形成改性层,导致材料的相变以及化学成分的改变,这些变化直接影响材料的刻蚀或腐蚀速率<sup>[15,16]</sup>,改性层与未改性区域之间具有光滑的界面;2)表面微纳结构的尖端部位由于具有较低的表面结合能,更易于被刻蚀,因此在刻蚀过程中会使表面逐渐的平滑<sup>[17]</sup>.

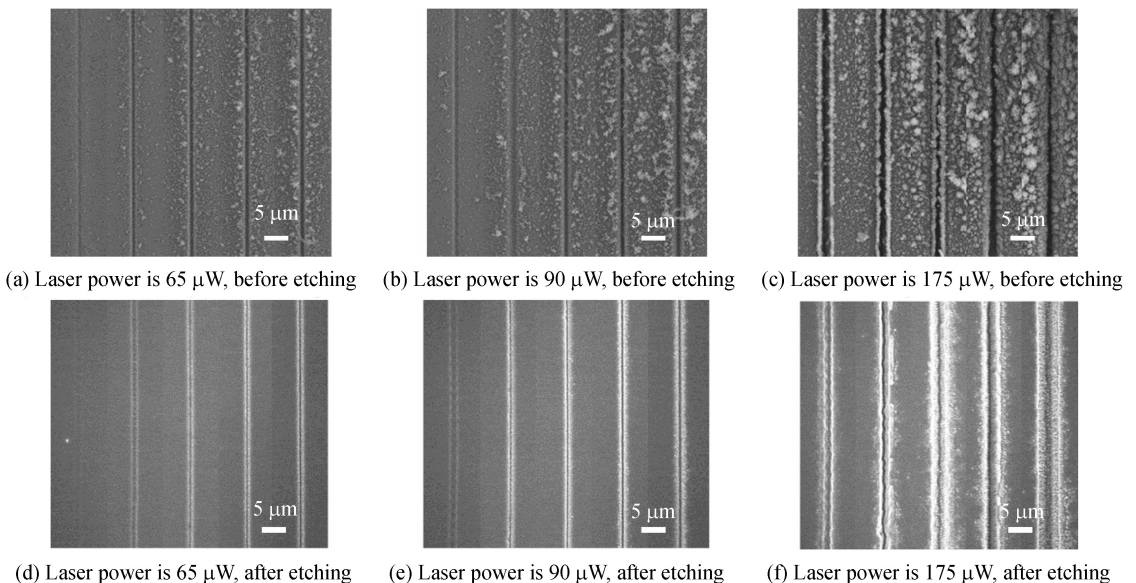


图 1 刻蚀前后的碳化硅线条结构 SEM 图

Fig.1 SEM images of the silicon carbide line structures before and after etching

利用共聚焦显微镜对碳化硅线条结构进行观察,得到线条结构的宽度和深度随激光能量和曝光时间的变化规律,图 2(a)所示为相同单点曝光时间下,不同激光功率的碳化硅线条结构的 SEM 照片,图 2(b)是相

同激光功率下,不同单点曝光时间的碳化硅线条结构的 SEM 图.通过测试获得如图 2(c)和(d)所示的激光功率、单点曝光时间与线条结构的宽度和深度的关系.由图 2(c)可以看出在相同单点曝光时间下,随着激光功率的增加,碳化硅线条结构的宽度和深度逐渐变大.由图 2(d)可以看出在相同激光功率下,随着单点曝光时间的增加,碳化硅线条结构的宽度和深度逐渐变大.激光脉冲能量的增加导致激光在焦点处光斑的横向以及纵向的能量分布随之增加,从而形成的结构的宽度和深度随之增加.而单点曝光时间的增加使得累计在局部区域的能量增加,对材料的影响与直接的脉冲能量增加类似,同样会使形成的线条结构的宽度和深度增加.表 1 和表 2 为在不同激光功率和单点曝光时间的条件下制备的碳化硅线条的深度和宽度.线条的深度和宽度随着激光功率和单点曝光时间的增加而增加,可知碳化硅线条结构的宽度和深度可以通过激光功率和单点曝光时间进行灵活调控.

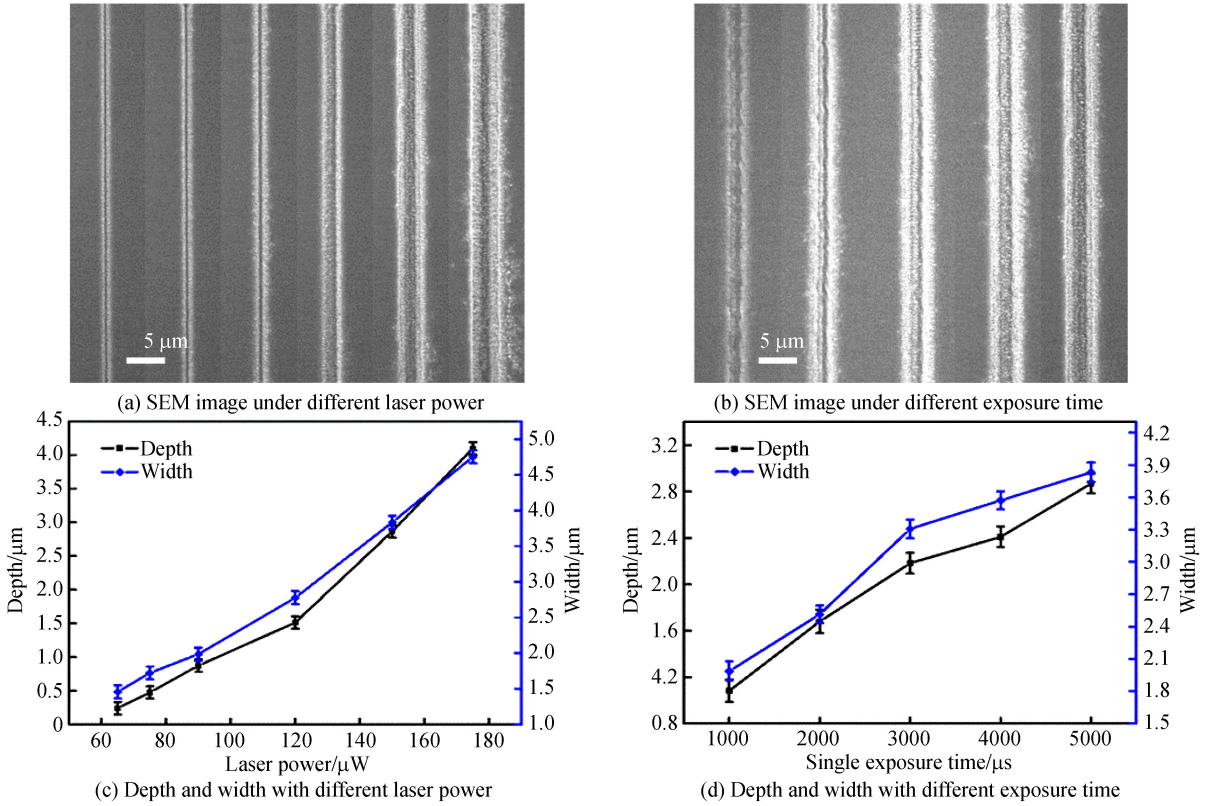


图 2 不同激光功率和单点曝光时间下线条结构的深度和宽度

Fig.2 Depth and width of the line structure with different laser power and exposure time

表 1 不同激光功率和单点曝光时间下制备的碳化硅线条的深度

Table 1 The depth of the fabricated silicon carbide lines under different laser power and exposure time

Exposure time/ $\mu\text{s}$	Laser power/ $\mu\text{W}$					
	65	75	90	120	150	175
1 000	0.186	0.212	0.284	0.655	1.068	1.583
2 000	0.242	0.318	0.413	0.764	1.7	2.111
3 000	0.269	0.361	0.413	1.02	2.186	3.091
4 000	0.311	0.403	0.595	1.311	2.429	3.318
5 000	0.373	0.472	0.876	1.514	2.867	4.099



表 2 不同激光功率和单点曝光时间下制备的碳化硅线条的宽度

Table 2 The width of the fabricated silicon carbide lines under different laser power and exposure time

Depth/ $\mu\text{m}$	Laser power/ $\mu\text{W}$						
	65	75	90	120	150	175	
Exposure time/ $\mu\text{s}$							
1 000	0.93	1.194	1.458	1.722	1.986	2.25	
2 000	1.194	1.458	1.458	1.722	2.514	2.514	
3 000	1.194	1.458	1.458	2.25	2.778	3.307	
4 000	1.386	1.458	1.722	2.25	3.043	3.571	
5 000	1.458	1.722	1.986	2.778	3.835	4.754	

## 1.2 离子束刻蚀对飞秒激光加工后结构粗糙度的影响

用激光功率为  $40 \mu\text{W}$ 、单点曝光时间为  $1\ 000 \mu\text{s}$  的飞秒激光脉冲在碳化硅表面加工出  $20 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$  的微米级方块结构,对制备好的碳化硅结构进行离子束刻蚀,离子束刻蚀的参数为离子能量  $600 \text{ eV}$ 、离子束流  $70 \text{ mA}$ ,刻蚀时间分别为  $5 \text{ min}$ 、 $10 \text{ min}$ 、 $30 \text{ min}$ .对刻蚀不同时间的碳化硅方块结构进行原子力显微镜测试,图 3 表示不同刻蚀时间下碳化硅方块结构的表面形貌.由于表面微纳结构的尖端部位具有较低的表面结合能,更易于被刻蚀,因此在刻蚀过程中会使表面逐渐平滑.从图中也可以看出随着刻蚀时间的增加,碳化硅方块结构的粗糙度  $R_a$  逐渐降低,从刻蚀前的  $106 \text{ nm}$  降低到刻蚀  $30 \text{ min}$  后的  $11.8 \text{ nm}$ .随着刻蚀时间的增加,结构表面质量逐步得到改善.

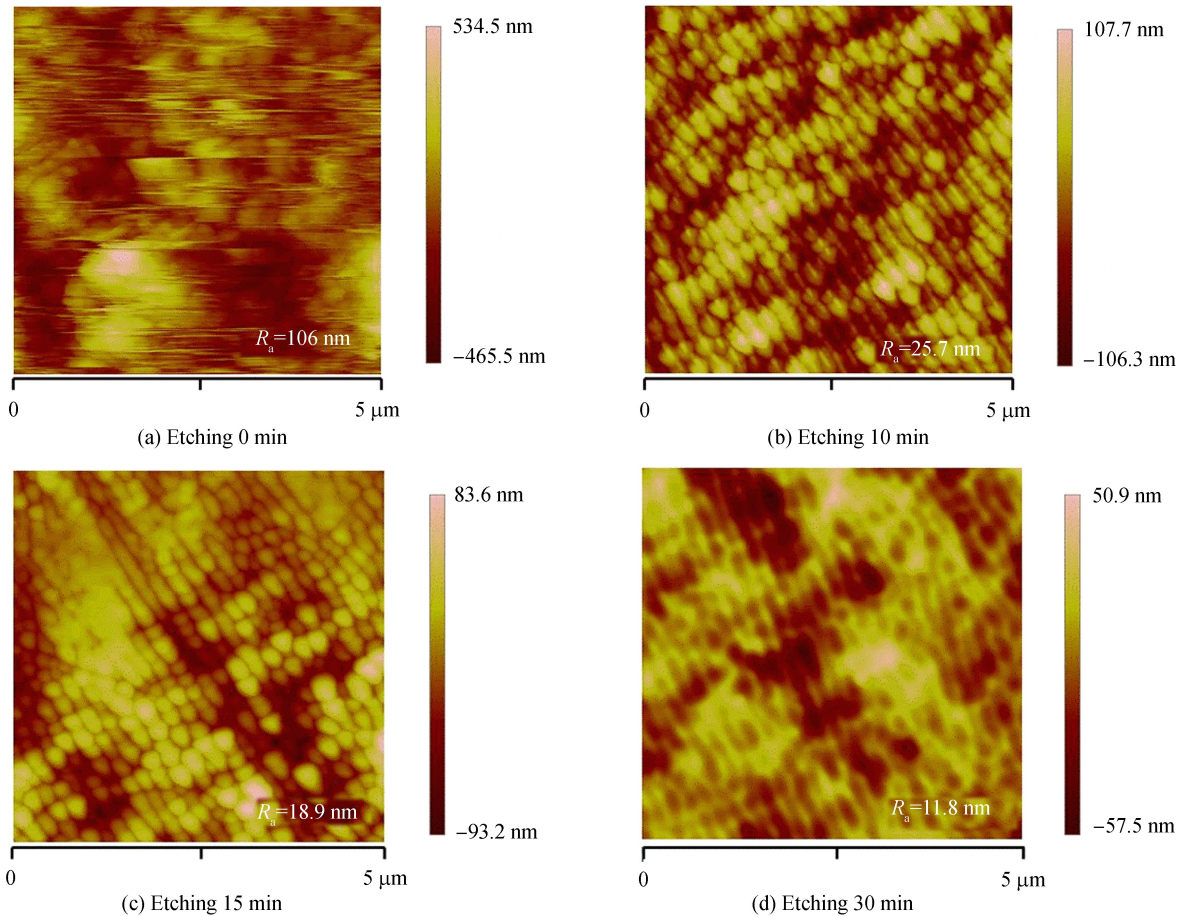


图 3 刻蚀后的碳化硅方块结构 AFM 图

Fig.3 AFM images of the etched silicon carbide block structure

## 2 碳化硅菲涅尔波带片的制备

通过实验摸索,选取合适的加工参数实现碳化硅表面菲涅尔波带片的制备.飞秒激光加工参数为激光功

率  $40 \mu\text{W}$ 、单点曝光时间  $1000 \mu\text{s}$ 。图 4(a)所示为刻蚀前的碳化硅菲涅尔波带片的 SEM 图,图 4(b)为其局部放大图,从图中可以看出飞秒激光加工后的碳化硅菲涅尔波带片结构表面比较粗糙。对飞秒激光加工后的菲涅尔波带片采用离子束刻蚀处理,离子束刻蚀的参数为离子能量  $600 \text{ eV}$ 、离子束流  $70 \text{ mA}$ ,刻蚀  $10 \text{ min}$  后,对碳化硅菲涅尔波带片进行 SEM 测试,如图 4(c),图 4(d)为其局部放大图,从图 4(c)和(d)中可以看出刻蚀后的碳化硅菲涅尔波带片粗糙度显著降低,消除了激光诱导产生的周期性条纹结构,表面变得比较平滑。

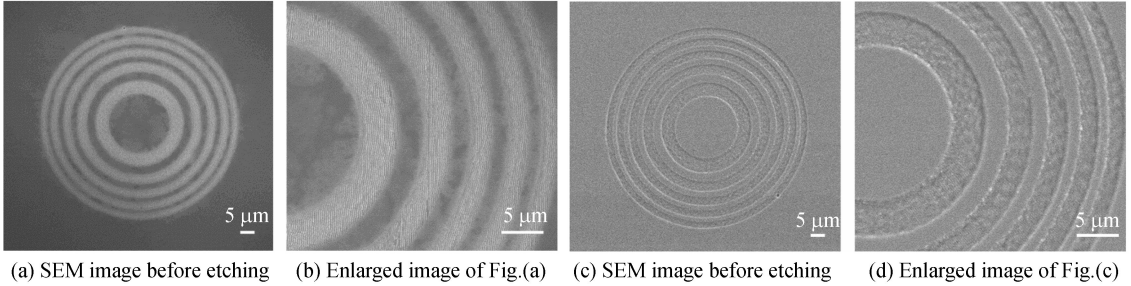


图 4 刻蚀前后碳化硅菲涅尔波带片的 SEM 图

Fig.4 SEM image of the silicon carbide Fresnel zone plate before and after etching

对刻蚀前后的碳化硅菲涅尔波带片进行共聚焦显微镜测试,如图 5(a)和(b),可以看出由于加工过区域的粗糙度较大,因而刻蚀前的碳化硅菲涅尔波带片的反射率较差,而刻蚀后的碳化硅菲涅尔波带片表面粗糙度较小,反射率较高,而且表面粗糙度的降低会降低结构对光的散射,从而增加器件对光的透过率。对碳化硅菲涅尔波带片进行光学效果测试,图 5(c)和(d)分别为离子束刻蚀前碳化硅菲涅尔波带片的聚焦和成像的光学照片。图 5(e)和(f)分别是离子束刻蚀后碳化硅菲涅尔波带片聚焦和成像的光学照片,可以看出,与飞秒激光直写制备的菲涅尔波带片相比,使用离子束刻蚀辅助飞秒激光加工制备的碳化硅菲涅尔波带片能够呈现更为清晰的聚焦和成像效果。

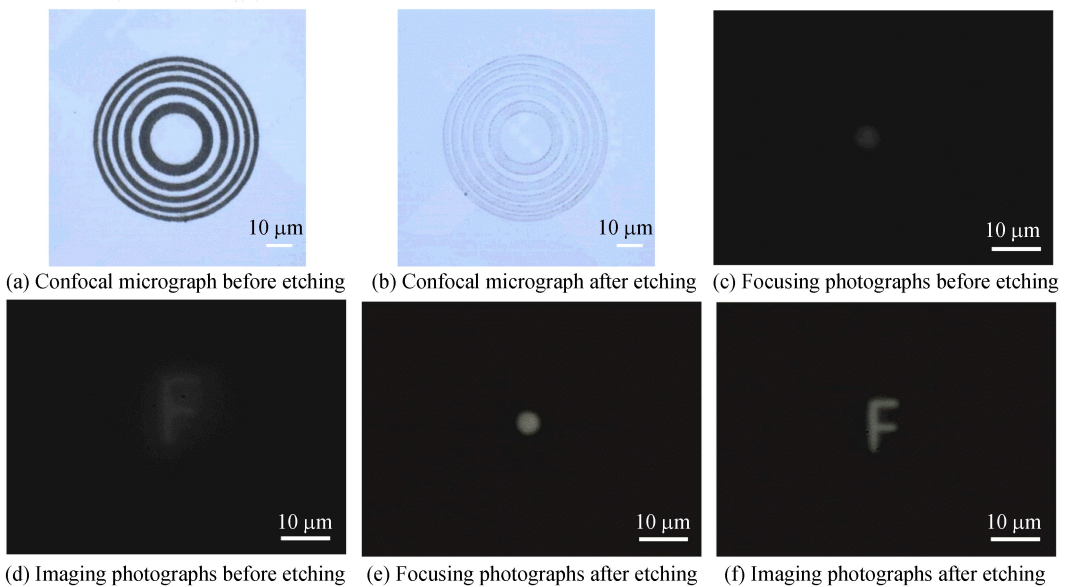


图 5 刻蚀前后的碳化硅菲涅尔波带片的共聚焦显微镜照片,以及聚焦和成像照片

Fig.5 Confocal micrograph, focusing and imaging photographs of the silicon carbide Fresnel zone plate before and after etching

### 3 结论

通过离子束刻蚀辅助飞秒激光加工技术可以解决飞秒激光直写硬质材料所带来的表面形貌差、粗糙度高的问题,将碳化硅表面结构粗糙度从  $106 \text{ nm}$  降低到  $11.8 \text{ nm}$ ,大幅度降低飞秒激光直写后碳化硅的表面粗糙度。通过对飞秒激光直写碳化硅和离子束刻蚀碳化硅的参数摸索,制备了具有较好表面质量、较低粗糙

度的碳化硅菲涅尔波带片,其具有较好的聚焦和成像效果.研究结果验证了离子束刻蚀辅助飞秒激光加工技术对于碳化硅结构高精度加工的可行性,为碳化硅微纳加工提供的新的方案.

## 参考文献

- [1] PECHOLT B, GUPTA S, MOLIAN P. Review of laser microscale processing of silicon carbide[J]. *Journal of Laser Applications*, 2011, **23**(1): 012008.
- [2] ZHAO De-sheng, LIU Ran, FU Kai, *et al.* An  $\text{Al}_{0.25}\text{Ga}_{0.75}\text{N}/\text{GaN}$  lateral field emission device with a nano void channel [J]. *Chinese Physics Letters*, 2018(3): 114-117.
- [3] RAPE A, LIU X, KULKARNI A, *et al.* Alloy development for highly conductive thermal management materials using copper-diamond composites fabricated by field assisted sintering technology[J]. *Journal of Materials Science*, 2013, **48**(3): 1262-1267.
- [4] CHEN Shuo, LUNA L E, YOU Zheng, *et al.* Ni-induced graphitization for enhanced long-term stability of ohmic contact to polycrystalline 3C-SiC[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A Vacuum Surfaces & Films*, 2015, **33**(3): 031507.
- [5] LU Xi-yuan, LEE J Y, FENG P X, *et al.* Silicon carbide microdisk resonator[J]. *Optics Letters*, 2013, **38**(8): 1304.
- [6] MASSOUBRE D, WANG Li, HOLD L, *et al.* Vertically conductive single-crystal SiC-based Bragg reflector grown on Si wafer[J]. *Scientific Reports*, 2015, **5**: 17026.
- [7] LIM H, RYU J, KIM G, *et al.* Nanoimprint lithography with a focused laser beam for the fabrication of nanopatterned microchannel molds.[J]. *Lab on A Chip*, 2013, **13**(16): 3188-3191.
- [8] KRAVCHENKO A, SHEVCHENKO A, GRAHN P, *et al.* Photolithographic periodic patterning of gold using azobenzene-functionalized polymers[J]. *Thin Solid Films*, 2013, **540**(4): 162-167.
- [9] LIU Xin, ZHANG Man, PANG Hui, *et al.* Fabrication of large-angle diffractive optical element based on nanoimprint lithography[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2016, **45**(6): 0605001.  
刘鑫,张满,庞辉,等.基于纳米压印的大角度衍射光学元件批量化制备方法[J].光子学报,2016,**45**(6):0605001.
- [10] PEA M, MUSSI V, BARUCCA G, *et al.* Focused ion beam surface treatments of single crystal zinc oxide for device fabrication[J]. *Materials & Design*, 2016, **112**: 530-538.
- [11] BISHOP J, FRONZI M, ELBADAWI C, *et al.* Deterministic nanopatterning of diamond using electron beams[J]. *Acs Nano*, 2018, **12**(3): 2873-2882.
- [12] YONG M K, CHOI K C. Distortion analysis of periodic ring patterns fabrication using surface plasmon interference lithography with an Al hexagonal grating structure on glass[J]. *IEEE Transactions on Nanotechnology*, 2018, **17**(3): 432-436.
- [13] WU Yi-ming, LI Ming, CHENG Guang-hua. Fabricating micro fiber fabry-perot sensor with femtosecond laser pluses [J]. *Acta Photonica Sinica*, 2010, **39**(4): 584-587.  
吴易明,李明,程光华.飞秒激光制造微型光纤法布里-珀罗干涉传感器[J].光子学报,2010,**39**(4):584-587.
- [14] BULUSHEV E, BESSMELTSEV V, DOSTOVALOV A, *et al.* High-speed and crack-free direct-writing of microchannels on glass by an IR femtosecond laser[J]. *Optics & Lasers in Engineering*, 2016, **79**: 39-47.
- [15] LIU Xue-qing, CHEN Qi-dai, GUAN Kai-min, *et al.* Dry-etching-assisted femtosecond laser machining[J]. *Laser & Photonics Reviews*, 2017, **11**(3): 1600115.
- [16] LIU Xue-qing, YU Lei, CHEN Qi-dai, *et al.* Mask-free construction of three-dimensional silicon structures by dry etching assisted gray-scale femtosecond laser direct writing[J]. *Applied Physics Letters*, 2017, **110**(9): 091602.
- [17] SU Zhi-wei, CHEN Qing-chuan, FENG Chun-tang, *et al.* Ion beam polishing of K9 glass [C]. 2006 National Conference on Charged Particle Sources and Beams, 2006: 132-133.  
苏志伟,陈庆川,冯春堂,等.K9玻璃的离子束抛光[C].2006全国荷电粒子源、粒子束学术会议,2006:132-133.

**Foundation item:** National Key Research and Development Program of China (No. 2017YFB1104600), National Natural Science Foundation of China (Nos. 91423102, 61590930, 61435005), China Postdoctoral Science Foundation (No. 2018M631456)

引用格式: YU Lei, YANG Shuang-ning, LIU Xue-qing, *et al.* Ion Beam Etching Assisted Femtosecond Laser Machining to Manufacture Silicon Carbide Micro-optical Components[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2018, **47**(12): 1214003

于磊,杨双宁,刘学青,等.离子束刻蚀辅助飞秒激光加工制备碳化硅微光学元件[J].光子学报,2018,**47**(12):1214003