

УДК 537.5

## СОЗДАНИЕ КРИВОЛИНЕЙНЫХ ДИФРАКЦИОННЫХ РЕШЕТОК ДЛЯ УЛЬТРАФИОЛЕТОВОГО ДИАПАЗОНА

© 2011 Д.В. Нестеренко<sup>1,2</sup>, С.Д. Полетаев<sup>2</sup>, О.Ю. Моисеев<sup>1,2</sup>,  
Д.М. Якуненкова<sup>1,2</sup>, А.В. Волков<sup>1,2</sup>, Р.В. Скиданов<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Институт систем обработки изображений РАН, г. Самара

<sup>2</sup> Самарский государственный аэрокосмический университет

Поступила в редакцию 19.01.2011

Описана технология изготовления криволинейных дифракционных решеток для ультрафиолетового диапазона света с характерными размерами структур порядка 200 нм на подложке из плавленного кварца с применением электронно-лучевой литографии и ионно-реактивного травления.

Ключевые слова: электронно-лучевая литография, ионно-реактивное травление, криволинейная дифракционная решетка, кварц, УФ диапазон.

### ВВЕДЕНИЕ

Дифракционные решетки с субмикронным периодом используются в планарных оптических устройствах для ввода света в волноводы в различных применениях, например, биосенсорах, подсветки дисплеев, спектральных приборов. Оптические решетки характеризуются периодом порядка длины волны света и относительно большой площадью (более нескольких сотен периодов). Для оптических приложений в ультрафиолетовом диапазоне (УФ) используются дифракционные решетки в кварцевом стекле.

Субмикронные решетки могут быть получены технологиями формирования рельефа высокого разрешения, такими как интерференционная УФ литография [1-7], электронно-лучевая литография [8-13]. Технология УФ литографии может быть как записью по фоторезисту [1, 3, 5, 6], так и процессом фотополимеризации в специальном полимере [2, 7]. Во втором варианте возможен вывод более сложных структур, в том числе и трехмерных. Однако, УФ литография не позволяет производить запись произвольных структур. Электронно-лучевая литография формирует 2D растровую картину записи в резисте, что позволяет изготавливать искривленные диф-

ракционные решетки. Технология изготовления дифракционных микроструктур по методу электронно-лучевой литографии [6, 7] в большинстве работ описана неполным образом, что не позволяет воспроизводить опубликованные результаты, поэтому необходимо дополнительное изучение технологических процессов при изготовлении решеток этим методом. Надо заметить, что электронно-лучевая литография в настоящее время не является единственным высокоразрешающим методом получения микрорельефа. Конкурирующим методом является метод рентгеновской литографии [13]. Но, рентгеновская литография в основном используется для формирования структур на полупроводниковых материалах, либо для формирования таких структур на полимерах [13]. Публикаций, посвященных рентгеновской литографии на оптических материалах, в настоящее время нет. Поэтому в области изготовления дифракционных решеток с малым периодом метод электронной литографии является единственным приемлемым для использования.

Для переноса рельефа, созданного в слое резиста, на поверхность подложки применяется технология жидкостного травления [14], имеющая ограничения на минимальный размер элемента структуры и его высоту вследствие подтравливания под край маски. Жесткие требования предъявляются к адгезии и стойкости материала маскирующего слоя. Плазменное травление позволяет преодолеть эти ограничения и делает возможным травление стойких материалов. В [15] производилось плазменное травление кремниевой подложки через резистивную маску.

В данной статье описываются технологические процессы изготовления криволинейных дифракционных решеток в кварцевом стекле периодом 400 нм, с толщиной полосы 200 нм с помощью электронно-лучевой литографии и ион-

*Нестеренко Дмитрий Владимирович, кандидат физико-математических наук, научный сотрудник.*

*E-mail: nesterenko@smr.ru*

*Полетаев Сергей Дмитриевич, лаборант.*

*E-mail: sergpolet@gmail.com*

*Моисеев Олег Юрьевич, кандидат технических наук, старший научный сотрудник. E-mail: moiseev@smr.ru*

*Якуненкова Диана Михайловна, ведущий технолог.*

*E-mail: cat@smr.ru*

*Волков Алексей Васильевич, доктор технических наук, профессор, заведующий лабораторией микро- и нанотехнологий. E-mail: volkov@ssau.ru*

*Скиданов Роман Васильевич, доктор физико-математических наук, профессор, старший научный сотрудник.*

*E-mail: romans@smr.ru*

но-реактивного травления. Такие элементы могут быть использованы в качестве штампов для последующих процессов импринт-литографии, в качестве оптических элементов для ультрафиолетового диапазона.

### ПРОЦЕСС ИЗГОТОВЛЕНИЯ ДИФРАКЦИОННЫХ РЕШЕТОК

Изготовление дифракционных решеток с периодом, меньшим длины волны света, включает процессы вакуумного нанесения металлических пленок [16], нанесения резиста, чувствительного к потоку электронов, электронно-лучевой литографии с помощью растрового электронного микроскопа, реактивно-ионного травления металлической пленки через проявленный рельеф в резисте, реактивно-ионного травления подложки через созданную в слое металла маску [15]. Хотя процессы обработки резиста и плазменного травления важны, достижение успехов в создании субмикронных структур напрямую зависит от качества топологического рисунка резистивной маски, сформированного на операции литографии. Использование термина «литография» относится к передаче рисунка через маску (например на хrome или стекле) или посредством компьютерной памяти на пленку, чувствительную к излучению, резист, на поверхности. Передача может быть произведена посредством УФ-излучения (фотолитография), электронами, рентгеновскими лучами или ионами. Пленка затем обрабатывается с целью удаления экспонированных областей (для позитивного резиста) или удаления неэкспонированных областей (негативный резист). В последующих шагах изготовления часть подложки, оставшаяся непокрытой, каким-либо образом изменяется. Затем резист убирается, и на поверхности подложки, таким образом, создается структура.

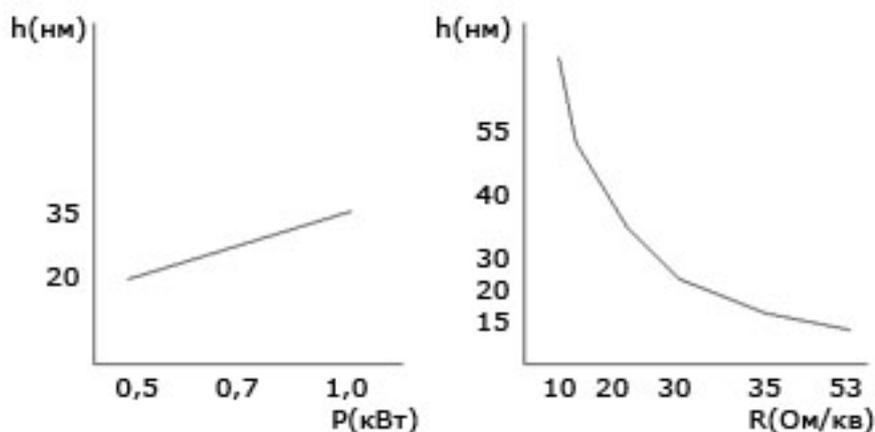
Стандартное разрешение оптической литографии 0,5 мкм, предполагаемый предел по мере приближения желаемого размера элементов к длине волны света – 0,25 мкм. При меньших размерах элемента необходимо использовать УФ-излучение меньшей длины волны или процесс передачи структуры, основанный на других видах излучения, например, электронную литографию. Электронно-лучевая литография (ЭЛЛ) обеспечивает более высокое разрешение, чем оптическая литография вследствие малости длины волны электронов. Разрешение ЭЛЛ систем ограничивается не дифракцией, но рассеянием электронов в резисте и подложке и различными aberrациями электронной оптики. Поскольку процесс записи структуры электронным лучом относится к безмасочной технологии, производительность ЭЛЛ намного меньше производительности оптических систем [9].

Цель процесса изготовления дифракционной решетки – создание периодического профиля

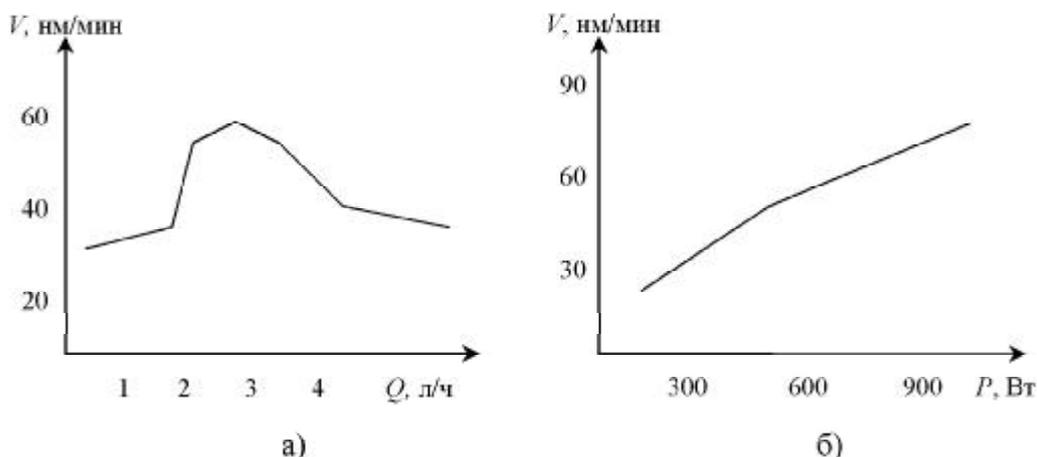
рельефа на кварцевой подложке. Формирование решеток производилось на предварительно очищенных подложках размерами 25±25 мм из плавленного кварца марки КВ.

В качестве маскирующего слоя при травлении кварца использовалась пленка хрома [15-18]. Необходимость применения металлической пленки обусловлена ограничением на максимальную толщину наносимого слоя резиста, связанным с минимальным разрешением требуемой структуры, и необходимостью отвода скапливающегося заряда в процессе электронно-лучевого экспонирования. На этапе обработки режима травления было установлено, что электронный резист травится со скоростью 200 нм/мин, тогда как скорость травления кварца 50 нм/мин. При этих значениях удавалось получить глубину микрорельефа в кварце не более 100 нм. Выбор этого металла был обусловлен тем, что он обладает достаточной плазмотойкостью к фторсодержащей плазме. Для выбора маскирующего слоя помимо хрома был исследован ниобий. Толщина ниобиевых пленок составляла 150 нм. При тех же условиях скорость его травления составила 50 нм/мин во фторсодержащей плазме. Эта величина соизмерима со скоростью травления кварца и в качестве маскирующего слоя не подходит. Напыление хрома на поверхность кварцевой подложки производилось на установке магнетронного распыления импульсного тока «Каролина Д-12А». Толщина металлической пленки должна быть достаточно малой для полной передачи в нее топологического рисунка при травлении слоя хрома и достаточно большой для травления кварца на заданную глубину (200 нм), поскольку сама маска деградирует в процессе формирования микрорельефа в плазме. Экспериментально было показано, что оптимальной толщиной пленки является значение 15-20 нм.

Выбор режима напыления проводился исходя из обеспечения точности напыления заданной толщины и адгезии пленки к поверхности подложки. Контроль толщины подложек в процессе напыления проводился по свидетелю. На рис. 1 приведены графики зависимости толщины пленки хрома от мощности магнетронной распылительной системы (МРС) (при времени напыления 1,5 мин) и сопротивления свидетеля. Необходимая толщина пленки хрома 15 нм получалась при сопротивлении свидетеля 160 Ом/□%. Зависимость толщины пленки хрома от мощности МРС слабая. При напылении на мощностях МРС свыше 0,9 кВт сильно возрастает отклонение толщины напыленной пленки от требуемой. Зависимость толщины напыленной пленки от расхода рабочего газа не обнаружена. Был выбран следующий режим напыления:  $P = 0,7$  кВт;  $R(св) = 160$  Ом/□%;  $Q(Ar) = 3$  л/ч;  $t^o = 200^oC$ . Нагрев подложек обуславливался повышением адгезии пленки к поверхности подложки. Перед напылением проводилась ионная очистка в те-



**Рис. 1.** Зависимость толщины напылённой пленки хрома: а – от мощности магнетрона; б – от сопротивления свидетеля



**Рис. 2.** Зависимость скорости травления кварцевой подложки: а – от расхода плазмообразующего газа; б – от мощности генератора

чение 5 мин с целью удаления поверхностных загрязнений. Как очистка, так и напыление проводились в среде аргона. Измерение толщины пленок проводилось на тестовых образцах (ситалловые подложки), напыляемых в едином цикле с кварцевыми подложками. Для этой цели использовался профилометр «KLA Tencor P16+». Узкая область металлической пленки покрывалась стойким лаком и часть ее удалялась химически в растворе сульфата церия, измерение толщины проводилось профилометром посредством сканирования поверхности этой области зондом, перпендикулярным к контролируемой поверхности в контактном режиме.

Далее производилось нанесение позитивного резиста ЭРП-40 на центрифуге Polos с частотой  $5000 \text{ мин}^{-1}$  толщиной 600 нм с последующей сушкой в конвекционной печи при температуре  $180^\circ$  в течение 30 мин. Электронно-лучевое экспонирование резиста производилось с использованием растрового электронного микроскопа (РЭМ) Supra 25 (30 кэВ, Carl Zeiss GmbH) с ли-

тографической приставкой XENOS XeDraw2 (XENOS Semiconductor Technologies GmbH), позволяющей формировать заданную картину облучения. Для определения дозы облучения был записан набор тестовых дифракционных решеток периодом 400 нм с диапазоном доз от  $70 \text{ мкКл/см}^2$  до  $120 \text{ мкКл/см}^2$ . После проявления резиста в растворе метилизобутилкетона и изопропилового спирта в соотношении 1:3 в течение 40 с образец промывался в изопропиловом спирте с последующей сушкой на центрифуге. Далее производилась процедура сушки проявленного резиста в конвекционной печи при температуре  $90^\circ$  в течение 30 мин. После завершения операций формирования рельефа поверхность образца анализировалась на РЭМ с целью выявления дефектов проработки рельефа и определения диапазона доз облучения, использование которого приводит к приемлимым результатам. Пример записи решеток с набором доз приведен на рис. 3. Из рис. 3, а видно, что рельеф недостаточно проработан, темные участки между линиями

решетки указывают на наличие диэлектрического материала на металлической подложке – остатков резиста. На рис. 3, б участки между линиями решетки становятся светлыми, резист между линиями удален полностью. На верхней области видно, что линии решетки слеплены между собой вследствие их отсоединения от подложки и заваливания друг на друга. Это происходит при высоких дозах облучения из-за уменьшения толщины основания линии решетки. На рис. 3, в проиллюстрирован полный отрыв линий от подложки и смыв их проявителем при увеличении дозы облучения. Анализ доз облучения показал, что диапазон доз, дающих приемлемые результаты, зависит от толщины резиста, периода решетки, температуры проявителя, концентрации проявителя, времени проявления. Запись финальных решеток периодом 400 нм с прямыми и искривленными линиями с радиусом кривизны от 10 до 50 мм площадью 15 мм<sup>2</sup> производилась с дозой 90 мкКл/см<sup>2</sup> как оптимальной.

Травление подложек осуществлялось на установке ионно-реактивного травления УТП ПДЭ-125-009 «Интра» с индукционным возбуждением плазмы в два этапа. На первом этапе производилась передача топологического рисунка в хромовую пленку через маску из электронного резиста. На втором этапе осуществлялось травление кварцевой подложки через маску, сформированную в металлической пленке. На этапе передачи рисунка в металлическую пленку выбор состава плазмообразующей газовой смеси обуславливался обеспечением максимальной плазмостойкости электронного резиста и, тем самым, повышения селективности травления хрома относительно резистивной маски [19, 20]. Известно, что резистивные материалы имеют низкую стойкость к кислородсодержащей плазме [21, 24, 25]. Однако скорость травления хрома без добавки кислорода также снижается, но в меньшей степени, чем скорость травления резиста. Толщина электронного резиста 500 – 600 нм обеспечивает формирование маски в пленке хрома толщиной 15 – 20 нм. Травление хрома проводилось в плазме тетрахлоруглерода без добавки кислорода в следующем режиме:

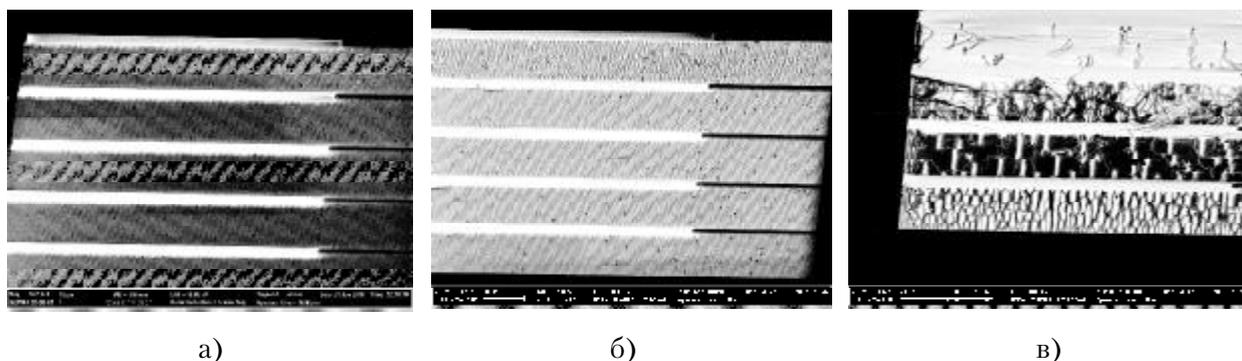
$P = 500$  Вт;  $Q(\text{CCl}_4) = 0,5$  л/ч;  $U_{\text{см}} = 300$  В;  $I_{\text{эм}} = 0,8$  А. Скорость травления хрома составила 12 нм/мин. Травление кварца на глубину 200 нм проводилось во фторсодержащей плазме [26]. На рис. 2 приведены графики зависимости скорости травления кварца от расхода плазмообразующего газа и мощности генератора. Максимум скорости травления приходится на расход 1,5-3 л/ч. При мощности генератора менее 400 Вт скорость травления мала, а при мощности свыше 700 Вт резко снижается ресурс генераторной лампы. Исходя из этого, был выбран следующий режим:  $P = 550$  Вт;  $Q(\text{CF}_4) = 2,5$  л/ч;  $U_{\text{см}} = 300$  В;  $I_{\text{эм}} = 0,8$  А. Параметры высокочастотного смещения и тока электромагнита не варьировались, поскольку даже небольшое их изменение приводит к рассогласованию падающей и отраженной мощности. Селективность травления кварца относительно хрома составила 12.

Форма и размеры полученных решеток были проанализированы с использованием РЭМ. На рис. 4 и 5 представлены дифракционные решетки в резисте после проявления толщиной около 500 нм с периодом 400 нм с прямоугольным профилем. На рис. 6 представлены изображения решеток в кварцевом стекле после процедур травления. Высота полосы решетки составила 200 нм. Для контроля процессов травления одновременно с решетками периодом 400 нм записывались решетки периодом 3 мкм, приведенные на рис. 7. Из рис. 7, б и в видно сглаживание краев полос решетки вследствие бокового травления хромовой маски. Это является причиной непрямоугольности полос решетки периодом 400 нм (см. рис. 6, б).

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе описывается технология формирования структуры, представляющей из себя решетки с субмикронным периодом и искривленным направлением линий в кварцевом стекле для УФ диапазона света, посредством электронно-лучевой литографии и ионно-реактивного травления.

В результате были получены криволинейные дифракционные решетки с периодом 400 нм



**Рис. 3.** РЭМ изображение дифракционных решеток периодом 400 нм в резисте высотой 530 нм записанных с дозами облучения: а – 70 – 80 мкКл/см<sup>2</sup>; б – 80 – 100 мкКл/см<sup>2</sup>; в – 100 – 120 мкКл/см<sup>2</sup>

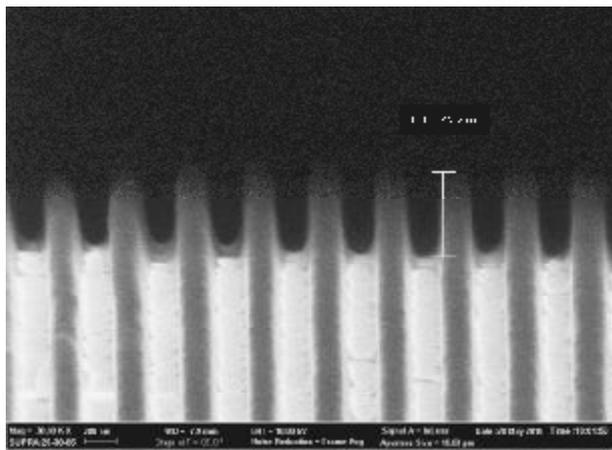


Рис. 4. РЭМ изображение дифракционной решетки периодом 400 нм в резисте высотой 530 нм

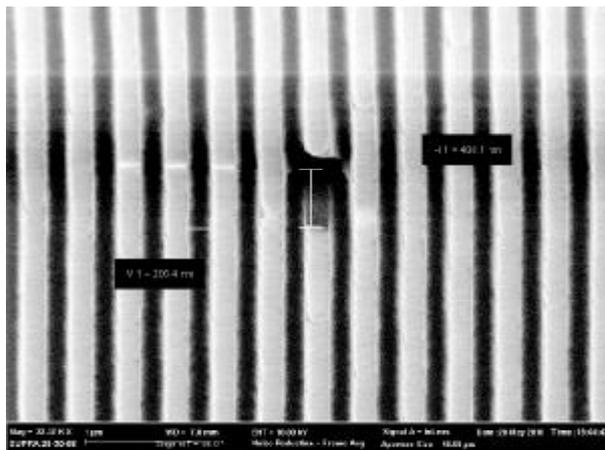


Рис. 5. РЭМ изображение дифракционной решетки периодом 400 нм в резисте высотой 500 нм

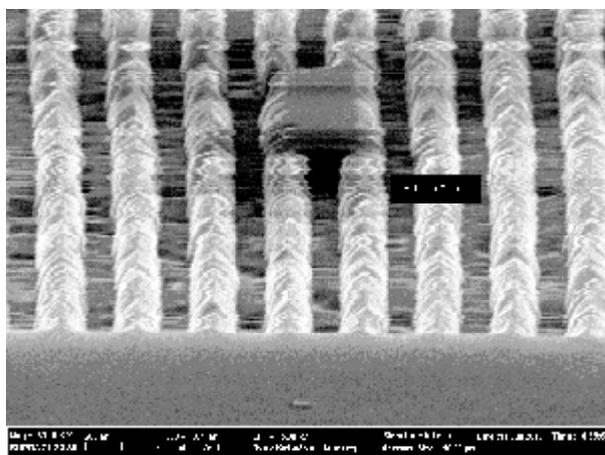
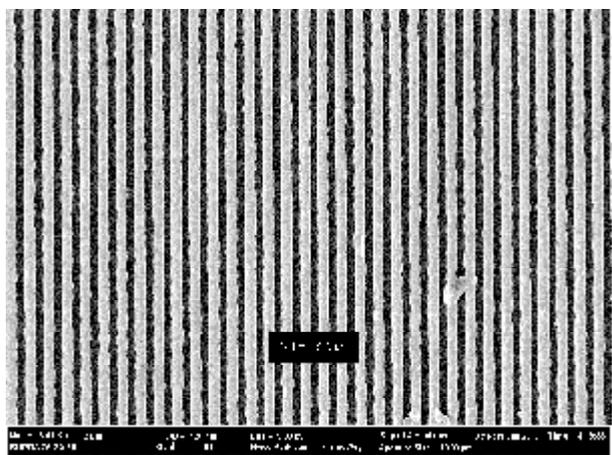


Рис. 6. РЭМ изображение дифракционной решетки в кварцевом стекле периодом 400 нм: а – вид сверху; б – вид сбоку

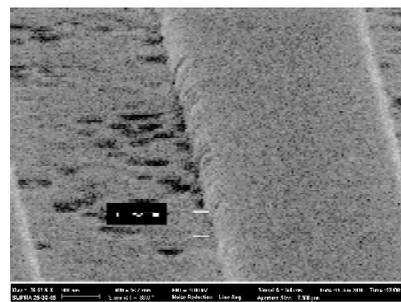
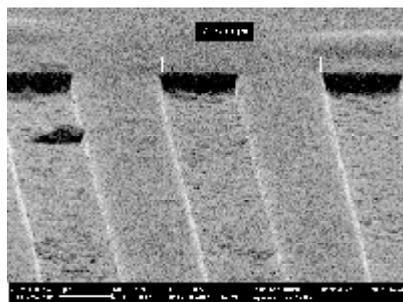
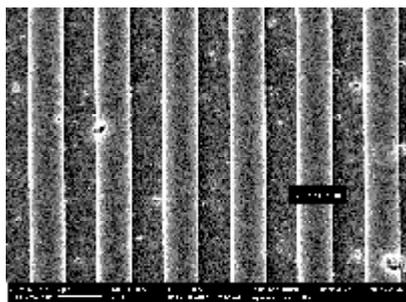


Рис. 7. РЭМ изображение дифракционной решетки в кварцевом стекле периодом 3 мкм: а – вид сверху; б, в – вид сбоку

(ширина полосы – 200 нм, высота полосы – 200 нм) с прямыми и искривленными линиями радиусом кривизны от 10 до 50 мм на подложке из плавленого кварца марки КВ. Параметры структур были оценены с помощью РЭМ.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке гранта Президента РФ поддержки ведущих научных школ (НШ-7414.2010.9), Государственных контрактов №02.740.11.0805 и №14.740.11.0016.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Бредихин В.И., Буренина В.Н., Веревкин Ю.К. [и др.] Наноразмерная интерференционная литография с импульсным УФ лазером // Журнал технической физики. 2004. Т. 74. Вып. 9. С. 86-90.
2. Nakamoto T., Yamaguchi K., Abraha P.A. [and others] Manufacturing of three-dimensional micro-parts by UV laser induced polymerization // J. Micromech. Microeng. 1996. Vol. 6. P. 240-253.
3. Marge M., Bruynooghe S., Clube F. [and others] 120 nm lithography using off-axis TIR holography and 364 nm exposure wavelength // Microelectronic Engineering.

2001. Vol. 57. P. 59-63.
4. *Kondo T., Juodkazis S., Mizeikis V. [and others]* Fabrication of three-dimensional periodic microstructures in photoresist SU-8 by phase-controlled holographic lithography // *New Journal of Physics*. 2006. Vol. 8. P. 250-256.
  5. *Huang C.J., Zhu X.P., Li C. [and others]* Nanofabrication of grid-patterned substrate by holographic lithography // *Journal of Crystal Growth*. 2002. V. 236. P. 141-144.
  6. *Min'ko V. I., Indutnyy I.Z., Shepeliaviyi P.E. [and others]* Application Of Amorphous Chalcogenide Films For Recording Of High-Frequency Phase-Relief Diffraction Gratings // *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*. 2005. Vol. 7. No. 3. P. 1429-1432.
  7. *Kang D.J., Kim J.K., Bae B.S.* Simple fabrication of diffraction gratings by two-beam interference method in highly photosensitive hybrid sol-gel films // *Opt. Exp.* 2004. Vol. 12. No. 17. P. 3947.
  8. *Злюбин В.А.* Электронно-лучевая литография массивов наноструктур // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. 2006. № 12. С. 59-63.
  9. *Потапкин О.Д., Трошин Б.В.* Проекционная электронно-лучевая литография для нанотехнологий // *Известия Российской академии наук. Серия физическая*. 2010. Т. 74. № 7. С. 1056-1060.
  10. *Стефанович Г.Б., Пергамент А.Л., Величко А.А. [и др.]* Аморфный оксид ванадия - резист для нанолитографии // *Вестник Воронежского государственного технического университета*. 2009. Т. 5. № 11. С. 33-38.
  11. *Казанский Н.Л.* Исследовательский комплекс для решения задач компьютерной оптики // *Компьютерная оптика*. 2006. № 29. С. 58-77.
  12. *Сережников С.Ю.* Подготовка, обработка и визуализация данных для изготовления голограмм на электронно-лучевой установке ZBA-21 / *Вычислительные методы и программирование: новые вычислительные технологии*. 2002. Т. 3. № 1. С. 110-115.
  13. *Gürsel S.A., Padeste C., Solak H.H. [and others]* Microstructured polymer films by X-ray lithographic exposure and grafting // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. 2005. Vol. 236. № 1-4. P. 449-455.
  14. *Моро У.* Микролитография. В 2-х ч. Ч. 2: Пер. с англ. М.: Мир, 1990. 632 с.
  15. *Волков А.В., Казанский Н.Л., Костюк Г.Ф. [и др.]* Формирование микрорельефа ДОЭ с использованием халькогенидных стеклообразных полупроводников // *Компьютерная оптика*. 1999. № 19. С. 129-131.
  16. *Волков А.В., Казанский Н.Л., Сойфер В.А. [и др.]* Технология изготовления непрерывного микрорельефа дифракционных оптических элементов // *Компьютерная оптика*. 1997. № 17. С. 91-93.
  17. *Волков А.В., Казанский Н.Л., Рыбаков О.Е.* Исследование технологии плазменного травления для получения многоуровневых дифракционных оптических элементов // *Компьютерная оптика*. 1998. № 18. С. 130-133.
  18. *Волков А.В., Казанский Н.Л., Рыбаков О.Е.* Разработка технологии получения дифракционного оптического элемента с субмикронными размерами рельефа в кремниевой пластине // *Компьютерная оптика*. 1998. № 18. С. 133-138.
  19. *Volkov A.V., Kazanskiy N.L., Moiseev O.Yu. [and others]* A Method for the Diffractive Microrelief Forming Using the Layered Photoresist Growth // *Optics and Lasers in Engineering*. 1998. Vol. 29. № 4-5. P. 281-288.
  20. *Волков А.В. [и др.]* Метод формирования дифракционного микрорельефа на основе послойного наращивания фоторезиста // *Компьютерная оптика*. 1996. № 16. С. 12-14.
  21. *Волков А.В., Казанский Н.Л., Успенцев Г.В.* Изготовление и экспериментальное исследование фокусаторов в кольцо и в две точки // *Компьютерная оптика*. 1999. № 19. С. 132-136.
  22. *Технология тонких пленок / под ред. Л. Майссела и Р. Глэнга. Пер. с англ. под ред. М. И. Елинсона, Г.Г. Смолко. М.: Сов. радио, 1977. Том 1. 664 с.*
  23. *Волков А.В., Казанский Н.Л., Моисеев О.Ю.* Исследование процессов нанесения и травления фоторезиста с целью повышения точности формирования микрорельефа широкоапертурных ДОЭ // *Компьютерная оптика*. 1999. № 19. С. 143-146.
  24. *Методы компьютерной оптики / под ред. В.А. Сойфера. М.: Физматлит, 2000. 688 с.*
  25. *Volkov A.V., Kazanskiy N.L., Kostyuk G.F. [and others]* Dry Etching of Polycrystalline Diamond Films // *Optical Memory & Neural Networks (Information Optics)*. 2002. Vol. 11. № 2. P. 131-137.
  26. *Pavelyev V.S., Borodin S.A., Kazanskiy N.L. [and others]* Formation of diffractive microrelief on diamond film surface // *Optics & Laser Technology*. 2007. Vol. 39. № 6. P. 1234-1238.

## THE FABRICATION OF THE CURVED DIFFRACTION GRATINGS FOR UV

© 2011 D.V. Nesterenko<sup>1,2</sup>, S.D. Poletaev<sup>2</sup>, O.Y. Moiseev<sup>1,2</sup>,  
D.M. Yakunenkova<sup>1,2</sup>, A.V. Volkov<sup>1,2</sup>, R.V. Skidanov<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Image Processing Systems Institute of RAS, Samara  
<sup>2</sup>Samara State Aerospace University

Electron beam lithography and reactive ion etching has been used to advantage in the development of curved diffractive gratings for UV with 200 nm pitch size on the quartz substrate. The application of the technology is described.

Keywords: electron beam lithography, reactive ion etching, curved diffraction grating, quartz, UV.

*Dmitry Nesterenko, Candidate of Physics and Mathematics, Research Fellow. E-mail: nesterenko@smr.ru*

*Sergey Poletaev, Technician. E-mail: sergpolet@gmail.com*

*Oleg Moiseev, Candidate of Technics, Chief Research Fellow. E-mail: moiseev@smr.ru*

*Diana Yakunenkova, Leading Technologist. E-mail: cat@smr.ru*

*Alexey Volkov, Doctor of Technics, Professor, Head of Micro-And Nanotechnology Laboratory. E-mail: volkov@ssau.ru*

*Roman Skidanov, Doctor of Physics and Mathematics, Professor, Chief Research Fellow. E-mail: romans@smr.ru*