

HfO₂ 顶层多层介质膜脉宽压缩光栅的离子束刻蚀*徐向东[†] 刘颖 邱克强 刘正坤 洪义麟 付绍军

(中国科学技术大学国家同步辐射实验室, 合肥 230029)

(2013年5月21日收到; 2013年9月3日收到修改稿)

多层介质膜光栅是高功率激光系统的关键光学元件. 为了满足国内强激光系统的迫切需求, 首先利用考夫曼型离子束刻蚀机开展了 HfO₂ 顶层多层介质膜脉宽压缩光栅的离子束刻蚀实验研究. 采用纯 Ar 及 Ar 和 CHF₃ 混合气体作为工作气体进行离子束刻蚀实验, 获得了优化的离子源工作参数. 结果表明, 与纯 Ar 离子束刻蚀相比, Ar 和 CHF₃ 混合气体离子束刻蚀时的 HfO₂/光刻胶的选择比大. HfO₂ 的离子束刻蚀过程中再沉积效应明显, 导致刻蚀光栅占宽比变大. 根据刻蚀速率分布制作的掩模遮挡板可以提高刻蚀速率均匀性, 及时清洗离子源和更换灯丝, 可保证刻蚀工艺的重复性. 利用上述技术已成功研制出多块最大尺寸为 80 mm × 150 mm、线密度 1480 线/mm、平均衍射效率大于 95% 的 HfO₂ 顶层多层介质膜脉宽压缩光栅. 实验结果与理论设计一致, 为大口径多层介质膜脉宽压缩光栅的离子束刻蚀提供了有益参考.

关键词: 光栅, 多层介质膜, 离子束刻蚀

PACS: 42.40.Eq, 42.82.Cr, 52.77.Bn

DOI: 10.7498/aps.62.234202

1 引言

建立在激光脉冲啁啾放大 (chirped-pulse amplification, CPA) 和压缩基础上的亚皮秒或皮秒超短脉冲激光器, 是目前研究快点火物理的唯一重要的驱动器. CPA 核心元件之一为衍射光栅, 其高衍射效率、高损伤阈值和大尺寸的苛刻要求是普通商业光栅所远远不能满足的^[1,2]. 美国利弗莫尔国家实验室 (Lawrence Livermore National Laboratory, LLNL) 最先开展了用于高强度激光脉冲压缩衍射光栅的研究工作, 至今已持续 20 余年. 其发展过程是光栅尺寸由小到大、光栅类型由镀金全息光栅到多层介质膜光栅、损伤阈值逐渐增大, 所研制的高强度激光脉冲压缩用衍射光栅代表了当前最高水平. 多层介质膜光栅是由基板、高反射率介质膜系和位于顶层的周期浮雕图形三部分组成. 基板材料常见为熔石英, 高反射率介质膜系是以 HfO₂/SiO₂ 作为高低折射率膜系组合, 顶层是在高反膜系上再沉积一层 HfO₂ 或 SiO₂ 膜以作为光栅浮雕图形制作. 因为用于脉宽压缩的介质膜光栅工

作状态只有一个非零衍射级次, 所以它的衍射效率主要与槽深、占宽比和剩余厚度有关, 而与槽形具体是矩形、梯形、还是三角形关系不大. 通过精心设计, 可以保证在一个相对较宽容的槽形 (槽深、占宽比) 范围内, 光栅都有较高的衍射效率^[3].

HfO₂ 是高介电常数材料, 具有良好的热稳定性和电学性能, 可替代 SiO₂ 用于制作下一代互补性金属氧化物半导体 (complementary metal-oxide-semiconductor, CMOS) 器件等. 近十年来, 基于高密度电子自旋共振 (electron cyclotron resonance, ECR) 或感应耦合等离子体 (inductively coupled plasma, ICP) 刻蚀装置, 国际上利用不同的反应气体 (BCl₃/Cl₂/Ar, SF₆/Ar, CH₄/H₂/Ar, Cl₂/HBr/CHF₃/CF₄/O₂, C₄F₈/Ar/H₂ 等) 广泛开展了 HfO₂ 薄膜材料的等离子体刻蚀工艺研究^[4-16], 分析了气体成分、气体流量、离子能量、功率、偏压等因素对刻蚀速率及表面粗糙度的影响, 这些用于微电子行业的 HfO₂ 薄膜材料等离子体刻蚀研究的共同点是 HfO₂ 薄膜厚度只有几 nm 至几十 nm; 常用基底材料为 Si 半导体材料. 多层介质膜光栅

* 国家高技术研究发展计划资助的课题.

[†] 通讯作者. E-mail: xxd@ustc.edu.cn

的基底材料常为熔石英等光学玻璃绝缘材料,当厚度大于 20 mm 时,因超过等离子体鞘层厚度而没有刻蚀作用^[17,18].除了基底厚度较薄的可以用等离子体刻蚀外^[19],多层介质膜光栅的图形转移要采用离子束刻蚀工艺进行.鉴于大口径多层介质膜光栅的应用背景,国外有关光栅制作工艺只是泛泛而谈,无实质性内容供参考^[20-22].在 863—804 资助下,国内相关单位紧密合作开展了大口径衍射光学元件的研制工作.目前,有关多层介质膜光栅的膜系设计、制备和性能分析^[23-29]、光刻胶光栅掩模制作^[30]和 HfO_2 薄膜刻蚀特性方面^[31-34]已有多篇文章发表.本文对有关 HfO_2 顶层多层介质膜脉宽压缩光栅的离子束刻蚀进行了研究和总结,采用 Ar 离子束刻蚀和 CHF_3/Ar 反应离子束刻蚀,获得了较为理想的实验结果,为大口径多层介质膜脉宽压缩光栅的离子束刻蚀提供了有益参考^[35].

2 实验

多层介质膜光栅的设计由李立峰提供^[3];多层介质膜采用电子枪热蒸发方式和光控膜厚控制方法在熔石英基底上交替沉积 HfO_2 和 SiO_2 膜层;光刻胶光栅掩模采用全息干涉光刻制作, AZ1350 正性光刻胶膜层厚度 750—800 nm,全息曝光波长为 413.1 nm(氩离子激光器,美国光谱物理, 2080-KV),光栅线密度 1480 线/mm;光栅图形转移是在航天部 23 所研制的 LKJ-1C-D-150 双栅考夫曼型刻蚀机中进行,工作气体为 Ar 或 Ar/CHF_3 ,本底真空为 6×10^{-4} Pa,通过质量流量计控制气体流量使工作真空保持在 2.2×10^{-2} Pa;为了刻蚀长条形同步辐射光栅,我们在定制该设备时增加了一个扫描工作台,两种工作方式互换,如图 1 所示.扫描离子束刻蚀与旋转离子束刻蚀无本质区别,旋转刻蚀时,离子束始终对光栅掩模进行刻蚀,刻蚀时间较短;扫描刻蚀时,光栅掩模只有在通过窗口时才被离子束刻蚀.我们现有石墨挡板开口长为 20 mm、宽为 100 mm,样品台的行程是 156 mm.所以同样的刻蚀条件下,扫描刻蚀需要的时间约为旋转刻蚀时的 8 倍.刻蚀速率采用 Tencor 公司的 Alpha step500 台阶仪测量;光刻胶光栅掩模及刻蚀后的槽型结构由日本电子公司 JSM-6700F 扫描电子显微镜观察;采用 1064 nm 波长激光器 Littrow 角条件下测量光栅衍射效率.



图 1 考夫曼型离子束刻蚀机照片

3 结果与讨论

从李立峰提供的光栅设计可知,多层介质膜光栅的衍射效率在一个相对较宽容的槽形(槽深、占宽比)范围内,光栅都有较高($\geq 95\%$)的衍射效率.其总的变化规律是:顶层 HfO_2 薄膜厚度较大时,高衍射效率区的占宽比相对较小,槽深相对较深;顶层 HfO_2 薄膜厚度较薄时,高衍射效率区的占宽比相对较大,槽深相对较浅.例如, $\Phi 100$ mm 多层介质膜光栅基片顶层 HfO_2 薄膜厚度设计值为 450 nm,当占宽比 0.3 时,理想刻蚀深度 230—400 nm;占宽比 0.4 时,理想刻蚀深度 265—335 nm;占宽比 0.5 时,理想刻蚀深度近于 400 nm,如图 2 所示.图 2(a), (b), (c) 分别是占宽比为 0.3, 0.4, 0.5 时的梯形光栅衍射效率作为槽深和剩余厚度的函数的等高图,图中白色区域的衍射效率 $> 96\%$,斜直线给出初始顶层 HfO_2 膜层厚度为 450 nm 的位置,处于高衍射效率内的直线段给出了相应的光栅槽深(刻蚀深度)范围. $80 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$ 多层介质膜光栅基片顶层 HfO_2 薄膜厚度设计值为 380 nm,当占宽比 0.3 时,无合适深度,占宽比 0.4 时,理想刻蚀深度 175—335 nm;占宽比 0.5 时,理想刻蚀深度 220—305 nm,如图 3 所示.图 3(a), (b), (c) 分别是占宽比为 0.3, 0.4, 0.5 时的梯形光栅衍射效率作为槽深和剩余厚度的函数的等高图,核心区域为 99%,向外依次为 98%, 97%, 96%,斜直线给出初始顶层 HfO_2 膜层厚度为 380 nm 的位置,处于高衍射效率内的直线段给出了相应的光栅槽深(刻蚀深度)范围.尽管可供参考的文献数据不多,通过大量的顶层 HfO_2 多层介质膜光栅离子束刻蚀实验工作,我们还是在相应的时间节点获得了理想的结果,以下两个典型实例分别代表了利用国产双栅考夫曼型刻蚀机获得的两个阶段性结果.

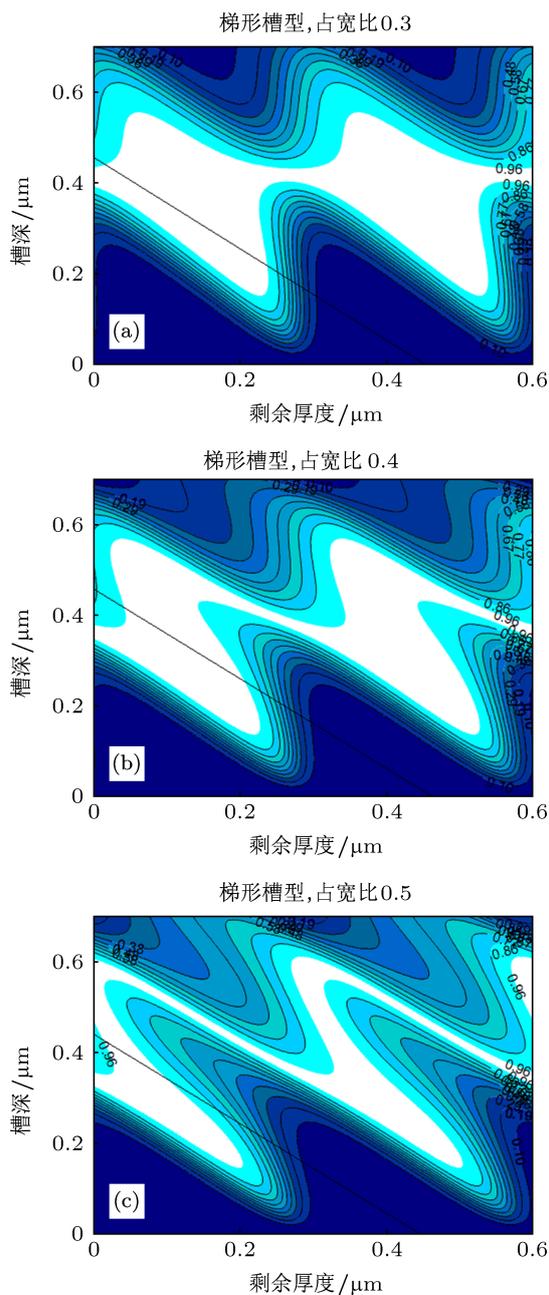


图2 顶层厚度 450 nm 时不同占宽比梯形光栅的衍射效率作为槽深和剩余厚度函数的等高图 (a) 0.3; (b) 0.4; (c) 0.5

图 4 是光刻胶光栅掩模及其离子束刻蚀 21 min 后的光栅截面扫描电镜照片. 离子束刻蚀参数及条件为: 工作气体为 Ar, 离子束能量 500 eV, 离子束束流 140 mA, 中和电流 154 mA, 阴极电流 5.5 A, 加速极电压 240 V, 阳极弧电流 1 A, 阳极弧电压 45 V, 截获电流 0 mA; 样品水平放置在水冷工作台上, 刻蚀过程中旋转. 由电镜照片可以看出光栅掩模高度约 800 nm, 占宽比约 0.3, 刻蚀后光栅截面为梯形, 顶部光刻胶已刻完. 槽深 310 nm, 剩余厚度 140 nm, 占宽比 0.45, 衍射效率初步测量为 88% @ 1064 nm, 与理论设计基本一致 (图 2). 根据

这一结果, 我们采用相同的刻蚀条件对 $\Phi 100$ mm、厚度 15 mm 的正式多层介质膜光栅基片进行了刻蚀. 考虑到基片较厚导热差, 我们采取刻蚀 5 min 分钟, 停 5 min 后再刻蚀的方法, 以降低热效应的影响. $\Phi 100$ 多层介质膜光栅近 Littrow 角下的平均衍射效率达到 95.7% @ 1064 nm.

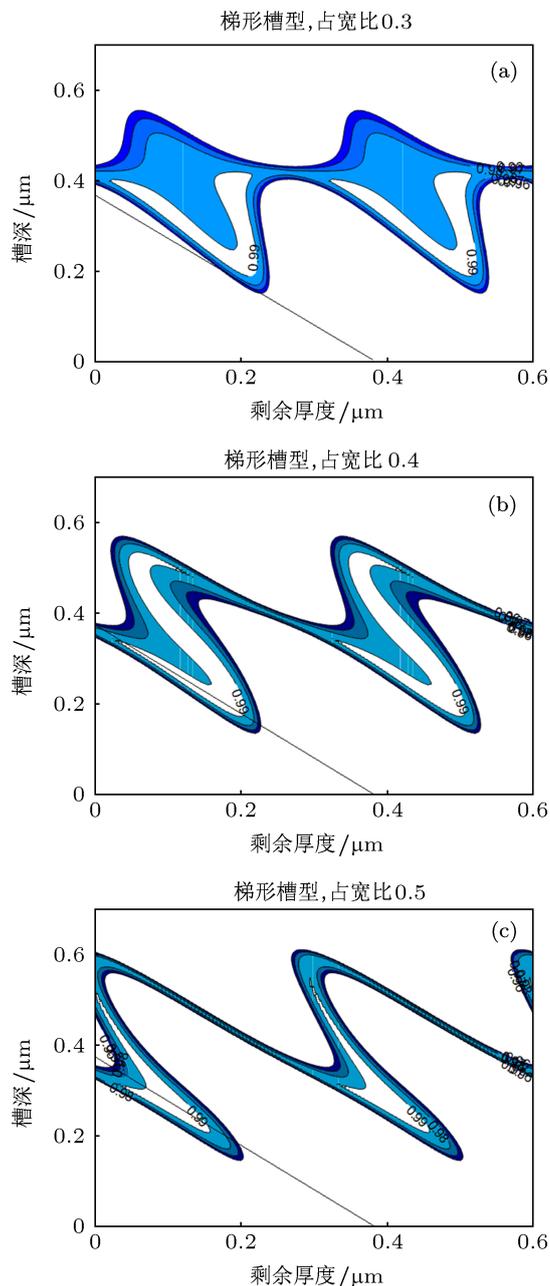


图3 顶层厚度 380 nm 时不同占宽比梯形光栅的衍射效率作为槽深和剩余厚度函数的等高图 (a) 0.3; (b) 0.4; (c) 0.5

从以上可知我们的离子束刻蚀终点是按时间控制的. 其实在大量的多层介质膜光栅离子束刻蚀试验过程中, 我们发现一个规律可以参考刻蚀终点判断: 在旋转离子束刻蚀过程中, 从刻蚀机观察窗可以发现光栅的色散 (强度) 逐渐增强, 色彩鲜艳;

之后又逐渐减弱,上述刻蚀条件下 15 min 变得最暗,18 min 后又逐渐变亮,至最强时停止刻蚀.这与李立峰的多层介质膜光栅离子束刻蚀终点在线监测结果一致^[36].

图 5 是光刻胶光栅掩模及其扫描离子束刻蚀后的光栅截面扫描电镜照片.离子束刻蚀参数及条件为:工作气体为 Ar: CHF₃ (1:2) 的混合气体,离子束能量 550 eV,离子束束流 100 mA,中和电流 110 mA,阴极电流 5.5 A,加速极电压 300 V,阳极弧电流 0.6 A,阳极弧电压 65 V,截获电流 < 10 mA;样品水平放置在水冷工作台上,刻蚀过程中样品随工作台往复运动进行扫描刻蚀,扫描刻蚀时间 110 min.由电镜照片可以看出光栅掩模高度 300 nm,占宽比 0.4;刻蚀后光栅截面为梯形,顶部有少量的光刻胶残余及再沉积产物,去除光刻胶及再沉积产物后的槽深 280 nm,剩余厚度 100 nm,占宽比 0.45,衍射效率初步测量为 95%@1064 nm.实验结果与理论设计一致(图 3).

3.1 光刻胶光栅掩模

一提到全息光栅,人们就会想到它的一些诸如完全无鬼线、高信噪比、制作周期短、面型较特殊的光栅也能制作等优点,很少注意到全息光栅记录中存在的一些特殊问题会将这些优点化为乌有.例

如,全息曝光过程中,来自光学元件表面的加工痕迹、折射率的不均一、透镜粘合界面等的杂散光也相干地叠加到主干干涉光束中,曝光、显影后的光栅浮雕图形上相应叠加有不想要的结构图形.光学显微镜下观察,叠加的条纹在光学显微镜及台阶仪扫描非常清楚,而扫描电镜下的局部放大使之不明显;根据对部分全息离子束刻蚀的多层介质膜光栅样品的扫描电镜照片分析,由其占宽比、刻蚀深度应该有较高的衍射效率.但在 1064 nm、近 Littrow 下实测的效率为 80%—92%,低的为 20%—40% 或更低,正是由于光刻胶光栅掩模的不均匀性(占宽比、栅条高度、有无底膜等),造成刻蚀结果的差异性.因此,合格的离子束刻蚀光刻胶光栅掩模应该是光栅刻槽间完全露出基底材料即无残余光刻胶,占宽比满足刻蚀后落入高衍射效率区.图 6 是利用显影在线监测技术获得的光刻胶光栅掩模扫描电镜照片,图 6(a) 显示显影见底即槽中无残余光刻胶,图 6(b) 显示显影未见底即槽中还有残余光刻胶,图 6(a) 和 (b) 位于同一基片不同的区域,差异是受叠加光强调制所致,光栅线条侧壁波纹为驻波效应形成.图 6 所示的光栅掩模必须继续显影或通过灰化处理降低占宽比、去除底膜才能成为合格的掩模.为简便起见,下面讨论均以合格的光栅掩模结构为前提.

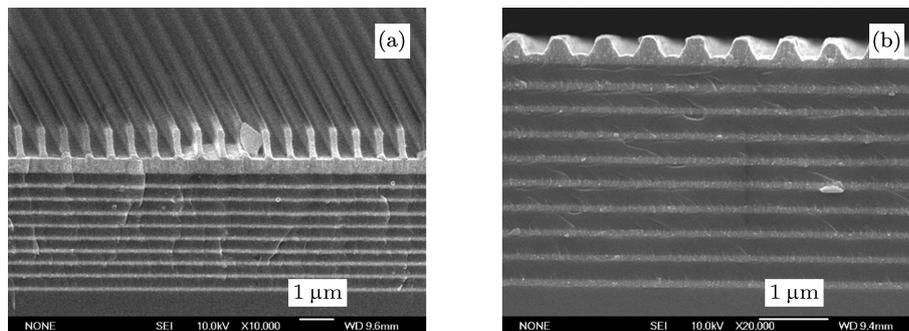


图 4 旋转离子束刻蚀多层介质膜光栅电镜照片 (a) 光刻胶光栅掩模; (b) 刻蚀后光栅

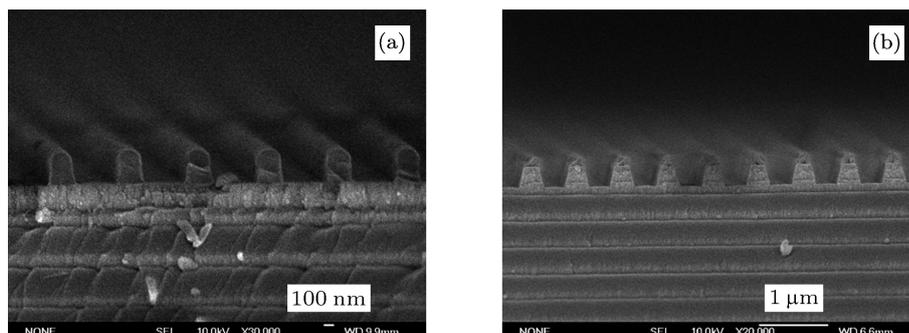


图 5 扫描反应离子束刻蚀多层介质膜光栅电镜照片 (a) 光刻胶光栅掩模; (b) 刻蚀后光栅

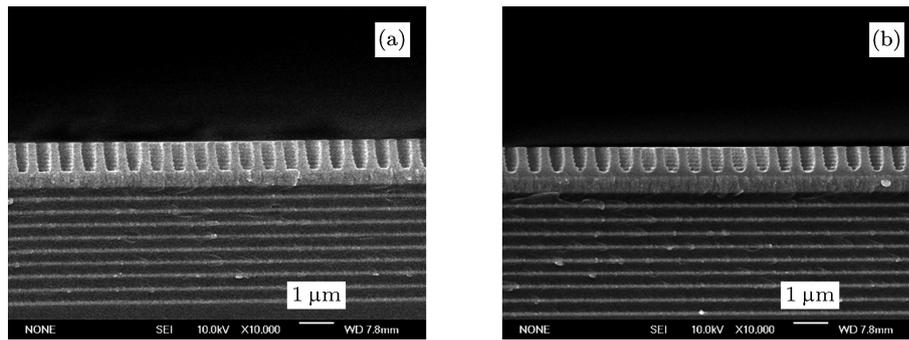


图6 同一基片上不同区域光栅截面的扫描电镜照片 (a) 无底膜; (b) 有底膜

3.2 刻蚀速率及选择比

刻蚀速率是指单位时间内被刻蚀材料的厚度, 选择比是指被刻蚀材料的刻蚀速率与其掩模材料刻蚀速率的比值. 光刻胶与 HfO_2 的离子束刻蚀选择比对于离子束刻蚀来说是一个挑战, 调整离子刻蚀参数及刻蚀条件只能在一定的范围内适当改善, 但是在纯 Ar 的离子束刻蚀中效果并不十分明显. 而通过引入反应气体, 抑制光刻胶掩模的刻蚀, 增加被刻光栅材料的刻蚀速率是最佳的方案^[27-30]. 刻蚀速率数据是利用紫外光刻制作出台阶图形, 用台阶仪先测出刻蚀前的胶厚, 然后再测出刻蚀后的胶厚和 HfO_2 刻蚀的厚度 (同位置), 即可得到光刻胶和 HfO_2 的刻蚀速率. 针对台阶仪不能测试光栅刻槽深度的情况, 我们在光刻胶光栅表面划出较宽的刻痕, 刻蚀后去除光刻胶即可用台阶仪测出 HfO_2 刻蚀台阶的深度, 台阶深度数据与电镜照片测的光栅刻槽深度基本一致. 这也间接说明利用台阶得到的 HfO_2 刻蚀速率可以代表 HfO_2 光栅的刻蚀速率, 而光栅掩模的光刻胶实际刻蚀速率很难准确获得.

图4 光栅刻蚀条件下的 HfO_2 刻蚀速率 14.95—15.7 nm/min., 光刻胶刻蚀速率约 40 nm/min. 利用纯 Ar 离子束刻蚀时, 所需的掩模要足够高才能刻蚀出高衍射效率的多层介质膜光栅, 增加了掩模制作难度. 利用 Ar 和 CHF_3 混合气体离子束刻蚀时, 由于 C, F 易于在光刻胶表面形成聚合物薄膜沉积 (表面钝化) 而抑制其刻蚀, 不高的掩模即可刻蚀出高衍射效率的多层介质膜光栅, 降低了掩模制作难度. 图5 光栅刻蚀条件下的 HfO_2 刻蚀速率约 24nm/min., 光刻胶刻蚀速率因 HfO_2 刻蚀产物的包裹始终有残余光刻胶不被刻蚀, 具体数据不易确定.

3.3 掩模刻蚀过程的演变

由于 HfO_2 的离子束刻蚀产物属于非挥发性的, 不能被真空系统抽走, 只能再沉积在掩模侧壁. 从文献 [15] 中的图 3(b) 可以看出, 掩模陡直 (底角 87°) 的情况下, 10 nm 厚度的 HfO_2 纳米光栅等离子体刻蚀 HfO_2 产物基本都再沉积在掩模侧壁. 同样考虑到大尺寸多层介质膜光栅离子束刻蚀时采用垂直刻蚀, 研究了离子束正入射条件下, 不同侧壁倾角, 占宽比及高度的光刻胶光栅掩模刻蚀 HfO_2 的离子束刻蚀及其再沉积情况. 初始光刻胶光栅掩模的高度和占宽比接近, 刻蚀后光栅线条侧壁上的再沉积物厚度接近. 初始光刻胶光栅的高度越高, 再沉积物包络的光刻胶越高. 刻蚀初期, 光刻胶的收缩速率大于溅射物的再沉积速率, 刻蚀过程以光刻胶的收缩和降低为主. 光刻胶横向收缩和垂直方向高度降低到一定程度后, 刻蚀 HfO_2 过程中产生的溅射物越来越多地沉积到光刻胶光栅和 HfO_2 光栅线条的侧壁, 将剩余的光刻胶保护起来不被刻蚀, 形成再沉积结构^[30].

对于理想的用于纯 Ar 气体的离子束刻蚀, 初始光刻胶掩模高度至少 700 nm, 占宽比 $< 30\%$, 刻蚀后的占宽比在 $30\%—45\%$, 基本落在高衍射效率区. 对于理想的用于 Ar: CHF_3 等混合气体的反应离子束刻蚀, 初始光刻胶掩模高度为 300 nm, 占宽比 $< 20\%$, 刻蚀后的占宽比在 $30\%—40\%$, 基本落在高衍射效率区.

3.4 刻蚀深度均匀性的调控

有效离子束直径是指在标准刻蚀 (最佳化) 条件下按离子束流密度或刻蚀不均匀性变化 $\leq \pm 5\%$ 确定的范围. 由于 Kaufman 离子源是针对工作气体为 Ar 而设计, 具有较宽的工作状态, 其有效离子束直径很容易调到离子源口径的 70% 左右.

如我们使用的离子源口径为 150 mm, 其有效离子束直径 ≥ 100 mm. 对于 $\Phi 100$ 的多层介质膜光栅, 可以使用旋转工作台直接刻蚀; 当样品尺寸超过了现有刻蚀机的离子束均匀性范围, 例如 $80\text{ mm} \times 150\text{ mm} \times 20\text{ mm}$ 的多层介质膜光栅, 必须采用扫描离子束刻蚀方式进行. 在扫描刻蚀模式下, 可以使用掩模遮挡法将垂直于光栅基底运动方向上的刻蚀深度调均匀. 其基本原理是刻蚀深度等于刻蚀速率乘以刻蚀时间. 假设刻蚀过程中离子源状态稳定不变, 空间位置上的刻蚀速率也不变, 那么在一窗口内以最浅的位置为标准, 按照刻蚀深度比例进行遮挡, 越深的地方遮挡越多, 使得有效刻蚀时间与刻蚀速率的积相等. 图 7 显示掩模遮挡实物照片及刻蚀深度实测曲线图, 图 7(a) 中被刻光栅位于石墨板下的工作台上, 石墨板上的开口为 $20\text{ mm} \times 100\text{ mm}$, 开口内有一掩模遮挡板; 图 7(b) 显示有无掩模遮挡的刻蚀深度分布曲线, 下面的曲线是无掩模遮挡时的刻蚀深度分布 (扫描刻蚀 78 min), 根据这一深度分布制作掩模遮挡板放入石墨开口中再刻蚀即获得图上面的曲线 (扫描刻蚀 110 min), 刻蚀深度均匀多了, 满足光栅刻蚀要求.

3.5 影响刻蚀工艺重复性的主要因素

Kaufman 离子源主要由阴极、中和、阳极、离子光学系统和静电磁场构成, 它是离子束刻蚀机的核心, 保持离子源稳定才是实现工艺重复性的必要条件. 离子源稳定的关键条件有二: 一个是向离子源内自动稳压控制充气以维持等离子体的稳定; 另一个是需要稳定的阴极发射和稳定的放电环境以维持稳定的放电弧流.

由于 Kaufman 型离子源是针对工作气体为 Ar 设计, 具有较宽的工作状态. 在 Ar 作为工作气体时, 阴极灯丝具有较长寿命和较稳定的工作状态, 直观表现在刻蚀过程中, 面板上的离子源工作参数基本不动, 所以工艺重复性好.

使用 CHF_3 反应气体时, 兼容性差, 灯丝寿命和稳定性会大大下降, 直观表现在刻蚀过程中, 面板上的离子源工作参数不断变化, 阴极和中和电流逐渐下降, 真空度 (气体流量) 出现波动. 这是因为当充入 CHF_3 等反应气体时, 离化时产生的 C, F 污染物沉积导致阳极筒的绝缘增强, 污染离子源, 影响了刻蚀参数的稳定性, 严重时会导致离子源不能正常工作. 阴极和中和灯丝受 C, F 影响, 发射电子能力逐渐下降, 同时材料变脆, 气流波动较大及很

小外力都有可能断裂而不能正常工作. 使用 Ar 和 CHF_3 混合气体进行扫描离子束刻蚀时, 每块多层介质膜光栅大约需要 2 h. 刻蚀完光栅后要对离子源进行清洗, 更换阴极和中和灯丝. 反应气体刻蚀 2 h 后的阳极筒内壁靠近阴极附件的区域常会出现蓝黑色的沉积物, 清洗前测量阳极筒内壁电阻达 5—7 M Ω , 清洗后电阻仅有 0.2 Ω , 说明 C/F 沉积使电导性变差, 必须清洗干净. 尽管反应气体刻蚀 2 h 的过程中, 离子源的工作参数有所变化, 但总的变化趋势基本一致. 所以, 每刻蚀完一块光栅, 都要清洗离子源, 这样即可保证工艺的重复性. 如此刻蚀了 4 块 $80\text{ mm} \times 150\text{ mm} \times 20\text{ mm}$ 的 PCG 样品, 都获得成功, 一致性很好, 说明掩模制作和离子束刻蚀的重复性都有了显著提高. 在近 Littrow 角下, 平均衍射效率 97.5% @ 1064 nm.

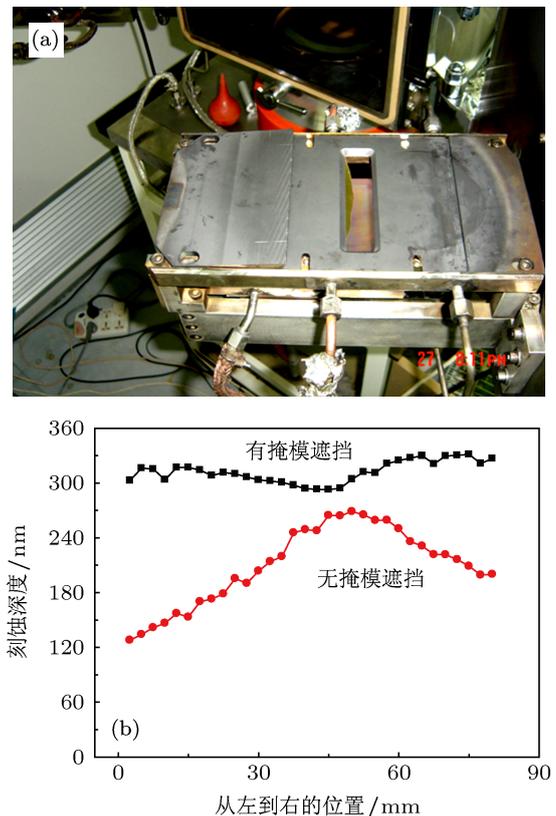


图 7 利用掩模遮挡修正横向刻蚀深度均匀性 (a) 石墨窗口上掩模遮挡板实物照片; (b) 掩模遮挡前后刻蚀深度分布曲线

4 结论

本文总结了作者近年来利用国产考夫曼型离子束刻蚀机在 HfO_2 顶层多层介质膜脉宽压缩光栅离子束刻蚀技术方面的主要研究工作进展. 在系统实验基础上, 分别采用旋转离子束刻蚀 (纯 Ar) 和扫描离子束刻蚀 (Ar 和 CHF_3 混合气体) 方式, 刻蚀

出平均衍射效率高于 95% 的 HfO_2 顶层多层介质膜脉宽压缩光栅, 实验结果与理论设计一致. 由本文的实验结果及其分析, 得到的结论如下:

1. 光刻胶光栅掩模结构 (占宽比、槽深、有无底膜等) 的不均匀性是导致刻蚀结果差异性的主要因素之一. 合格的用于离子束刻蚀的光刻胶光栅掩模应该是光栅刻槽间完全露出基底材料、占宽比满足刻蚀后落入高衍射效率区.

2. HfO_2 刻蚀产物是非挥发性的, 常再沉积在掩模两侧而导致刻蚀光栅的占宽比增大, 因而要求掩模的占宽比较小 (0.2—0.3) 才能刻蚀出高衍射效率的光栅. 使用 Ar 和 CHF_3 混合气体离子束刻蚀时的 HfO_2 /光刻胶刻蚀选择比较使用纯 Ar 的大, 掩模的高度要求降低.

3. 基于刻蚀深度等于刻蚀速率乘以刻蚀时间原理, 利用掩模遮挡版调节不同空间位置上的被刻蚀时间, 即可有效地提高刻蚀均匀性.

4. 通过影响刻蚀工艺重复性的主要因素分析, 提出每刻蚀完一块光栅, 都要清洗离子源和更换灯丝, 以保证刻蚀工艺的重复性, 这也是利用刻蚀时间作为刻蚀终点的前提.

感谢清华大学精密仪器系李立峰教授、中国科学院上海精密光学机械研究所光学薄膜技术研发中心范正修研究员、苏州大学信息光学工程研究所吴建宏教授在光栅设计、多层介质膜制备及光栅掩模制作中的工作, 感谢合肥工业大学机械与汽车工程学院王旭迪教授在多层介质膜离子束刻蚀方面所做的实验工作.

- [1] Xu X D, Hong Y L, Liu Y, Fu S J 2005 *Physics* **34** 748 (in Chinese) [徐向东, 洪义麟, 刘颖, 付绍军 2005 物理 **34** 748]
- [2] Yang Y C, Luo H, Wang X, Li F Q, Huang X J, Jing F 2012 *Chin. Phys. B* **21** 014210
- [3] Wei H B, Li L F 2003 *Appl. Opt.* **42** 6255
- [4] Sha L, Puthenkovilakam R, Lin Y S, Chang J P 2003 *J. Vac. Sci. Technol. B* **21** 2420
- [5] Sha L, Chang J P 2004 *J. Vac. Sci. Technol. A* **22** 88
- [6] Nakamura K, Kitagawa T, Osari K, Takahashi K, Ono K 2006 *Vacuum* **80** 761
- [7] Norasethekul S, Park P Y, Baik K H, Lee K P, Shin J H, Jeong B S, Shishodia V, Norton D P, Pearton S J 2002 *Appl. Surf. Sci.* **187** 75
- [8] Chen J, Tan K M, Wu N, Yoo W J, Chan D S H 2003 *J. Vac. Sci. Technol. A* **21** 1210
- [9] Chen J, Yoo W J, Tan Z Y L, Wang Y, Chan D S H 2003 *J. Vac. Sci. Technol. A* **22** 1552
- [10] Takahashi K, Ono K, Setsuhara Y 2005 *J. Vac. Sci. Technol. A* **23** 1691
- [11] Takahashi K, Ono K 2006 *J. Vac. Sci. Technol. A* **24** 437
- [12] Sungauer E, Pargon E, Mellhaoui X, Ramos R, Cunge G, Vallier L, Joubert O, Lill T 2007 *J. Vac. Sci. Technol. B* **25** 1640
- [13] Wang C, Donnelly V M 2008 *J. Vac. Sci. Technol. A* **26** 597
- [14] Shoeb J, Kushner M J 2009 *J. Vac. Sci. Technol. A* **27** 1289
- [15] Park J C, Hwang S, Kim J M, Kim J K, Seo J H, Choi D K, Lee H, Cho H S 2010 *Electron. Mater. Lett.* **6** 107
- [16] Benedicto M, Galiana B, Aldareguia J M M, Monaghan S, Hurley P K, Cherkaoui K, Vazquez L, Tejedor P 2011 *Nanoscale Research Lett.* **6** 400
- [17] Mutsukura N, Kobayashi K, Machi Y 1990 *J. Appl. Phys.* **68** 2657
- [18] Barton I M, Perry M D 2007 *U.S. Patent* **7 256 938**
- [19] Xin Y, Ning ZY, Ye C, Xu S H, Gan Z Q, Huang S, Chen J, Di X L 2004 *Vac. Sci. Technol.* **24** 309 (in Chinese) [辛煜, 宁兆元, 叶超, 许圣华, 甘肇强, 黄松, 陈军, 狄小莲 2004 真空科学与技术学报 **24** 309]
- [20] Perry M D, Boyd R D, Britten J A, Decker D, Shore B W, Shannon C, Shults E, Li L F 1995 *Opt. Lett.* **20** 940
- [21] Britten J A, Nguyen H T, Falabella S F, Shore B W, Perry M D 1996 *J. Vac. Sci. Technol.* **14** 2973
- [22] http://www.lle.rochester.edu/around_the_lab/index.php?month=01&year=2011, Copyright 1996-2011 Laboratory for Laser Energetics
- [23] Kong W J, Shao J D, Zhang W L, Fang M, Fan R Y, Fan Z X 2005 *Acta Opt. Sin.* **25** 701 (in Chinese) [孔伟金, 邵建达, 张伟丽, 方明, 范瑞瑛, 范正修 2005 光学学报 **25** 701]
- [24] Kong W J, Shen J, Shen Z C, Shao J D, Fan Z X 2006 *Acta Photo Sin.* **35** 84 (in Chinese) [孔伟金, 沈健, 沈自才, 邵建达, 范正修 2006 光子学报 **35** 84]
- [25] Kong W J, Liu S J, Shen J, Shen Z C, Shao J D, Fan Z X 2006 *Acta Phys. Sin.* **55** 1143 (in Chinese) [孔伟金, 刘世杰, 沈健, 沈自才, 邵建达, 范正修 2006 物理学报 **55** 1143]
- [26] Kong W J, Yun M J, Liu S J, Jin Y X, Fan Z X, Shao J D 2008 *Chin. Phys. Lett.* **25** 1684
- [27] Zhang W F, Kong W J, Yun M J, Lu J H, Sun X 2012 *Chin. Phys. B* **21** 094218
- [28] Kong W J, Wang S H, Wei S J, Yun M J, Zhang W F, Wang X J, Zhang M M 2011 *Acta Phys. Sin.* **60** 114214 (in Chinese) [孔伟金, 王书浩, 魏世杰, 云茂金, 张文飞, 王心洁, 张蒙蒙 2011 物理学报 **60** 114214]
- [29] Dai Y P, Liu S J, He H B, Shao J D, Yi K, Fan Z X 2007 *SPIE* **6403** 64031B
- [30] Chen G, Wu J H, Chen X R, Liu Q 2006 *Chinese J. Lasers* **23** 800 (in Chinese) [陈刚, 吴建宏, 陈新荣, 刘全 2006 中国激光 **23** 800]
- [31] Wang X D, Liu Y, Hong Y L, Fu S J, Xu X D 2004 *Vac. Sci. Technol.* **24** 313 (in Chinese) [王旭迪, 刘颖, 洪义麟, 付绍军, 徐向东 2004 真空科学与技术学报 **24** 313]
- [32] Wang X D, Xu X D, Liu Y, Hong Y L, Fu S J 2004 *Opt. Precision. Eng.* **12** 454 (in Chinese) [王旭迪, 徐向东, 刘颖, 洪义麟, 付绍军 2004 光学精密工程 **12** 454]
- [33] Wang X D, Xu X D, Liu Y, Hong Y L, Fu S J 2005 *SPIE* **5636** 576
- [34] Wang X D, Liu Y, Xu X D, Fu S J, Cui Z 2006 *J. Vac. Sci. Technol. A* **24** 1067
- [35] Zhou X W, Liu Y, Xu X D, Qiu K Q, Liu Z K, Hong Y L, Fu S J 2012 *Acta Phys. Sin.* **61** 174203 (in Chinese) [周小为, 刘颖, 徐向东, 邱克强, 刘正坤, 洪义麟, 付绍军 2012 物理学报 **61** 174203]
- [36] Lin H, Li L F, Zeng L J 2005 *Chin. Opt. Lett.* **3** 63

Ion beam etching for multilayer dielectric pulse compressor gratings with top layers of HfO_2^*

Xu Xiang-Dong[†] Liu Ying Qiu Ke-Qiang Liu Zheng-Kun
Hong Yi-Lin Fu Shao-Jun

(National Synchrotron Radiation Laboratory, University of science and technology of China, Hefei 230029, China)

(Received 21 May 2013; revised manuscript received 3 September 2013)

Abstract

Multilayer dielectric grating (MDG) is one of the key optical elements of high-power laser systems. To meet the need of MDGs for high-power laser systems, experimental investigation on MDG with a top layer of HfO_2 has been carried out using Kaufman-type ion beam etcher. The optimal ion source conditions have been obtained by etching of HfO_2 in pure Ar and Ar/ CHF_3 mixture plasmas. Compared with pure Ar plasma etching, better selectivity was achieved with Ar/ CHF_3 . The redeposition of sidewalls effects are quite obvious during etching, which results in the increase in duty cycle of etched grating. As there is a distribution of etch rate along the direction normal to the scan movement, a special-shaped mask was made to be used as a substrate holder, which increases uniformity of the etched profile. In order to process repeatability, the ion source should be cleaned up, the cathode and neutralizer filament should be changed after etching process to full completion. Based on the above techniques, a number of MDGs have been achieved, each of which has a mean diffraction efficiency greater than 95%, a line density 1480 lines/mm, and on aperture up to 80 mm \times 150 mm. Experimental results agree fairly well with the designed, which provides a good reference for the large aperture MDGs ion beam etching.

Keywords: diffraction grating, multilayer dielectric film, ion beam etching

PACS: 42.40.Eq, 42.82.Cr, 52.77.Bn

DOI: 10.7498/aps.62.234202

* Project supported by the National High Technology Research and Development Program of China.

[†] Corresponding author. E-mail: xxd@ustc.edu.cn