

ISSN 0320-7102

Том  
49

# АВТОМЕТРИЯ

OPTOELECTRONICS, INSTRUMENTATION AND DATA PROCESSING

№ 2  
2013

УДК 681.7 : 535.4

## КРЕМНИЕВЫЕ ДИФРАКЦИОННЫЕ ОПТИЧЕСКИЕ ЭЛЕМЕНТЫ ДЛЯ МОЩНОГО МОНОХРОМАТИЧЕСКОГО ТЕРАГЕРЦОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ\*

А. Н. Агафонов<sup>1</sup>, Б. О. Володкин<sup>1</sup>, А. К. Кавеев<sup>2</sup>,  
Б. А. Князев<sup>3,4</sup>, Г. И. Кропотов<sup>2</sup>, В. С. Павельев<sup>1,5</sup>, В. А. Соيفер<sup>1,5</sup>,  
К. Н. Тукмаков<sup>1</sup>, Е. В. Цыганкова<sup>2</sup>, Ю. Ю. Чопорова<sup>3,4</sup>

<sup>1</sup>Самарский государственный аэрокосмический университет им. академика С. П. Королева,  
443086, г. Самара, Московское шоссе, 34

<sup>2</sup>ЗАО «Тидекс»,

194292, Санкт-Петербург, ул. Домостроительная, 16

<sup>3</sup>Институт ядерной физики им. Г. И. Будкера СО РАН,  
630090, г. Новосибирск, просп. Академика Лаврентьева, 11

<sup>4</sup>Новосибирский государственный университет,  
630090, г. Новосибирск, ул. Пирогова, 2

<sup>5</sup>Институт систем обработки изображений РАН,  
443001, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 151

E-mail: knyazev@inp.nsk.su

Приведены описание технологии изготовления и результаты исследования кремниевых бинарных дифракционных оптических элементов (ДОО): дифракционной линзы и дифракционного делителя пучка 1 : 2 терагерцового диапазона спектра с диаметром апертуры 30 мм. Элементы были изготовлены в двух вариантах: без покрытия и с антиотражающим покрытием из парилена С. Характеристики ДОО исследованы в пучке Новосибирского лазера на свободных электронах при длине волны 141 мкм. Приведены результаты исследования лучевой стойкости покрытия, которое выдержало без повреждений облучение со средней плотностью мощности излучения 4 кВт/см<sup>2</sup>, при этом пиковая мощность в импульсе 100 пс составляла почти 8 МВт/см<sup>2</sup>. Показано, что экспериментальные оценки дифракционной эффективности элементов с нанесённым антиотражающим покрытием находятся в хорошем соответствии с теоретическими оценками.

*Ключевые слова:* ДОО, терагерцовое излучение.

**Введение.** Дифракционные оптические элементы (ДОО) нашли широкое применение в лазерных технологических установках и оптических приборах ультрафиолетового, видимого и инфракрасного диапазонов [1]. Применение ДОО позволяет создавать оптические приборы с уменьшенными массогабаритными характеристиками и широкими функциональными возможностями. Вследствие более высокого (по сравнению с видимым диапазоном) поглощения материалов, прозрачных в терагерцовом диапазоне, использование ДОО предпочтительнее, чем рефракционных элементов (линзы, призмы). Дифракционные оптические элементы практически не имеют альтернативы в случае управления излучением мощного монохроматического пучка лазера на свободных электронах (ЛСЭ) [2]. Такие приложения, как получение терагерцовых изображений, мягкая абляция, генерация оптического разряда и многие другие, требуют фокусировки терагерцового излучения. Другие приложения: терагерцовая голография [3], интерферометрия и поляриметрия — требуют

\*Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки РФ, Российского фонда фундаментальных исследований и с использованием оборудования центра коллективного пользования «Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения».

решения задачи деления исходного пучка на несколько пространственно разнесённых пучков с заданным распределением энергии между ними.

В работе [4] описана технология изготовления дифракционных линз из твёрдого полипропилена методом горячего прессования. В [4, 5] показано, что их можно использовать в мощных терагерцовых пучках для получения изображений с разрешением, близким к дифракционному пределу. Технология проста и позволяет изготавливать дифракционные линзы с различными заданными характеристиками. Тем не менее имеется практическая потребность в создании ДОЭ со специфическим пространственным распределением мощности, для чего требуется формировать сложные пространственные рельефы [1]. В таких случаях применение высокоомного кремния, на поверхности которого с помощью современных технологий можно создавать различные по форме тонкие структуры, представляется более перспективным.

Цель данной работы — усовершенствование технологии создания микрорельефа на поверхности пластин из высокоомного кремния, расчёт и изготовление двух типов ДОЭ с последующим нанесением на них антиотражающего покрытия и испытание дифракционных элементов на источнике мощного терагерцового излучения. Полученные экспериментальные результаты находятся в хорошем соответствии с теоретическими расчётами. Таким образом было продемонстрировано, что ДОЭ с париленовым покрытием имеют в терагерцовом диапазоне высокую лучевую прочность, что позволяет использовать их для управления излучением мощного лазера на свободных электронах.

**Технология формирования кремниевого бинарного дифракционного рельефа терагерцового диапазона.** В случае если нелегированный высокоомный кремний служит в качестве материала подложки ДОЭ терагерцового диапазона, предназначенных для управления высокоэнергетическими пучками (например, излучением ЛСЭ), примеси не снижают коэффициента пропускания пластины. В предлагаемом исследовании использованы подложки из кремния типа HRFZ-Si [6] с двухсторонней полировкой оптического качества диаметром 100 мм и толщиной 1 мм. Кремниевые ДОЭ были изготовлены совместно Самарским государственным аэрокосмическим университетом, Институтом систем обработки изображений РАН и ЗАО «Тидекс». Технологический маршрут производства ДОЭ отражён на рис. 1.

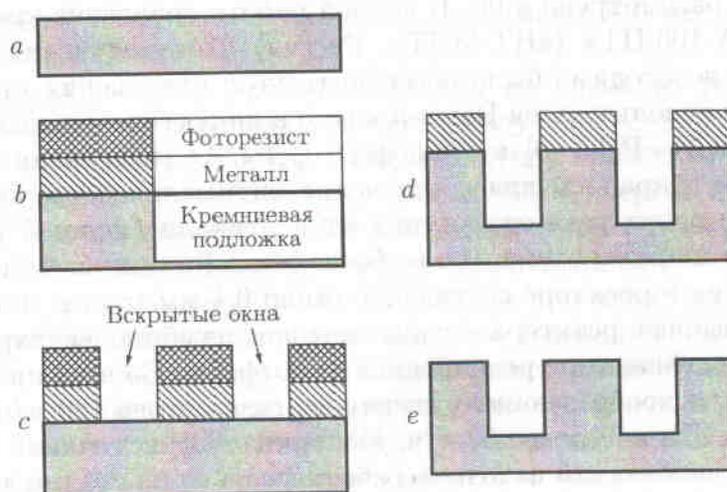


Рис. 1. Этапы изготовления ДОЭ: *a* — подготовка кремниевой пластины (отмывка и контроль параметров), *b* — нанесение металлического и фоторезистивного слоёв, *c* — экспонирование фоторезиста и жидкостное травление нижележащего слоя металла, *d* — РИТ кремния, *e* — удаление металлической маски

Высота дифракционного микрорельефа бинарного ДОО определяется по формуле [1]

$$h = \lambda/2(n - 1), \quad (1)$$

где  $n$  — показатель преломления материала подложки,  $\lambda$  — длина волны освещающего излучения. Формирование микрорельефа большой высоты (около 27 мкм,  $\lambda = 130$  мкм и  $n = 3,41$ ) производилось с помощью метода реактивно-ионного травления (РИТ) [7]. В связи с низкой плазмостойкостью фоторезистивной маски её нельзя использовать без дополнительного маскирующего слоя. Поэтому в данной работе применялись плазмостойкие металлические маски из меди и алюминия. Для получения масок в сформированной на поверхности кремния тонкой металлической плёнке путём фотолитографии (использовался позитивный фоторезист ФП-4-04МА, обеспечивающий разрешение не хуже 0,5 мкм) и химического травления формировались «окна», через которые впоследствии осуществлялось РИТ кремниевой подложки. Нанесение плёнки металла производилось на установке «ЭТНА-100-МТ» (компания «НТ-МДТ», Россия).

При отработке технологии установлено, что медная маска в процессе РИТ имеет на порядок более высокую селективность по сравнению с алюминиевой ( $>1 : 300$ ). При этом медная плёнка обладает низкой адгезией к кремнию, поэтому перед нанесением медного покрытия необходимо нанести адгезионный подслоу. Нами использовался подслоу хрома толщиной 30 нм. Для получения топологического рисунка в медном слое применялось жидкостное травление через фоторезистивную маску в 5 %-ном растворе хлорного железа ( $\text{FeCl}_3$ ). После этого маска удалялась концентрированным раствором щёлочи. Для травления подслоу хрома через медную маску брался раствор  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6] : \text{NaOH} : \text{H}_2\text{O}$  (1 : 3 : 16).

Алюминиевая плёнка имеет достаточно высокую адгезию к кремнию, что позволяет не использовать адгезионный подслоу. Травление алюминиевой плёнки производили сразу после проявления фоторезистивной маски в том же проявителе, не вынимая образца. При этом высокая скорость травления обеспечивает сохранение фоторезистивной маски и полное и качественное травление алюминия. Таким образом, преимущество этого материала — гораздо более простой и быстрый способ получения маски.

Формирование микрорельефа в кремнии с помощью РИТ для производства ДОО терагерцового диапазона рассмотрено в [8]. В данной работе травление кремния выполнялось на установке «ЭТНА-100-ПТ» («НТ-МДТ», Россия). Для получения заданных рабочих характеристик ДОО необходимо было обеспечить угол отклонения стенок от вертикали не более  $10^\circ$ , поэтому использовался Bosch-процесс в индуктивно связанной конфигурации источника плазмы (ICP—RIE) [9] в атмосфере  $\text{C}_4\text{F}_8/\text{Ar}$  (пассивация) и  $\text{SF}_6/\text{Ar}$  (травление). Параметры подбирались для обеспечения оптимальной скорости травления (на уровне 1 мкм/мин), малого угла отклонения от вертикали (менее  $5^\circ$ ), малого подтравывания под маску (изменение ширины элементов не более 5 мкм) и приемлемого качества поверхности стенок. Давление в реакторе составляло около 0,1 мм рт. ст. и зависело от стадии цикла травления. Откачка реактора осуществлялась турбомолекулярным насосом, что обеспечивало быстрое обновление реакционной атмосферы. Во всех циклах травления использовалась добавка ионообразующего инертного газа аргона (20 л/ч). Расход  $\text{C}_4\text{F}_8$  на уровне 60 л/ч, расход  $\text{SF}_6$  на уровне 30 л/ч. Мощность ICP-источника индуктора 300 Вт, частота 13,56 МГц. Ускоряющий источник работал только на стадии травления и только в режиме регуляции автосмещения потенциала подложки (Constant DC-Bias) 180 В, при этом его мощность не превышала 25 Вт, частота источника 13,56 МГц. Длительность циклов подбиралась под обеспечение вертикальности стенок и составила 11 с для фазы пассивации и 9 с для фазы травления. Глубина травления за один цикл 350 нм. Общая глубина травления задавалась количеством циклов. После циклического травления выпол-

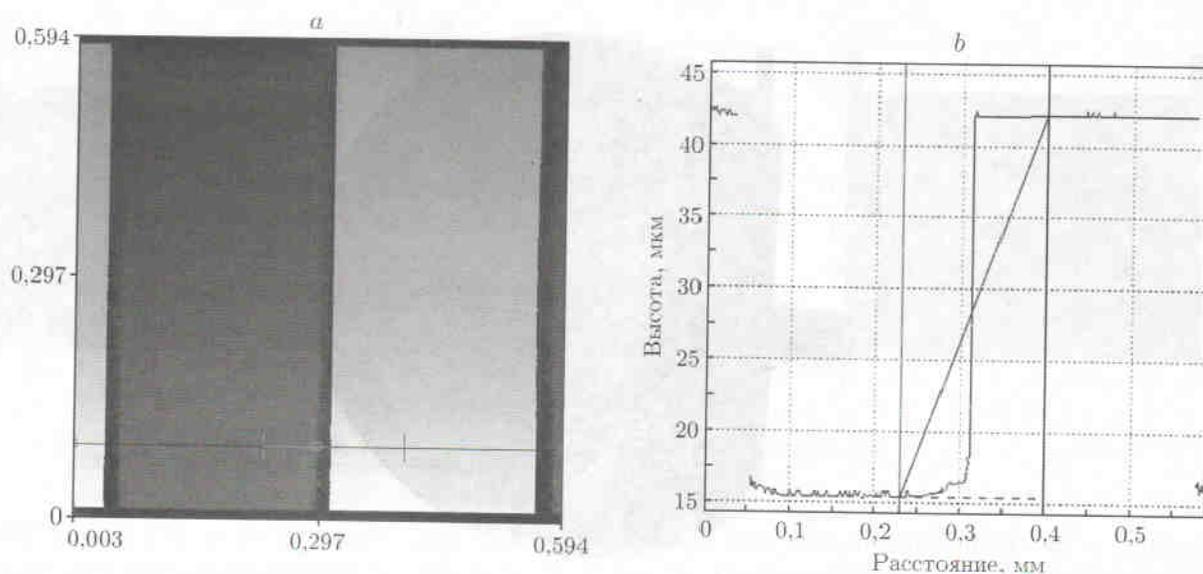


Рис. 2. Результаты исследования микрорельефа изготовленного ДОО с помощью интерферометрии белого света: *a* — фотография участка микрорельефа, *b* — профиль глубины травления вдоль линии, показанной на рис. *a*

нялась кратковременная «зачистка» поверхности в атмосфере  $\text{SF}_6$  в изотропном режиме травления.

Контроль геометрических параметров формируемого микрорельефа проводился с помощью интерферометра белого света WLI-DMR производства Института Фраунгофера (г. Йена, Германия) (рис. 2), а также растрового электронного микроскопа "Quanta-200" (корпорация FEI).

Элементы изготавливались в двух вариантах: без покрытия и с антиотражающим покрытием из парилена *C* (полипараксилилена). Парилена *C* в качестве антиотражающего покрытия был использован в [10, 11].

**Исследование бинарных дифракционных линз.** В данной работе изготовлены бинарные дифракционные линзы с фокусным расстоянием 120 мм, диаметром апертуры 30 мм для длины волны 130 мкм (рис. 3).

Оптические характеристики линз исследованы на одной из рабочих станций ЛСЭ (рис. 4). Лазер генерировал монохроматическое излучение с длительностью импульса 100 пс при частоте повторения 5,6 МГц. Лазерный пучок имел гауссовское распределение  $I = I_0 \exp(-2r^2/w^2)$ , где  $w = 9$  мм, т. е. практически 100 % энергии пучка проходило через область апертуры элемента диаметром 30 мм. Средняя мощность излучения в экспериментах составляла несколько ватт. Бинарная дифракционная линза рассчитана и изготовлена для фокусировки излучения на расстоянии  $f = 120$  мм при длине волны 130 мкм. При выполнении экспериментов минимальная длина волны генерации лазера была ограничена величиной  $\lambda = 141$  мкм, на которой и проводились все эксперименты. Для этой длины волны фокусное расстояние согласно теории должно составить 110 мм вместо 120 мм. Прошедшее сквозь элемент излучение регистрировалось матричным микроболометрическим приёмником размером  $320 \times 240$  элементов (физический размер  $12,24 \times 16,36$  мм) [12], который во время измерения перемещался с помощью моторизованного трансляционного столика вдоль оптической оси.

Наблюдались два фокуса на расстояниях 110 и 42 мм от линзы (рис. 5), что с учётом точности измерений порядка  $\pm 3$  мм хорошо согласуется с результатами численного моделирования. Значения дифракционной эффективности линзы без антиотражающего покры-

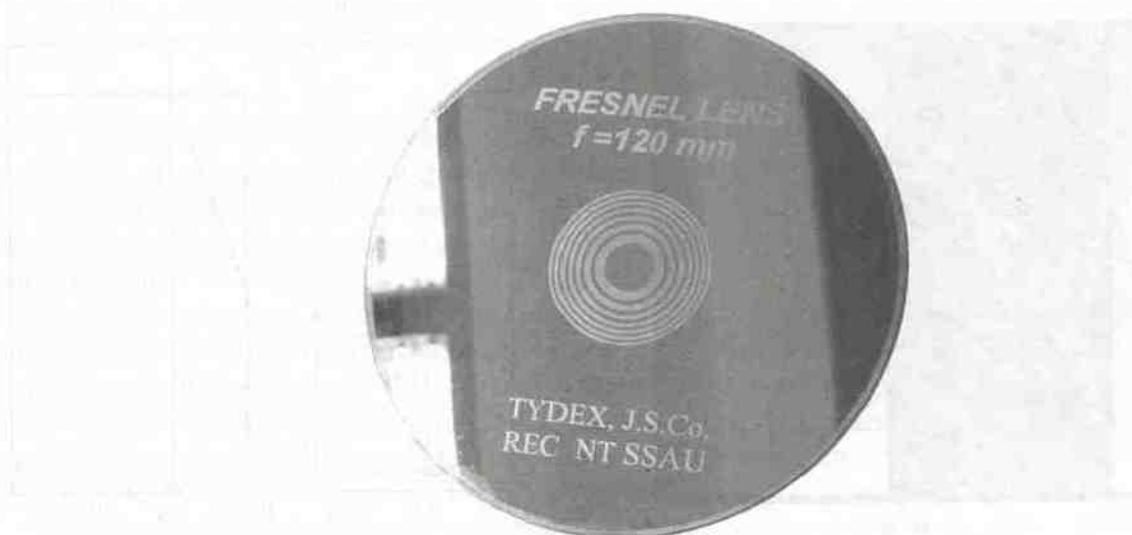


Рис. 3. Внешний вид изготовленной бинарной дифракционной линзы

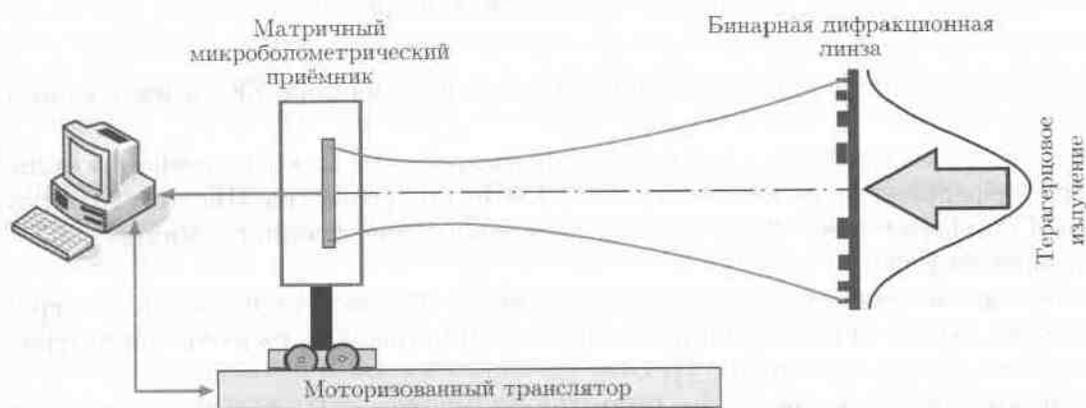


Рис. 4. Оптическая схема исследования бинарной дифракционной линзы на ЛСЭ

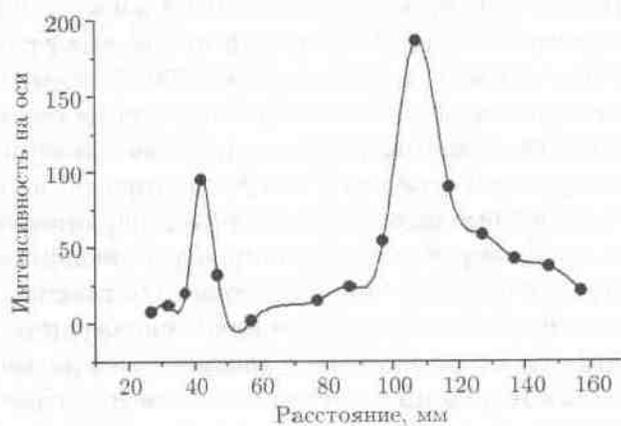


Рис. 5. Осевое распределение интенсивности, сформированное бинарной дифракционной линзой

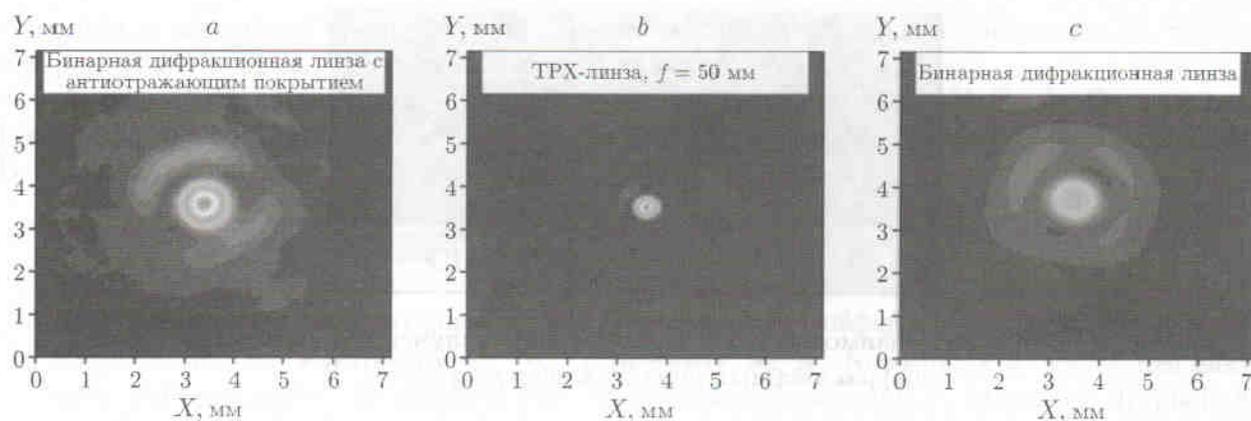


Рис. 6. Распределение интенсивности в фокусе

тия составили  $(21 \pm 3) \%$  для главного фокуса и  $3 \%$  для вторичного фокуса, а линзы с антиотражающим покрытием —  $(36 \pm 5) \%$  и  $3,6 \%$ . Полученная оценка дифракционной эффективности находится в хорошем соответствии с теоретическим значением дифракционной эффективности бинарной дифракционной линзы —  $41 \%$  [1].

На рис. 6 показано распределение интенсивности в фокальных пятнах дифракционных линз в сравнении с фокусом линзы ТРХ-линзы (полиметилпентен) [5].

Проведены испытания лучевой стойкости дифракционной линзы с нанесённым антиотражающим покрытием. С этой целью периферийная часть кремниевой пластинки с антиотражающим покрытием (вне дифракционной структуры) облучалась терагерцовым излучением ЛСЭ, сфокусированным линзой из ТРХ [5]. Абсолютные значения распределения плотности мощности излучения измерены с помощью термочувствительного интерферометра [13]. Линзы не повреждались вплоть до значения плотности мощности  $4 \text{ кВт/см}^2$  в максимуме гауссовского распределения, что соответствует пиковой мощности для импульса  $100 \text{ пс}$  почти  $8 \text{ МВт/см}^2$ .

**Исследование бинарных дифракционных делителей пучка 1 : 2.** Были рассчитаны, изготовлены, исследованы бинарные дифракционные делители пучка с диаметром апертуры  $30 \text{ мм}$ . Дифракционный микрорельеф делителя пучка представлял собой решётку с прямоугольным профилем и периодом  $500 \text{ мкм}$ . Оптические характеристики изготовленных делителей пучка также исследовались на одной из рабочих станций ЛСЭ (рис. 7).

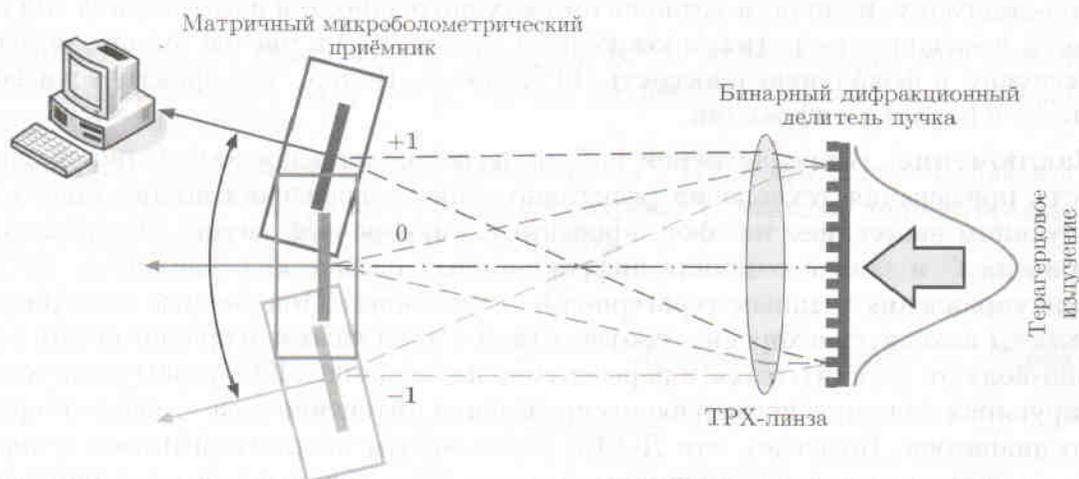


Рис. 7. Оптическая схема исследования бинарного дифракционного делителя пучка на ЛСЭ



Рис. 8. Результат взаимодействия терагерцового излучения с бумагой в  $\pm 1$ -х дифракционных порядках делителя пучка

Терагерцовое излучение из транспортного канала ЛСЭ, наполненного азотом, направлялось на рабочую станцию. Регулировка мощности излучения осуществлялась двумя поляризаторами (так как излучение ЛСЭ линейно поляризовано). Длина волны излучения в экспериментах также составляла 141 мкм. Для непрерывного контроля мощности излучения ЛСЭ выделенный с помощью полипропиленового плёночного светоделителя опорный пучок направлялся на ячейку Голея GC-1T («Тидекс» [6]) с синхронным усилителем SR830, поскольку в данных экспериментах интенсивность излучения ЛСЭ в процессе измерений флуктуировала в пределах  $\pm 5\%$ . В качестве приёмника использовался тот же матричный микроболометрический приёмник. Так как диаметр пучка составлял 30 мм, то полностью «перехватить» его на матрице было возможно только с помощью линзы (ТРХ-линзы с фокусным расстоянием 200 мм). Делители пучка устанавливались на расстоянии около 3 мм от линзы. Для корректных измерений всех порядков дифракции ( $\pm 1$ -е порядки падают под углом в  $15^\circ$ ) матрица микроболометров перемещалась по радиусу так, чтобы лучи падали на матрицу по нормали.

Экспериментальная оценка суммарной доли энергии освещающего пучка, дифрагируемой в  $\pm 1$ -е порядки, составила  $(50 \pm 5)\%$  для делителя пучка без антиотражающего покрытия и  $(79 \pm 8)\%$  с антиотражающим покрытием. Полученная экспериментальная оценка дифракционной эффективности делителя пучка находится в хорошем соответствии с теоретической оценкой дифракционной эффективности бинарного дифракционного делителя пучка 1 : 2 — 81 % [1]. Вместе с тем было отмечено некоторое отличие в долях энергии, приходящихся на  $\pm 1$ -е дифракционные порядки (относительная разница составляла порядка 25 % для элемента с нанесённым антиотражающим покрытием), которое объясняется, по-видимому, наличием технологических погрешностей изготовления микрорельефа. На рис. 8 показаны отверстия, прожжённые лучом ЛСЭ в писчей бумаге, помещённой на одну секунду в фокальную плоскость ТРХ-линзы. Видно, что практически вся энергия идёт в  $\pm 1$ -е порядки дифракции.

**Заключение.** В предлагаемой работе эксперименты продемонстрировали целесообразность применения технологии реактивно-ионного травления высокоомного кремния с последующим нанесением на сформированный микрорельеф антиотражающего покрытия из парилена *C* в задаче создания дифракционных оптических элементов, предназначенных для управления мощным терагерцовым излучением. Полученные экспериментальные результаты находятся в хорошем соответствии с известными теоретическими результатами и позволяют рассчитывать в перспективе на создание ДОЭ терагерцового диапазона, формирующих заданное двумерное распределение интенсивности — фокусаторов терагерцового диапазона. Показано, что ДОЭ с париленовым покрытием имеют в терагерцовом диапазоне высокую лучевую прочность и могут быть использованы для управления излучением мощного лазера на свободных электронах. Совершенствование технологии изго-

товления, в частности увеличение числа уровней квантования микрорельефа [1], позволит в перспективе повысить дифракционную эффективность элементов.

Авторы благодарят акад. Г. Н. Кулипанова и чл.-корр. РАН Н. А. Винокурова за поддержку работы, коллектив ЛСЭ за обеспечение стабильной работы, М. Г. Власенко и В. В. Герасимова за помощь в проведении эксперимента.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Дифракционная компьютерная оптика** /Под ред. В. А. Соффера. М.: Физматлит, 2007. 736 с.
2. **Кnyazev V. A., Kulipanov G. N., Vinokurov N. A.** Novosibirsk terahertz free electron laser: instrumentation development and experimental achievements // *Meas. Sci. Technol.* 2010. **21**, N 5. 054017.
3. **Чопорова Ю. Ю., Власенко М. Г., Герасимов В. В. и др.** Запись и восстановление голограмм амплитудных объектов в терагерцовом диапазоне // *Изв. вузов. Сер. Радиофизика.* 2011. **54**, № 8–9. С. 649–655.
4. **Ведерников В. М., Дутов П. М., Кокарев А. И. и др.** Дифракционные элементы для лазера на свободных электронах // *Автометрия.* 2010. **46**, № 4. С. 84–97.
5. **Кnyazev V. A., Cherkassky V. S., Choporova Y. Y. et al.** Real-time imaging using a high-power monochromatic terahertz source: comparative description of imaging techniques with examples of application // *Journ. Infrared, Millimeter, and Terahertz Waves.* 2011. **32**, Is. 10. P. 1207–1222.
6. **Кремний** // Сайт компании «Тидекс». Материалы для пропускающей оптики. URL: <http://www.tydexoptics.com/pdf/ru/Silicon.pdf> (дата обращения: 24.10.2012).
7. **Pat. 5501893 US.** Method of anisotropically etching silicon /F. Laermer, A. Schlip. Publ. 26 Mar., 1996.
8. **Wang S., Xu J., Yuan T. et al.** Multilevel silicon diffractive optics for terahertz waves // *Journ. Vacuum Sci. Technol. B: Microelectronics and Nanometer Structures.* 2002. **20**, Is. 6. P. 2780–2783.
9. **Ayon A., Braff R., Lin C. C. et al.** Characterization of a time multiplexed inductively coupled plasma etcher // *Journ. Electrochem. Soc.* 1999. **146**, N 1. P. 339–349.
10. **Gatesman A. J.** An antireflection coating for silicon optics at terahertz frequencies // *IEEE Microwave and Guided Wave Lett.* 2000. **10**, Is. 7. P. 264–266.
11. **Hübers H.-W., Schubert J., Krabbe A. et al.** Parylene antireflection coating of a quasioptical hot-electron-bolometric mixer at terahertz frequencies // *Infrared Phys. & Technol.* 2001. **42**, N 1. P. 41–47.
12. **Dem'yanenko M. A., Esaev D. G., Knyazev V. A. et al.** Imaging with a 90 frames/s microbolometer focal plane array and high-power terahertz free electron laser // *Appl. Phys. Lett.* 2008. **92**, N 13. 131116.
13. **Винокуров Н. А., Князев Б. А., Кулипанов Г. Н. и др.** Визуализация излучения мощного терагерцового лазера на свободных электронах с помощью термочувствительного интерферометра // *ЖТФ.* 2007. **77**, № 7. С. 91–100.

Поступила в редакцию 24 октября 2012 г.