文章编号 2095-1531(2019)03-0606-10

电铸金属光栅中金属沉积过程的在线监测

朱春霖[1,2],胡 昊[1,2],焦庆斌[1],谭 鑫[1],巴音贺希格[1*]
(1. 中国科学院 长春光学精密机械与物理研究所,吉林 长春 130033;
2. 中国科学院大学,北京 100049)

摘要:在使用电铸方法制作金属光栅时,采用传统的计时电铸方法常常不能保证金属栅条具有精确的沉积厚度。为了能够实时监测光栅栅条的沉积厚度,以实现电铸截止时刻的精确判断,建立了基于衍射效率判断金属沉积厚度的在线监测系统。采用严格耦合波理论计算了 Au 在光刻胶沟槽中进行沉积时,衍射效率随 Au 沉积厚度的变化规律,并讨论了光刻胶占宽比、电铸电流密度对衍射效率的影响;计算了电铸池、镀液对监测激光能量造成的损耗。实验得到的效率曲线与仿真结果相一致;电铸池、镀液对光能的损耗达 94.88%。实验结果表明,采用在线监测方法实时判断金属沉积厚度是合理有效的;光刻胶占宽比对在线监测影响不大;电铸电流密度对在线监测有影响,且电流密度越高越有利于截止点的判断。

关 键 词:金属光栅;在线监测;严格耦合波理论;占宽比;电流密度;能量损耗
中图分类号:O436 **文献标识码**:A doi:10.3788/CO.20191203.0606

In-situ monitoring of metal depositing in the fabrication of metallic grating

ZHU Chun-lin[1,2], HU Hao[1,2], JIAO Qing-bin[1], TAN Xin[1], Bayanheshig[1*]
(1. *Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, Chinese Academy of Sciences, Changchun* 130033, *China*;
2. *University of Chinese Academy of Sciences, Beijing* 100049, *China*)
* *Corresponding author, E-mail: bayin888@sina.com*

Abstract: During the fabrication process of metallic gratings using electro-deposition, the thickness of deposited metal usually cannot be precisely controlled by the traditional timing method. In order to monitor the deposit thickness of grating bars and precisely stop depositing metal in a timely manner during the fabrication of metallic gratings, an in-situ monitoring system based on diffraction efficiency measurements was introduced. The change law of diffraction efficiency varying with Au deposition thickness was calculated using the rigorous coupled wave analysis(RCWA) method and the effect of the photoresistor grating's duty cycle and deposition current density on diffraction efficiency was discussed. The energy loss of monitoring lasers in the system was also calculated. The efficiency curve of the experiment coincides with simulation and the energy loss induced

收稿日期:2018-10-29;**修订日期**:2018-12-05
基金项目:国家自然科学基金项目(No. 61227901, No. 61605197)
Supported by the National Natural Science Foundation of China(NSFC)(No. 61227901, No. 61605197).

by the electro-deposition pool and solution was up to 94.88%. The experimental results indicate that the in-situ monitoring system is effective in estimating the thickness of deposited metal during the fabrication of metallic gratings. The duty cycle of photoresistor gratings has less influence on in-situ monitoring than that of deposition current density and a higher current density was more beneficial for monitoring.

Key words: metallic grating; in-situ monitoring; RCWA; duty cycle; current density; energy loss

1　引　言

金属光栅作为一种理想的色散分光元件和精密的光学元件,多用于光谱测量[1]与 X 射线相衬成像[2-3];同时在计量、无线电天文学、集成光学[4]、光通信、信息处理、表面等离子体传感[5]等诸多领域也有着重要应用[6]。金属光栅可以采用机械刻划以及“图形生成 + 电铸”等方法进行制备[7-10]。采用“图形生成 + 电铸”方法制作金属光栅时,电铸过程中金属沉积的厚度通常采用计时方法进行控制,而在电铸沉积速度较大或金属光栅高度较小的情况下计时方法会产生较大的误差,从而导致金属沉积不全槽[11]。金属沉积厚度不足会对光栅性能造成影响,例如在 X 射线相衬成像系统中分析光栅的 Au 厚度不足会使系统的成像质量下降[12]。为实现对所需金属光栅刻槽厚度进行精确电铸,需要在电铸过程中引入在线监测技术实现对电铸厚度的实时监测。

在线监测多应用于光栅制作的曝光、显影和刻蚀过程,而将其应用于金属的电铸,尚未见文献报道。在光栅制作的曝光过程中,Gregus 等人实时监测曝光过程中产生的潜像光栅,确定了 -1 级衍射效率是曝光量、光刻胶厚度的函数[13];赵劲松等人利用潜像光栅对曝光光束产生的自衍射效应,实现了对曝光过程的实时监测[14];在光栅制作的显影过程中,孔鹏等人建立了全息光栅非对称曝光显影的理论模型,通过实时监测确定曝光和显影的终止点[15]。在对光栅基底进行干法刻蚀的过程中,Svakhin 等人采用李特罗装置,监测 -1 级衍射光和反射光,判断反应离子刻蚀光栅的终点[16];林华等人也采用自准直入射,通过监测 -1 级衍射光,实时监控介质膜光栅的离子束刻蚀过程[17]。在线监测的原理是通过测量衍射效率的变化判断沟槽的深度,而金属的电铸也是一个沟槽深度不断变化的过程,因而理论上可以通过在线监测实时判断金属沉积厚度。

本文首次将实时监测应用于光刻胶光栅沟槽内金属的沉积过程,采用衍射效率法对金属的沉积厚度进行实时监测。采用严格耦合波(Rigorous Coupled Wave Analysis, RCWA)方法计算出光栅的衍射效率随金属沉积厚度变化的曲线,建立了衍射效率与入射光角度、波长、光栅周期、刻槽深度及金属沉积厚度等参数之间关系的理论模型,进行了计算机仿真与实验验证,证明了利用在线监测技术来控制金属沉积的终止时刻是合理有效的。

2　原　理

1981 年,Moharam 和 Gaylord 首次提出RCWA理论。RCWA理论是一种严格的矢量理论,它基于严格的电磁场理论,在适当的边界条件上使用一些数学工具对光栅衍射的电磁场 Maxwell 方程组进行精确求解,得到最终的衍射效率[18-20]。它的基本原理是将待求解的光栅区域进行水平分层,将每层的介电常数做 Fourier 展开,并通过边界匹配条件求解耦合方程组进而得到反射区域、光栅区域和透射区域的光波的电磁场分布[21-22]。

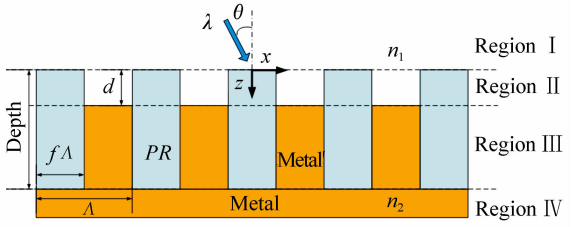


图 1　光刻胶光栅中电铸金属示意图

Fig. 1　Diagram of depositing metal in photoresist grating

对于沟槽内沉积了金属的光刻胶光栅,可以

将其分为4个部分,如图1所示。其中区域Ⅰ~Ⅳ分别为镀液、光刻胶-镀液调制区域、光刻胶-金属调制区域、金属衬底。

在光栅调制区域,介电常数用Fourier级数展开:

$$\varepsilon = \sum_{i=-\infty}^{\infty} \varepsilon_i \exp\left(\mathrm{j}\frac{2\pi}{\Lambda}\mathrm{i}x\right), \tag{1}$$

考察横电波(Transverse Electric wave,TE)偏振,在区域Ⅰ中的电场分布为:

$$E_{\mathrm{Ⅰ}} = \exp[-\mathrm{j}k_0 n_1(\sin\theta x + \cos\theta z)] + \sum_{i=-\infty}^{\infty} R_i \exp[-\mathrm{j}(k_{xi}x - k_{\mathrm{Ⅰ}zi}z)], \tag{2}$$

在区域Ⅳ中电场分布为:

$$E_{\mathrm{Ⅳ}} = \sum_{i=-\infty}^{\infty} T_i \exp\{-\mathrm{j}[k_{xi}x + k_{\mathrm{Ⅳ}zi}(z - Depth)]\}, \tag{3}$$

其中,

$$k_0 = 2\pi/\lambda$$

$$k_{xi} = k_0\left[n_1\sin\theta - \mathrm{i}\left(\frac{\lambda}{\Lambda}\right)\right]$$

$$k_{\mathrm{Ⅰ}zi} = \begin{cases}[(k_0 n_1)^2 - k_{xi}^2]^{1/2} & (k_0 n_1)^2 > k_{xi}^2 \\ -\mathrm{j}[k_{xi}^2 - (k_0 n_1)^2]^{1/2} & (k_0 n_1)^2 < k_{xi}^2\end{cases}$$

$$k_{\mathrm{Ⅳ}zi} = \begin{cases}[(k_0 n_2)^2 - k_{xi}^2]^{1/2} & (k_0 n_2)^2 > k_{xi}^2 \\ -\mathrm{j}[k_{xi}^2 - (k_0 n_2)^2]^{1/2} & (k_0 n_2)^2 < k_{xi}^2\end{cases}$$

在区域Ⅱ中电磁场表示为:

$$E_{\mathrm{Ⅱ}} = \sum_{i=-\infty}^{\infty} \boldsymbol{U}_{\mathrm{Ⅱ}yi}(z)\exp(-\mathrm{j}k_{xi}x), \tag{4}$$

$$H_{\mathrm{Ⅱ}} = -\mathrm{j}\sqrt{\varepsilon_0/\mu_0}\sum_{i=-\infty}^{\infty} \boldsymbol{V}_{\mathrm{Ⅱ}yi}(z)\exp(-\mathrm{j}k_{xi}x), \tag{5}$$

其中,$\boldsymbol{U}_{\mathrm{Ⅱ}yi}(z)$为归一化第$i$级空间谐波电场复振幅矢量,$\boldsymbol{V}_{\mathrm{Ⅱ}yi}(z)$为归一化第$i$级空间谐波磁场复振幅矢量。区域Ⅲ中电磁场与区域Ⅱ中类似。

将式(4)、(5)代入Maxwell方程组,得到耦合波方程:

$$\frac{\partial^2 U_{yi}}{\partial(k_0)^2} = \left(\frac{k_{xi}}{k_0}\right)^2 U_{yi} - \sum_{m=-\infty}^{\infty} \varepsilon_{m-i} U_{yi}, \tag{6}$$

写成矩阵形式:

$$\frac{\partial^2 U_y}{\partial(z')^2} = \boldsymbol{A}\cdot U_y, \tag{7}$$

解耦合波方程得:

$$U_{yi}(z) = \sum_{n=1}^{N} p_{in}\{c_n^+\exp[-k_0 q_n(z - z_0)] + c_n^-\exp[k_0 q_n(z - z_1)]\}, \tag{8}$$

$$V_{xi}(z) = \sum_{n=1}^{N} s_{in}\{-c_n^+\exp[-k_0 q_n(z - z_0)] + c_n^-\exp[k_0 q_n(z - z_1)]\}, \tag{9}$$

其中,z_0为考察区域上表面坐标,z_1为考察区域下表面坐标;p_{in}是矩阵$\boldsymbol{A}$本征矢量$\boldsymbol{P}$的元素,q_n是$\boldsymbol{A}$本征值的平方根,$s_{in} = q_n p_{in}$是矩阵$\boldsymbol{S} = \boldsymbol{PQ}$的元素,$\boldsymbol{Q}$是以$q_n$为对角元素组成的对角矩阵,未知系数$c_n^+$、$c_n^-$由边界条件确定:

$z = 0$时,边界条件为:

$$\begin{pmatrix}\boldsymbol{\delta}_{i0} \\ \mathrm{j}n_1\cos\theta\boldsymbol{\delta}_{i0}\end{pmatrix} + \begin{pmatrix}\boldsymbol{I} \\ -\mathrm{j}\boldsymbol{Y}_{\mathrm{Ⅰ}}\end{pmatrix}\boldsymbol{R} = \begin{pmatrix}\boldsymbol{P}_{\mathrm{Ⅱ}} & \boldsymbol{P}_{\mathrm{Ⅱ}}\boldsymbol{X}_{\mathrm{Ⅱ}} \\ \boldsymbol{S}_{\mathrm{Ⅱ}} & -\boldsymbol{S}_{\mathrm{Ⅱ}}\boldsymbol{X}_{\mathrm{Ⅱ}}\end{pmatrix}\begin{pmatrix}c_{\mathrm{Ⅱ}}^+ \\ c_{\mathrm{Ⅱ}}^-\end{pmatrix}, \tag{10}$$

$z = d$时,边界条件为:

$$\begin{pmatrix}\boldsymbol{P}_{\mathrm{Ⅱ}}\boldsymbol{X}_{\mathrm{Ⅱ}} & \boldsymbol{P}_{\mathrm{Ⅱ}} \\ \boldsymbol{S}_{\mathrm{Ⅱ}}\boldsymbol{X}_{\mathrm{Ⅱ}} & -\boldsymbol{S}_{\mathrm{Ⅱ}}\end{pmatrix}\begin{pmatrix}c_{\mathrm{Ⅱ}}^+ \\ c_{\mathrm{Ⅱ}}^-\end{pmatrix} = \begin{pmatrix}\boldsymbol{P}_{\mathrm{Ⅲ}} & \boldsymbol{P}_{\mathrm{Ⅲ}}\boldsymbol{X}_{\mathrm{Ⅲ}} \\ \boldsymbol{S}_{\mathrm{Ⅲ}} & -\boldsymbol{S}_{\mathrm{Ⅲ}}\boldsymbol{X}_{\mathrm{Ⅲ}}\end{pmatrix}\begin{pmatrix}c_{\mathrm{Ⅲ}}^+ \\ c_{\mathrm{Ⅲ}}^-\end{pmatrix}, \tag{11}$$

$z = \mathrm{Depth}$时,边界条件为:

$$\begin{pmatrix}\boldsymbol{P}_{\mathrm{Ⅲ}}\boldsymbol{X}_{\mathrm{Ⅲ}} & \boldsymbol{P}_{\mathrm{Ⅲ}} \\ \boldsymbol{S}_{\mathrm{Ⅲ}}\boldsymbol{X}_{\mathrm{Ⅲ}} & -\boldsymbol{S}_{\mathrm{Ⅲ}}\end{pmatrix}\begin{pmatrix}c_{\mathrm{Ⅲ}}^+ \\ c_{\mathrm{Ⅲ}}^-\end{pmatrix} = \begin{pmatrix}\boldsymbol{I} \\ \mathrm{j}\boldsymbol{Y}_{\mathrm{Ⅳ}}\end{pmatrix}\boldsymbol{T}, \tag{12}$$

其中,$\boldsymbol{\delta}_{i0}$是中心元素为 1,其余元素为 0 的列矩阵;$\boldsymbol{P}$、$\boldsymbol{S}$ 分别为耦合波方程电磁场形式解中 P_{in}、S_{in}组成的矩阵,下角标代表所在区域;$\boldsymbol{R}$、$\boldsymbol{T}$ 分别为电场反射衍射波和透射衍射波的振幅;$\boldsymbol{Y}_{\text{I}}$、$\boldsymbol{Y}_{\text{IV}}$、$\boldsymbol{X}$ 是对角线元素分别为 $k_{\text{I}zi}/k_0$、$k_{\text{IV}zi}/k_0$、$\exp[-k_0 q(z_1 - z_0)]$的对角矩阵。

通过边界条件求出 R、T,最后得到衍射效率:

$$DE_{ri} = R_i R_i^* Re[k_{\text{I}zi}/k_0 n_1 \cos\theta], \quad (13)$$

$$DE_{ti} = T_i T_i^* Re[k_{\text{IV}zi}/k_0 n_1 \cos\theta]. \quad (14)$$

3　仿真与实验

3.1　耦合波仿真

(1)光栅结构参数

基于本实验室现有的工艺条件,选择了在石英基底上镀制 Au 衬底,在 Au 衬底上制作光刻胶光栅进而在光刻胶光栅中电铸 Au 的实验方案。光刻胶光栅参数如下:周期为 40 μm,占宽比为 0.5,槽深为 900 nm。

(2)折射率的确定

在本系统中,通过考察光刻胶、Au 和镀液折射率与波长的关系曲线,并且考虑到实际操作时的方便,最终确定监测激光波长为 473.2 nm,此时光刻胶的折射率为 1.68;Au 的折射率为 1.28 − j1.806;镀液的折射率为 1.33。

(3)监测级次与入射角度的确定

由于实际监测时光路中的电镀池、电镀溶液等都会使光强衰减,因而为了能够有效地监测到光强变化,从光栅衍射出的光能量应尽量高;同时为了更好地判断截止时刻,在一定深度范围内衍射效率变化的峰谷应尽量多。图 2、图 3、图 4 分别为 +1、−1 级以及零级衍射光衍射效率随厚度和入射角度的变化情况。

从上图可以看出,随着入射角度的增大,衍射效率随深度增加而产生的周期性变化会越来越弱;在衍射效率变化较明显的范围内(30° ~ 70°),零级衍射光的效率最高,因而综合考虑后决定以 45°作为入射角,对零级光进行监测,此时衍射效率随 Au 沉积厚度的变化情况如图 5 所示。

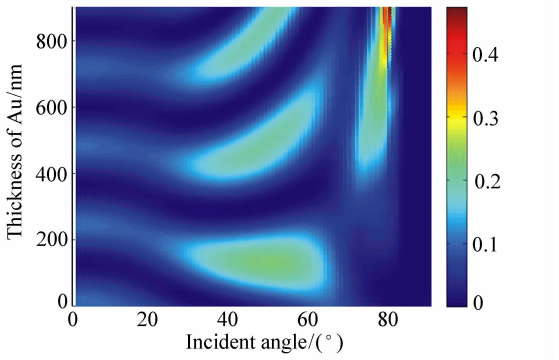


图 2　+1 级衍射效率与 Au 层沉积厚度、入射角度的关系

Fig. 2　Relationship between +1st order diffraction efficiency and thickness of Au and incident angle

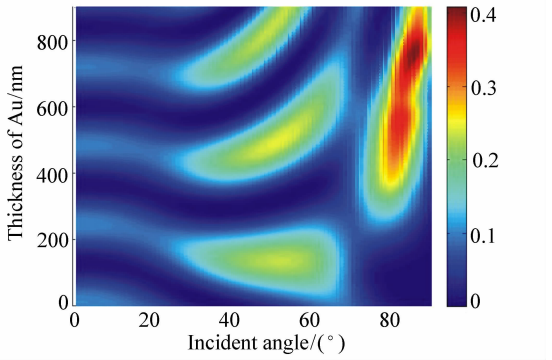


图 3　−1 级衍射效率与 Au 层沉积厚度、入射角度的关系

Fig. 3　Relationship between −1st order diffraction efficiency and thickness of Au and incident angle

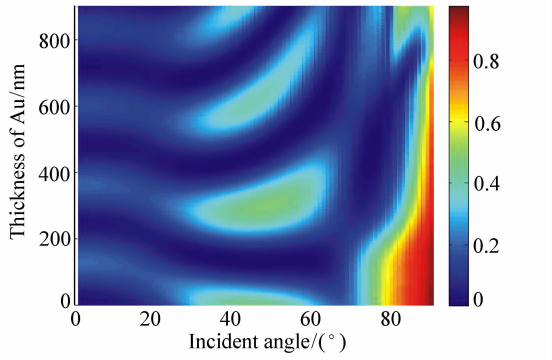


图 4　零级衍射效率与 Au 层沉积厚度、入射角度的关系

Fig. 4　Relationship between 0th order diffraction efficiency and thickness of Au and incident angle

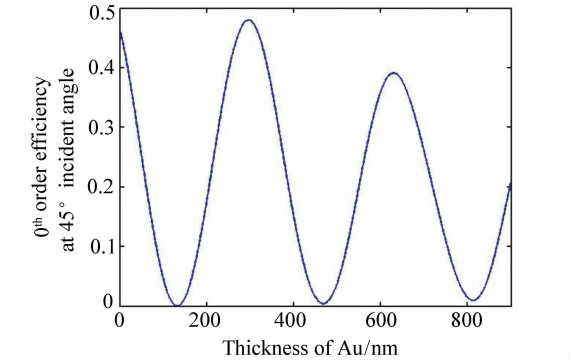


图 5 45°角入射时零级衍射效率与 Au 层沉积厚度的关系

Fig. 5 0th order diffraction efficiency varies with thickness of Au at 45° incident angle

3.2 实验结果

电镀实验以半径 $r=35$ mm,壁厚 $h=2$ mm 的玻璃烧杯作为电镀池,尺寸均为 20 mm × 25 mm 的阳极与阴极分别固定于烧杯内壁。阳极为 Au 板,阴极为镀有 Au 衬底的石英基底,Au 衬底上制作了 40 μm 周期、900 nm 高的光刻胶光栅。镀液采用基于亚硫酸钠体系的镀液。473.2 nm 的激光以 45°入射到光刻胶光栅上,采用功率计的探头对零级光进行监测。

电镀开始前,用功率计测得的激光器出射光功率为 11.5 mW;打开电源后功率计上开始出现波形,最终得到零级光强度变化如图 6 所示。

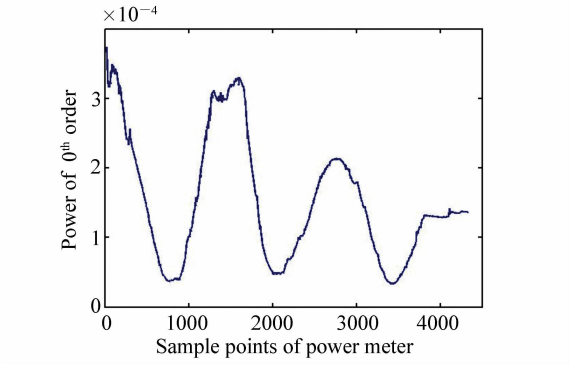


图 6 实验中零级光强度的变化

Fig. 6 Changing of 0th order efficiency in experiment

3.3 结果分析

对比仿真(图 5)与实际测得结果(图 6)可以发现,实测零级光衍射效率的变化情况与仿真结果一致,经历 3 个峰谷值后截止,在 Au 沉积满光刻胶光栅沟槽(约第 3 800 个采样点处)后,衍射效率不再发生变化。Au 沉积满光刻胶光栅沟槽后,随着电镀的继续进行,Au 覆盖住了光刻胶光栅并开始在整个阴极面上沉积,因而此时所监测到的实际上已经是 Au 层的反射率。

从能量变化上来看,监测到的光强最高值约为 3.8×10^{-4} W,衍射效率为 0.38/11.5 = 3.3%,而仿真得到的最高效率约为 48%。这是由于光线经过烧杯壁时的反射、烧杯壁与镀液的吸收以及阴极表面的散射等引起的。

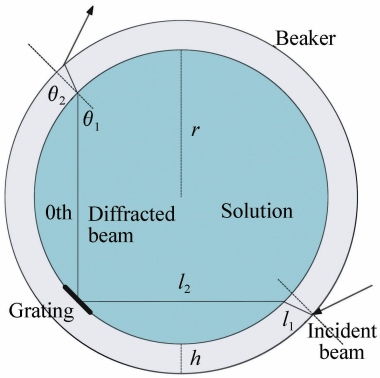


图 7 监测光路示意图

Fig. 7 Diagram of monitoring light

由烧杯折射率 1.5、镀液折射率 1.33 及光栅入射角 $\theta_1=45°$ 可以计算出光线从镀液折射入烧杯的角度 $\theta_2=38.82°$。由烧杯内壁半径 $r=35$ mm 和壁厚 $h=2$ mm 可以计算出光线在烧杯壁内经过的距离 $l_1=h/\cos\theta_2=2.567$ mm;进入镀液后到光栅面的距离 $l_2=r/\cos45°=49.505$ mm;则由波盖尔定律可得烧杯壁及镀液对光线的透射为:

$$\tau_1=\exp(-k_1\rho_1 l_1)=0.842\,2\,, \quad (15)$$

$$\tau_2=\exp(-k_2\rho_2 l_2)=0.394\,5\,, \quad (16)$$

其中,$k_1=0.3/\mathrm{cm}$、$k_2\approx0.195/\mathrm{cm}$ 分别为玻璃和镀液的光谱质量消光系数;$\rho_1=2.23$ g/cm^3、$\rho_2\approx1$ g/cm^3 分别为玻璃和镀液的密度。

由菲涅尔公式可知光从一种介质射入另一种介质时透射率为:

$$T = \frac{n_2\cos\theta_t}{n_1\cos\theta_i}|t|^2 = \frac{n_2\cos\theta_t}{n_1\cos\theta_i}\left|\frac{2\cos\theta_i\sin\theta_t}{\sin(\theta_i+\theta_t)}\right|^2. \quad (17)$$

代入数据可求光从空气入射烧杯、从烧杯入射镀液、从镀液入射烧杯及从烧杯入射空气的透射率分别为 $T_1 = 0.698$; $T_2 = 0.981$; $T_3 = 0.981$; $T_4 = 0.698$。

通常情况下激光以 45°角入射到 Au 衬底光刻胶光栅时,散射的百分比 η_0 量级在 10^{-5} ~ 10^{-2},假设取其最大值为 0.01。则由反射、吸收及散射等造成的光能损耗率为:

$$\eta = 1 - T_1\cdot\tau_1\cdot T_2\cdot\tau_2\cdot(1-\eta_0)\cdot\tau_2\cdot T_3\cdot\tau_1\cdot T_4 = 0.948\,8\,, \quad (18)$$

可见系统中烧杯和镀液对光能的损耗是非常之高的。

4　实验参数对监测的影响

实验中,光刻胶光栅的形貌、电镀工艺参数的变化等都会对实际监测造成影响,下面分别进行讨论。

4.1　光刻胶光栅占宽比的影响

光刻胶光栅的制作过程中,曝光、显影工艺都会影响到光刻胶光栅的形貌。对于周期为 40 μm、高度为 900 nm 的矩形槽光刻胶光栅来说,由于深宽比极小,光栅栅条的矩形程度通常保持的比较好,而占宽比受到的影响比较大。对于正性光刻胶来说,曝光、显影控制的不理想会使占宽比下降。如图 8 所示,曝光采用的掩模版周期 40 μm,占宽比为 0.5,理想情况下显影后得到的光刻胶光栅栅条宽度应为 20 μm,而图中由于工艺控制的不理想导致栅条宽度降到了约 14.79 ~ 15.88 μm,即占宽比下降到了 0.375 ~ 0.403。对于负性光刻胶来说,显影后占宽比通常会增大。

对占宽比为 0.3 ~ 0.7 的情况作了模拟。入射角度依旧为 45°,波长为 473.2 nm,Au 层厚度从 0 增加至 900 nm,衍射效率变化如图 9 所示。

从图 9 可以看出,不同占宽比下衍射效率发生变化的位置(峰谷)基本相同,只是峰谷值不同。相比于其他 4 条曲线,占宽比为 0.7 的曲线峰谷值之差减小得较为明显,但峰谷值之差与占宽比之间并没有明显的联系。对于在线监测来说,比较关心的是曲线的变化,变化越多越明显,越有利于电镀截止时刻的控制。不同占宽比下,波形变化相同,除了 0.7 外,其他占宽比时,曲线峰谷值都比较接近,因而可以认为占宽比对于在线监测的影响很小。

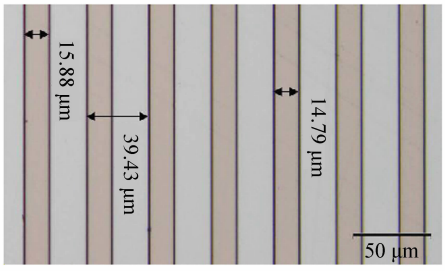


图 8　光刻胶光栅显微镜照片

Fig. 8　Microscope picture of photoresist grating

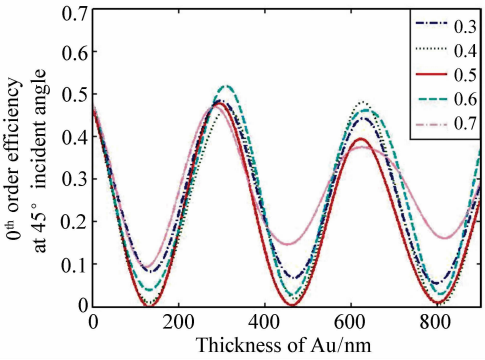


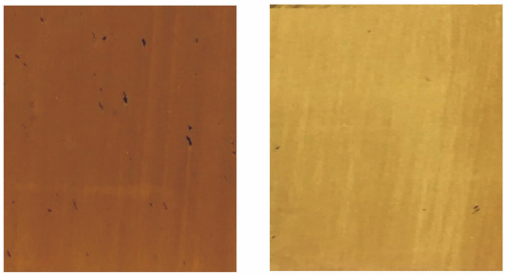
图 9　不同占宽比下衍射效率随 Au 层沉积厚度的变化情况

Fig. 9　Efficiency varies with thickness of Au under different duty cycles

4.2　电镀电流密度的影响

在进行金属的电镀时,电流密度会对电镀的速度和镀层金属的质量产生影响。在电流密度不同的情况下,即使从宏观上看镀层也会有所不同。图 10(彩图见期刊电子版)是电流密度分别为 53.8 A/m^2 与179.4 A/m^2 时的电镀镀层照片。

可以发现在电流密度较小的情况下镀层呈现棕红色,而较高电流密度的镀层呈现正常的金黄色。



(a) 53.8 A/m² 棕红色 (b) 179.4 A/m² 金黄色
(a) 53.8 A/m² brown (b) 179.4 A/m² gold

图 10 不同电流密度下 Au 电镀镀层照片

Fig. 10 Photographs of Au electroplated coatings under different current densities

由于怀疑镀层呈棕红色是电镀时沉积了其他物质(镀液中含有硫元素),故对其进行了能谱检测,结果表明镀层中只有 Au,并没有其他物质。

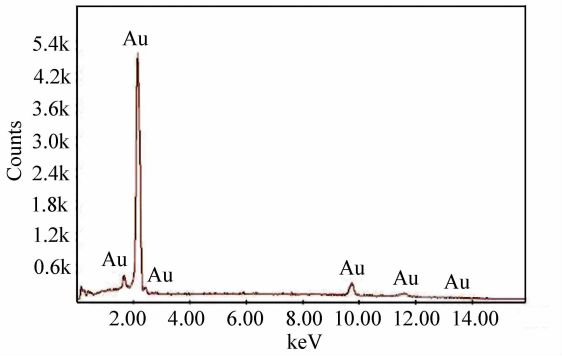
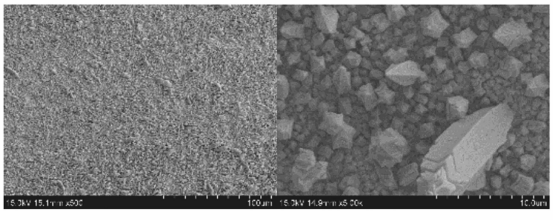


图 11 棕红色镀层能谱图

Fig. 11 Energy spectrum graph of brown electroplated surface

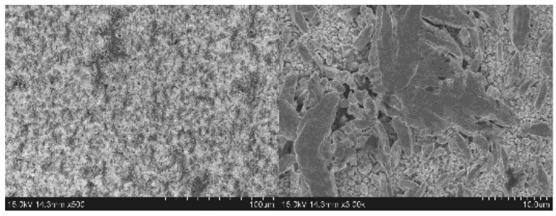
不同电流密度的两个样片电镜图样如图 12、图 13 所示。



(a) 500× (b) 5000×

图 12 不同放大倍率的低电流密度下镀层表面形貌

Fig. 12 Surface morphologys with different magnifications under low current density



(a) 500× (b) 5000×

图 13 不同放大倍率时高电流密度下镀层表面形貌

Fig. 13 Surface morphologys with different magnifications under high current density

从电镜图样可以看出,高电流密度下镀层比较致密,低电流密度下镀层较粗糙,从粗糙镀层的高倍率电镜图样中可以看出,Au 沉积时呈柱状生长,镀层孔隙率较高。因而可以认为镀层呈棕红色是由镀层结构疏松引起的。

结构的疏松导致镀层密度下降,并且折射率也会发生变化。镀层整体折射率与金属聚集密度的关系可由 Kinosita-Nishibori 公式给出:

$$n = P \cdot n_s + (1 - P) \cdot n_v, \tag{19}$$

其中,n 为镀层折射率,n_s为金属折射率,n_v为孔隙折射率。对于本实验中的情况,$n_s = 1.28 - j1.806$;$n_v = 1.33$。P 为金属的聚集密度,$P \in (0,1]$。P 可以通过对镀层密度的测量来确定:

$$P = \frac{\rho'}{\rho}, \tag{20}$$

其中,ρ'为镀层金属的密度,ρ 为致密的金属单质密度。

聚集密度的不同导致折射率发生变化,从而对衍射效率产生影响。在不同的聚集密度下,对零级衍射效率随 Au 层厚度的变化进行了仿真,如图 14 所示。

可以看出在不同的聚集密度下,衍射效率发生变化的位置完全相同,不同的是聚集密度越高波形的峰值越高,而峰值能量高意味着对功率计探测灵敏度的要求能够得到降低。因而,采用较大的电流密度进行电镀更有利于实现金属沉积的在线监测。

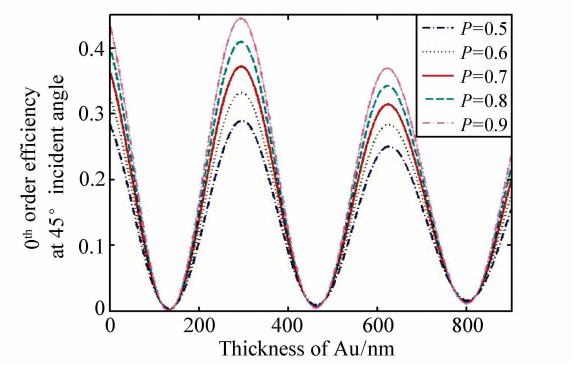


图 14　不同聚集密度下衍射效率随 Au 镀层厚度的变化情况

Fig. 14　Diffraction efficiency varies with thickness of Au under different accumulation densities

5　结　论

本文针对金属光栅电铸过程中,栅条高度难以精确控制的问题,提出以在线监测的方法实时精确测量电铸金属厚度,从而控制金属光栅栅条高度。采用严格耦合波理论对衍射效率与金属厚度的变化关系进行了仿真,进行了 Au 光栅电镀在线监测的实验,测得衍射效率波形与仿真结果一致,验证了理论的可行性。对实验中探测器接收到的能量与仿真结果相差较大的问题进行了分析,计算了镀池的反射与吸收、镀液的吸收以及光栅的散射对能量造成的损耗,损耗高达 94.88%。最后,讨论了实验参数对衍射效率的影响,对不同的光刻胶占宽比、不同电流密度下衍射效率随 Au 层厚度的变化进行了仿真,得出了光刻胶占宽比对电镀在线监测影响较小而电流密度对在线监测影响较大的结论。

参考文献:

[1] CHEN J,BOS P J,VITHANA H,*et al*.. An electro-optically controlled liquid crystal diffraction grating[J]. *Applied Physics Letters*,1995,67(18):2588-2590.

[2] PFEIFFER F,WEITKAMP T,BUNK O,*et al*.. Phase retrieval and differential phase-contrast imaging with low-brilliance X-ray sources[J]. *Nat. Phys*.,2006,2(4):258-261.

[3] 柳龙华,刘刚,熊瑛,等. 大高宽比、高线密度 X 射线透射光栅的制作[J]. 光学 精密工程,2009,17(1):72-75.
LIU L H,LIU G,XIONG Y,*et al*.. Fabrication of high-aspect-ratio and high-density X-ray transmission grating [J]. *Opt. Precision Eng*.,2009,17(1):72-75. (in Chinese)

[4] 罗跃川,张志友,石莎,等. 提高 OLED 光导出效率的异形金属光栅的设计与优化[J]. 发光学报,2010,31(6):784-789.
LUO Y CH,ZHANG ZH Y,SHI SH,*et al*.. Design and optimizing of an abnormal metal grating used to enhance the light-output efficiency of organic light-emitting diode[J]. *Chinese Journal of Luminescence*,2010,31(6):784-789. (in Chinese)

[5] 刘镜,刘娟,王涌天,等. 亚波长金属光栅的表面等离子体激元共振特性[J]. 中国光学,2011,4(4):363-368.
LIU J,LIU J,WANG Y T,*et al*.. Resonant properties of sub-wavelength metallic gratings[J]. *Chinese Optics*,2011,4(4):363-368. (in Chinese)

[6] 王子强. 单级衍射光栅的设计与制作[D]. 长春:长春理工大学,2013.
WANG Z Q. The design and fabrication of single-order diffraction grating[D]. Changchun:Changchun University of Science and Technology,2013. (in Chinese)

[7] 杜立群,鲍其雷,赵明,等. 在金属基底上制作高深宽比金属微光栅的方法[J]. 光学 精密工程,2015,23(3):700-707.
DU L Q,BAO Q L,ZHAO M,*et al*.. Fabrication of metal micro-grating with high aspect ratio on metal substrate[J]. *Opt. Precision Eng*.,2015,23(3)700-707. (in Chinese)

[8] 王鑫,王永红,吕有斌,等. SU-8 光刻胶应变分布光学全场检测方法[J]. 中国光学,2016,9(3):379-384.
WANG X,WANG Y H,LÜ Y B,*et al*.. Whole field optical detection method of strain distribution of SU-8 photoresist[J].

Chinese Optics,2016,9(3):379-384. (in Chinese)

[9] ROMANO L,VILA-COMAMALA J,KAGIAS M,*et al*. High aspect ratio metal microcasting by hot embossing for X-ray optics fabrication[C]. 42nd Micro- and nano-engineering conference MNE,2017,176:6-10.

[10] TIWARI P,MONDAL P,SRIVASTAVA A K,*et al*. Fabrication of high aspect ratio submicron gratings on 100 nm titanium membranes using electron beam lithography[J]. *AIP Conference. Proceedings*,2017,1832(1):060023.

[11] KENNTNER J,ALTAPOVA V,GRUND T,*et al*. Fabrication and characterization of analyzer gratings with high aspect ratios for phase contrast imaging using a Talbot interferometer[J]. *AIP Conference. Proceedings*,2012,1437(1):89-93.

[12] DAVID C,BRUDER J,ROHBECK T,*et al*.. Fabrication of diffraction gratings for hard X-ray phase contrast imaging [J]. *Microelectronic Engineering*,2007,84(5-8):1172-1177.

[13] GREGUS J A,GREEN C A,YOON E,*et al*.. Real-time latent image monitoring during holographic fabrication of submicron diffraction gratings[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology B Microelectronics & Nanometer Structures*,1993,11(6):2468-2472.

[14] 赵劲松,李立峰,吴振华. 全息光栅实时显影监测曲线的理论模拟[J]. 光学学报,2004,24(8):1146-1150.
ZHAO J S,LI L F,WU ZH H. Modeling of in-situ monitoring curves during development of holographic gratings[J]. *Acta Optica Sinica*,2004,24(8):1146-1150. (in Chinese)

[15] 孔鹏,巴音贺希格,李文昊,等. 全息光栅非对称曝光显影的理论模拟及实时监测[J]. 光学学报,2010,30(1):65-69.
KONG P,BAYANHESHIG,LI W H,*et al*.. Modeling and in-situ monitoring of the asymmetric exposure and development of holographic grating[J]. *Acta Optica Sinica*,2010,30(1):65-69. (in Chinese)

[16] SVAKHIN A S,SYCHUGOV V A,TIKHOMIROV A E. Diffraction gratings with high optical strength for laser resonators [J]. *Quantum Electronics*,1994,24(3):233-235.

[17] 林华. 介质膜光栅:光刻胶掩模占宽比和离子束刻蚀槽深的监控[D]. 北京:清华大学,2005.
LIN H. Multilayer dielectric gratings: in-situ monitoring of duty cycle of photoresist mask and ion-beam-etched groove depth[D]. Beijing:Tsinghua University,2005. (in Chinese)

[18] 樊叔维. 任意槽形光栅衍射特性的矢量理论分析与计算[J]. 光学 精密工程,2000,8(1):5-10.
FAN SH W. Vector theory analysis and numerical calculation for any shape profile dielectric gratings[J]. *Opt. Precision Eng.*,2000,8(1):5-10. (in Chinese)

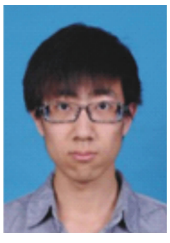
[19] 陈勇. 软 X 射线自支撑闪耀透射光栅的制作[D]. 合肥:中国科学技术大学,2013.
CHEN Y. Fabrication of soft X-ray freestanding blazed transmission gratings[D]. Hefei:University of Science and Technology of China,2013. (in Chinese)

[20] YANG J,WANG ZH,WANG F,*et al*.. Atomically thin optical lenses and gratings[J]. *Light: Science & Applications*,2016,5(3):e16046.

[21] 曹艳波,艾华. 亚波长闪耀光栅矢量衍射效率计算[J]. 中国光学与应用光学,2010,3(6):679-683.
CAO Y B,AI H. Calculation of vectorial diffraction efficiency of subwavelength blazed gratings[J]. *Chinese Journal of Optics and Applied Optics*,2010,3(6):679-683. (in Chinese)

[22] 王斌. 亚波长介质光栅设计简化模式法的修正及相关研究[D]. 北京:中国科学院大学,2014.
WANG B. Modification and research on simplified modal method for dielectric subwavelength gratings design[D]. Beijing:University of Chinese Academy of Sciences,2014. (in Chinese)

作者简介:



朱春霖(1991—),男,吉林梅河口人,博士研究生,2014 年于北京理工大学获得学士学位,主要从事光栅湿法刻蚀等方面的研究。E-mail:zhuchunlin_optik@163.com

胡 昊(1990—),男,吉林松原人,博士研究生,2013 年于电子科技大学获得硕士学位,主要从事光栅湿法刻蚀方面的研究。E-mail:jiangbeihaoge@126.com

焦庆斌(1986—),男,辽宁丹东人,博士,助理研究员,2009 年于大连民族学院获得学士学位,2014 年于中国科学院长春光学精密机械与物理研究所获得博士学位,主要从事超声辅助湿法刻蚀等方面的研究。E-mail: voynichjqb@163.com

巴音贺希格(1962—),男,内蒙古鄂尔多斯人,博士,研究员,博士生导师,2004 年于中国科学院长春光学精密机械与物理研究所获得博士学位,主要从事光栅理论、光栅制作技术及光谱技术的研究。E-mail:bayin888@sina.com

谭　鑫(1981—),男,吉林长春人,博士,研究员,博士生导师,2003 年、2008 年于中国科学技术大学分别获得学士、博士学位,主要从事光栅设计制作技术及光学器件微细加工技术的研究。E-mail:xintan_grating@163.com