

DOI: 10.13718/j.cnki.xdzk.2017.06.027

# 近红外 MEMS 闪耀光栅的设计与制作<sup>①</sup>

聂秋玉<sup>1,2</sup>

1. 西南大学 电子信息工程学院, 重庆 400715; 2. 重庆大学 微系统研究中心, 重庆 400044

**摘要:** 利用硅的各向异性湿法腐蚀性质, 在偏晶向(111)硅基底材料上, 设计并制作了闪耀角为  $8^\circ$ 、周期为  $4\ \mu\text{m}$  的近红外闪耀光栅. 设计时考虑了光栅顶部平台对光栅衍射效率的影响, 修正了光栅的闪耀角. 制作时利用一次性氧化削尖的方法, 减少光栅顶部平台的宽度, 以提高光栅的衍射效率. 利用扫描电子显微镜(SEM)进行光栅形貌测试, 结果表明: 制作的光栅具有平滑的光学表面和良好的光栅槽形. 对光栅进行衍射效率测量, 当入射波长为  $1\ 392\ \text{nm}$  时, 衍射效率能达到  $70\%$  以上, 表明光栅具有很高的衍射效率, 能满足微型近红外光谱仪的使用要求.

**关键词:** 闪耀光栅; 微机电系统; 湿法各向异性刻蚀; 近红外

**中图分类号:** TN305.7

**文献标志码:** A

**文章编号:** 1673-9868(2017)06-0172-07

近红外光谱分析技术在现代农牧业、食品安全、生物医药、石油化工、环境监测、航空航天等领域都有非常重要而广泛的应用<sup>[1-5]</sup>. 作为近红外光谱分析检测仪器的微型近红外光谱仪, 本身具有体积小、质量轻、探测速度快、性能稳定、可集成化、可批量化制造以及成本低廉等优点, 与传统的近红外光谱仪相比有巨大差别和优势, 必然会成为国内外近红外光谱仪的研发方向与主流趋势. 而光栅是低成本、高性能微型近红外光谱仪的核心器件. 微型近红外光谱仪精度、灵敏度等关键问题主要取决于光栅的衍射效率与分辨率等关键技术.

光栅的传统制作方法有机械刻划法、全息干涉法、真空镀膜复制法等<sup>[6]</sup>. 随着微机电系统(MEMS)技术的发展与日趋成熟, 基于 MEMS 技术的光栅具有体积小、功耗低、成本低、可批量制造等优点, 成为 MEMS 技术的研究热点之一. 闪耀光栅作为衍射光栅的一种, 具有很高的衍射效率和光谱分辨力, 成为实用衍射光栅的主要类型. 以往在进行闪耀光栅的设计与分析时, 往往都将闪耀光栅的槽形看作标准的三角形<sup>[7-9]</sup>, 但这并不符合采用掩膜线进行湿法刻蚀制作 MEMS 光栅的实际情况. 因为掩膜线的宽度不可能做得无限窄, 经过湿法刻蚀之后, 光栅的顶端总会留有一个小平台, 该小平台使得光栅衍射面不连续, 从而降低了光栅的衍射效率. 所以在进行光栅设计时, 应该考虑该平台对光栅衍射效率的影响.

本文针对光谱范围为  $800\sim 1\ 800\ \text{nm}$  的微型近红外光谱仪, 利用偏晶向(111)硅片, 设计并制作了闪耀角为  $8^\circ$ 、周期为  $4\ \mu\text{m}$  的近红外闪耀光栅. 器件测试表明, 以偏晶向(111)硅片作为基底材料的 MEMS 光栅, 具有良好的光学反射率和镜面平整度, 从而具有较高的衍射效率, 能满足微型近红外光谱仪的使用要求.

## 1 设计原理

进行闪耀光栅设计时, 要决定的参数主要有光栅闪耀角和光栅周期. 光栅闪耀角由闪耀波长和光栅周

① 收稿日期: 2015-09-20

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(61327002); 中央高校基本科研业务费专项资助项目(XDJK2012C047).

作者简介: 聂秋玉(1978-), 女, 贵州毕节人, 讲师, 博士研究生, 主要从事 MEMS 技术、微扫描光栅技术的研究.

期决定,用公式表示为

$$\theta = \sin^{-1}\left(\frac{\lambda_b}{2d}\right) \quad (1)$$

其中,  $\theta$  为光栅闪耀角,  $d$  为光栅周期,  $\lambda_b$  为闪耀波长. 闪耀波长可以根据光谱工作范围来决定, 计算的经验公式为

$$\lambda_b = \lambda_{\min} + \frac{1}{4}(\lambda_{\max} - \lambda_{\min}) \quad (2)$$

其中,  $\lambda_{\min}$  为波长范围的下限,  $\lambda_{\max}$  为波长范围的上限. 本文的光栅是为光谱范围为 800~1 800 nm 的微型近红外光谱仪设计的, 由(2)式可计算出光栅闪耀波长为  $\lambda_b = 1\ 050$  nm. 光栅周期直接决定了光栅的可用波长范围. 当光栅闪耀角保持不变时, 光栅周期越大, 则工作波长越长. 综合考虑光栅的工作范围、光栅分辨率、光栅的闪耀角度等, 该光栅的光栅周期设为  $4\ \mu\text{m}$ (即光栅刻线为 250 线/mm). 根据光栅的闪耀波长和光栅周期, 由公式(1), 即可计算出光栅的闪耀角为  $\theta = 7.54^\circ$

如果光栅槽形为标准的三角形如图 1 所示,  $d$  为光栅周期,  $\theta$  为光栅闪耀角,  $b$  为光栅闪耀面宽度, 对周期为  $4\ \mu\text{m}$ 、闪耀角为  $7.54^\circ$  的光栅用 Pcgrate 软件进行衍射效率仿真, 结果如图 2 所示. 从图中可知, 在 800~1 800 nm 的光谱范围内, 光栅的平均衍射效率在 50% 以上, 最高点的衍射效率能达到 90%.

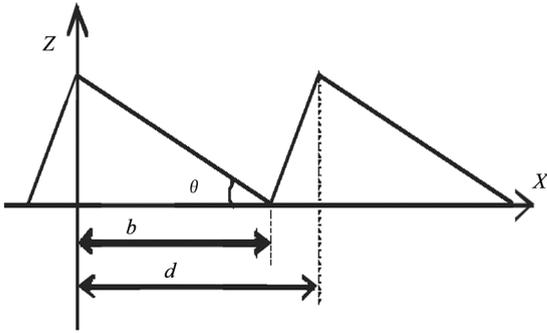


图 1 标准三角形光栅示意图

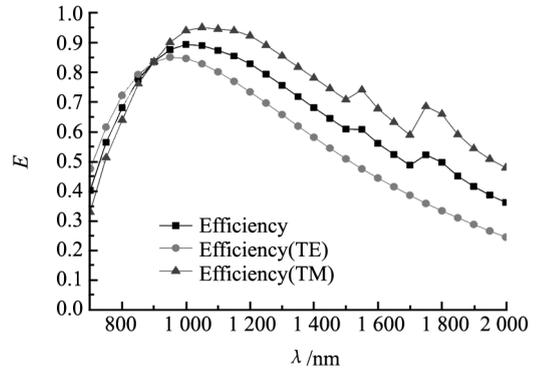


图 2 标准三角形光栅衍射效率

但是, 实际的光栅槽形并不是标准的三角形(图 3), 其顶端有一掩膜线留下的平台(称为脊, 其宽度用  $a$  表示), 该平台使得光栅衍射面不连续, 且减小了光栅闪耀面的宽度, 从而降低了光栅的衍射效率. 根据目前国内掩膜线制作的工艺水平, 掩膜线最小线宽可为 1 000 nm. 为此, 我们对闪耀角为  $7.54^\circ$ 、脊宽为 1 000 nm 的非标准三角形光栅进行衍射效率的仿真, 结果如图 4 所示. 从图中可以看出, 该光栅相比标准三角槽形光栅, 衍射效率下降了, 尤其在长波方向的衍射效率下降得较多. 故在进行光栅设计的时候, 必须考虑光栅顶端平台对衍射效率造成的影响, 应对光栅的闪耀角  $7.54^\circ$  进行修正.

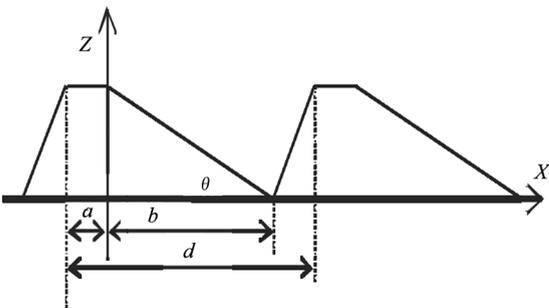


图 3 非标准三角形光栅示意图

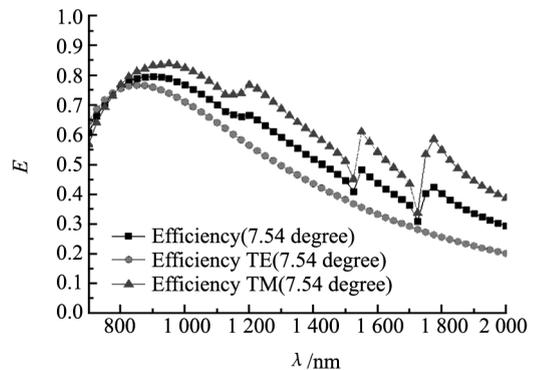


图 4 脊宽为 1 000 nm 的非标准三角形光栅的衍射效率

为了提高长波方向的衍射效率, 需要增大光栅的闪耀角度. 根据目前硅片生产厂家的加工条件, 偏晶向(111)硅片的最大切偏角(该角即为光栅的闪耀角)为  $8^\circ$ , 为此我们拟定光栅的闪耀角度为  $8^\circ$ . 在 MEMS 光栅制造的过程中, 可以通过 MEMS 的氧化工艺减少光栅的脊宽. 为此, 我们对闪耀角度为  $8^\circ$  的光栅在不同脊宽下进行衍射效率仿真, 并与闪耀角度为  $7.54^\circ$  的光栅在同等脊宽下进行衍射效率对比, 结果如图 5 所示.

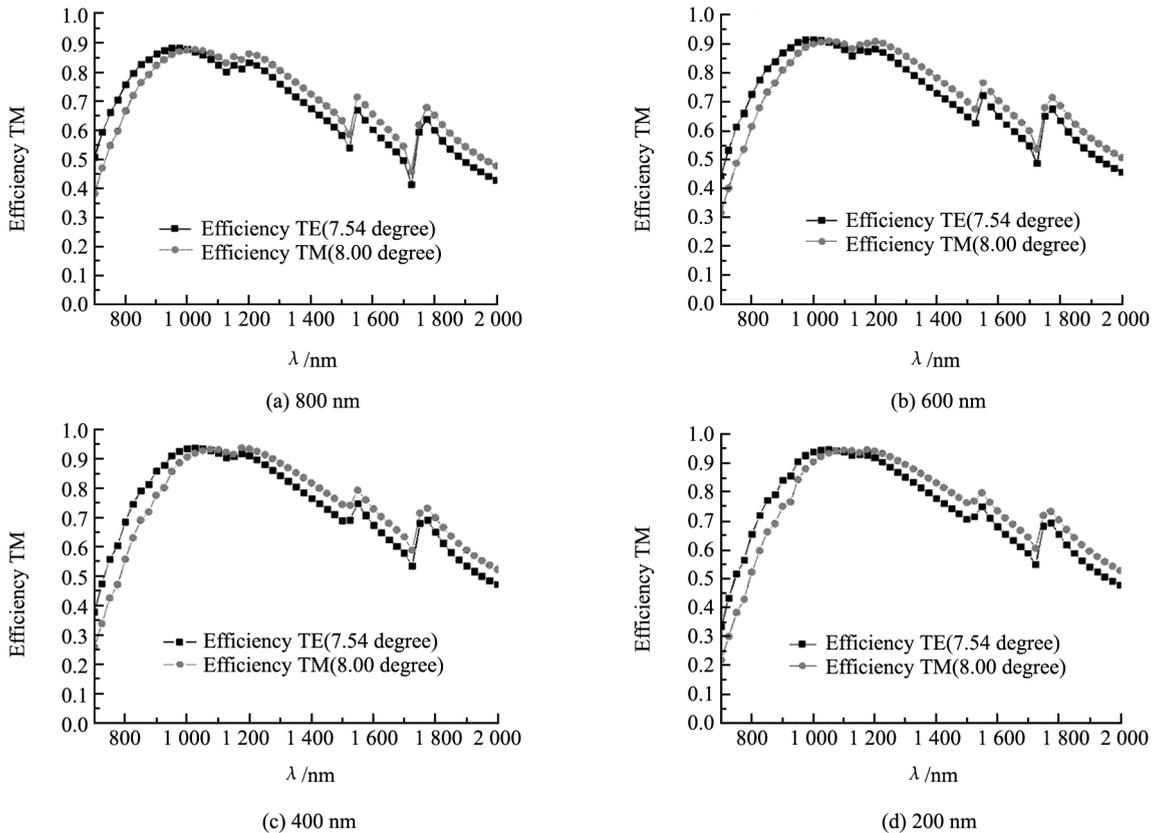


图 5  $7.54^\circ$ 和  $8^\circ$ 闪耀角非标准三角形光栅在同等脊宽下的衍射效率对比

从图 5 中可以看出, 在光栅脊宽大于 400 nm 时,  $8^\circ$  闪耀角光栅和  $7.54^\circ$  闪耀角光栅相比, 在短波方向的衍射效率有所下降, 但衍射效率值还是较大, 均在 56% 以上, 而在长波方向明显提高了光栅的衍射效率, 且在整个光谱范围内的最低衍射效率高于  $7.54^\circ$  闪耀角光栅的最低衍射效率. 实际的 MEMS 氧化工艺, 很难将光栅的脊宽减到 400 nm 以下. 因此, 在光谱范围 800~1 800 nm 内,  $8^\circ$  闪耀角光栅的衍射效率优于  $7.54^\circ$  闪耀角光栅, 最终确定光栅的闪耀角度为  $8^\circ$ .

## 2 器件制作

为了制作闪耀光栅, 在制作硅片时, 需要将(111)硅棒以  $[1\bar{1}10]$  晶向为轴, 相对于标准(111)面偏转一个角度进行切割, 该角度就等于光栅的闪耀角. 光栅可以利用 UV 光刻和各向异性湿法刻蚀来实现, 如图 6 所示. 制作好的硅片在 TMAH(四甲基氢氧化铵)等碱性溶液中腐蚀时, 不带  $\text{SiO}_2$  掩膜的硅表面将向下刻蚀, 当两个(111)面相交时刻蚀自停止, 这样就得到了三角槽形的闪耀光栅. 用这种方法, 选择合适的硅片切偏角, 即可方便地实现想要的闪耀角, 且光栅表面的光滑度可以由晶面来保证<sup>[10-13]</sup>.

利用掩膜线进行湿法刻蚀制作的闪耀光栅, 在光栅的顶端总会留有一个小平台. 对于这个平台, P. Philippe<sup>[11]</sup> 利用硅的各向同性湿法刻蚀来去除, 但这种方法容易造成光栅顶部变圆, 并且各向同性刻蚀

同样会对闪耀面进行腐蚀,从而增加闪耀面的粗糙度.李四华通过重复氧化削尖工艺来去除光栅面的平台<sup>[14]</sup>,由于光栅凸角处的氧化速率比光栅面的氧化速率快,这种方法在多次氧化的过程中也会使光栅顶部变圆.本文采用的方法为:硅片经过各向异性湿法刻蚀后,不去除顶端的氧化硅掩膜,然后进行一次氧化,直到氧化不能进行为止.由于光栅顶部覆盖有作为掩膜的氧化硅,氧化从两个(111)面向掩膜线的下方进行,从而使光栅顶端平台变窄,如图7所示.由于氧化只在(111)面进行,该方法并不会造成光栅顶部变圆,不会破坏光栅面的平整度,但是氧化生成的氧化硅覆盖在硅表面,会阻碍氧化的进一步进行,所以氧化到一定时间就会停止,光栅顶端的平台不能完全消除.

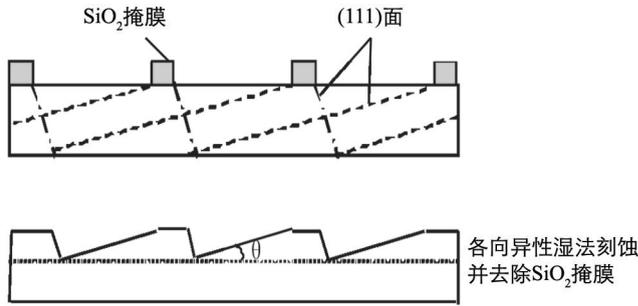


图6 偏晶向(111)硅片制作闪耀光栅的原理

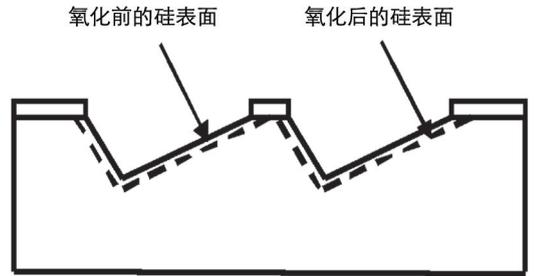


图7 氧化前后硅表面位置的变化

光栅制作的工艺流程如图8所示.(a)选取厚度为 $500\ \mu\text{m}$ 、偏离(111)硅晶面 $8^\circ$ 切割的n型(111)硅片作为基底,并把表面抛光;(b)在硅表面热氧化生长 $150\ \text{nm}$ 厚的 $\text{SiO}_2$ 薄膜;(c)在 $\text{SiO}_2$ 薄膜上涂覆光刻胶,经光刻、显影后,用HF酸去除裸露的 $\text{SiO}_2$ 薄膜,释放出光栅光学工作面的图形,然后去胶;(d)用浓度为25%的TMAH溶液,对硅片进行各向异性湿法刻蚀.当两个(111)面相交后腐蚀就会自停止,形成三角形的光栅槽形;(e)把经过刻蚀的光栅放入氧化炉中氧化4h左右,生长 $\text{SiO}_2$ 薄膜;(f)用HF酸溶液去除光栅表面的 $\text{SiO}_2$ 层,就得到了三角形的光栅槽形.最后一步,在光栅表面镀上一层金,以提高光栅的反射效率.

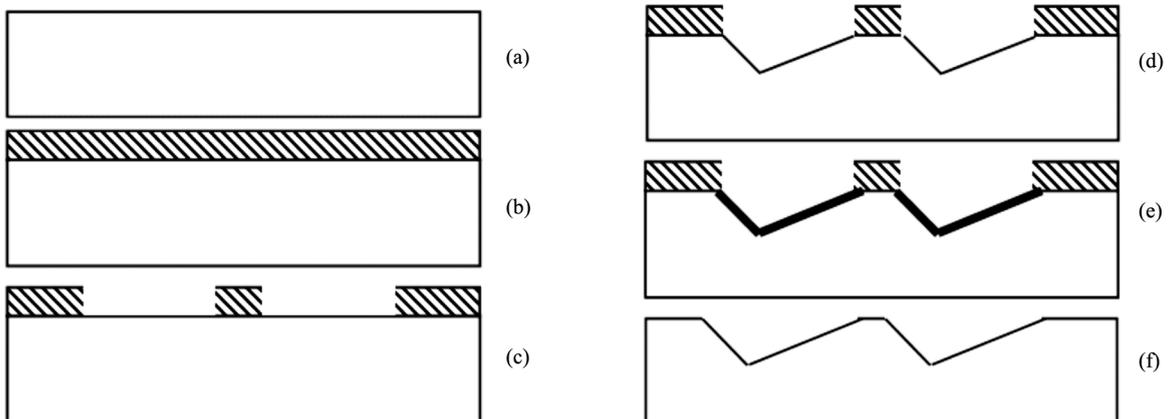
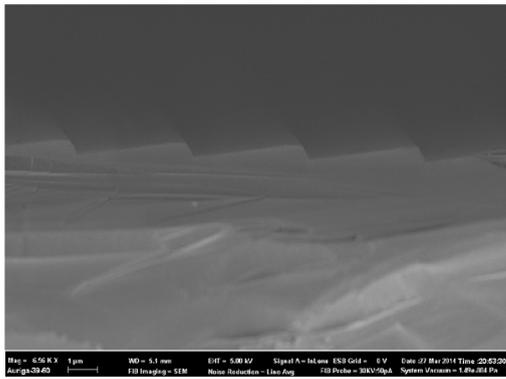
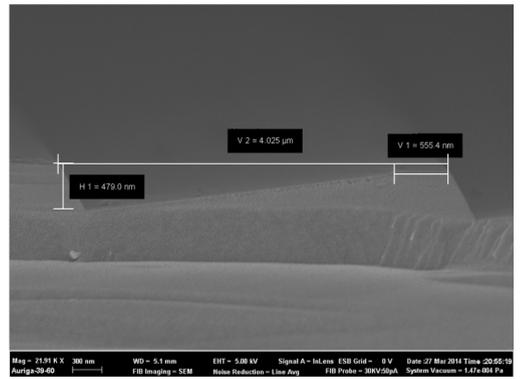


图8 MEMS闪耀光栅制作的工艺流程

对制造的光栅样片用扫描电子显微镜(SEM)进行测试,结果如图9所示.从图9(a)上可以清晰看到光栅具有平滑的光学表面和良好的光栅槽形.图9(b)显示了光栅参数的测试结果:光栅周期为 $4.025\ \mu\text{m}$ 、光栅平台宽度为 $555.4\ \text{nm}$ ,最大凹槽深度 $479.0\ \text{nm}$ .从测试结果可以看出,光栅样片的刻槽形状与设计的结果一致.



(a) 光栅的断面



(b) 光栅的结构参数

图 9 光栅的 SEM 照片

### 3 性能测试

衍射效率是光栅最重要的性能指标, 它反应了光谱仪器的能量特性. 衍射效率有绝对衍射效率和相对衍射效率. 对于反射式光栅, 通常测量其相对衍射效率, 相对衍射效率是指在给定波长和光谱级次的情况下, 光栅的衍射效率能量与一块具有与光栅相同孔径并且镀有与光栅相同膜层的反射镜反射同一波长时的能量之比. 即

$$\eta_{\lambda, k} = \frac{E_{\text{光栅}(\lambda, k)}}{E_{\text{反射镜}(\lambda)}} \quad (3)$$

其中,  $E_{\text{光栅}(\lambda, k)}$  ( $k=0, \pm 1, \pm 2, \dots$ ) 是波长为  $\lambda$  的  $k$  级衍射光的能量;  $E_{\text{反射镜}(\lambda)}$  是波长为  $\lambda$  的反射光的能量.

光栅衍射效率的测试原理如图 10 所示. 半导体激光器发出的光经准直后入射到 MEMS 光栅(或参考反射镜)上, 经光栅衍射(或反射镜反射)后, 进入光功率计, 辐射强度被光功率计所探测.

实验测试装置如图 11 所示. 实验中使用了波长为 1 392 nm 的近红外激光器作为光源. 由于光栅具有极强的偏振效应, 因而在测试的过程中, 注意光栅刻槽方向与激光的偏振方向相匹配, 即偏振光的电矢量应垂直于光栅刻槽<sup>[6]</sup>. 激光入射到光栅上时, 应当通过三维调节架对光栅和光功率计的探头进行调节, 使光栅处于最佳位置处时, 光功率计上衍射光的强度能够准确的达到最大值.

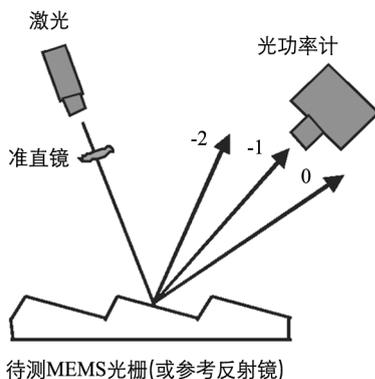


图 10 光栅衍射效率测试原理

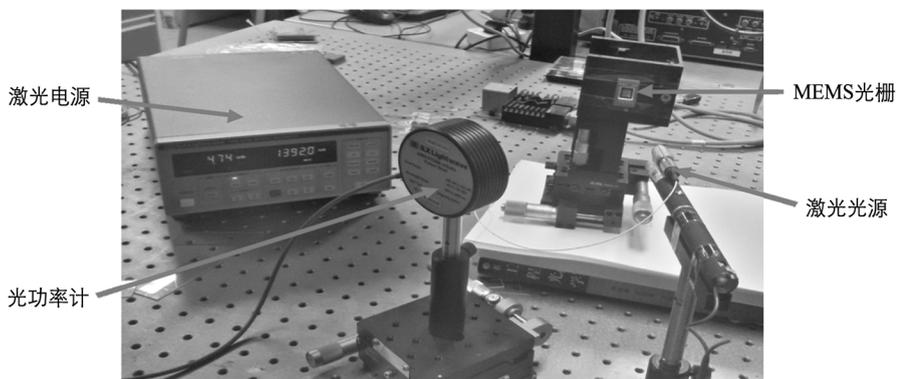


图 11 光栅衍射效率测试的实验装置

表 1 列出了激光波长为 1 392 nm 时各级次的衍射效率. 受探测器装置的限制, 未能探测到正级次的衍射光. -2 级次以下的衍射光可以探测到, 但是由于能量太低, 淹没在噪声之中了. 从测试结果可以看出,

光栅的-1 级衍射效率明显比其他级高出许多,说明光的大部分能量都被集中衍射到-1 级次上,此光栅具有很好的闪耀特性.

表 1 光栅衍射效率测试结果

衍射级次	0	-1	-2
衍射效率/%	13.0	71.4	3.2

在 1 392 nm 入射波长点,对光栅衍射效率的仿真值和实测值进行比较,结果如表 2 所示.可以得知,光栅样片衍射效率的仿真值和实测值吻合良好.对-1 级衍射光,误差只为 8.6%.

表 2 1 392 nm 波长点衍射效率的仿真值和实测值比较

	0 级	-1 级衍射	-2 级衍射
仿真值/%	8.13	77.56	2.37
实测值/%	13.02	71.41	3.16

## 4 结 论

MEMS 光栅是低成本、高性能微型近红外光谱仪的核心器件.本文利用硅的各向异性湿法腐蚀性质,在偏晶向(111)硅基底材料上制作了闪耀角为  $8^\circ$ 、周期为  $4 \mu\text{m}$  的近红外闪耀光栅.由于光刻掩膜线的宽度不可能做得无限窄,经过湿法刻蚀之后,光栅的顶端总会留有一个小平台.本文在进行光栅设计时,考虑了光栅顶部平台对光栅衍射效率的影响,对光栅的闪耀角进行了修正.并提出了一次性氧化削尖的方法,在光栅制作时减少光栅顶部平台的宽度,增加光栅的闪耀面,改善闪耀光栅的衍射效率.最后对光栅进行了衍射效率测试,当入射波长为 1 392 nm 时,衍射效率能达到 70% 以上.实验结果表明,此光栅具有很高的衍射效率,能满足光谱范围为  $800 \sim 1\ 800 \text{ nm}$  的微型近红外光谱仪的使用要求.

## 参考文献:

- [1] 陆婉珍,袁洪福,徐广通,等.现代近红外光谱分析技术[M].2版.北京:中国石化出版社,2007.
- [2] 徐广通,袁洪福,陆婉珍.现代近红外光谱技术及应用进展[J].光谱学与光谱分析,2000,20(2):134-142.
- [3] 祝诗平,梁晶,屠大伟,等.基于近红外光谱与 DPLS 的溜水油快速鉴别方法[J].西南大学学报(自然科学版),2012,34(5):1-6.
- [4] 罗清.青藏高原季节湖土壤光谱特征研究[J].西南大学学报(自然科学版),2012,34(7):76-81.
- [5] EHLIS A C, SCHNEIDER S, DRESLER T, et al. Application of Functional Near-Infrared Spectroscopy in Psychiatry [J]. NeuroImage, 2014, 85: 478-488.
- [6] 祝绍箕,邹海兴,包学诚,等.衍射光栅[M].北京:机械工业出版社,1988.
- [7] 赵博,晏磊,李颜青,等.闪耀光栅的傅里叶分析[J].光学技术,2001,27(2):103-105,108.
- [8] 张耀举,危书义.锯齿型闪耀光栅的衍射光强[J].河南师范大学学报(自然科学版),2002,30(1):47-49.
- [9] 樊叔维,周庆华.闪耀光栅的衍射特性研究[J].激光技术,2010,34(1):41-44.
- [10] FUJII Y, AOYAMA K, MINOWA J. Optical Demultiplexer Using a Silicon Echelette Grating [J]. IEEE Journal of Quantum Electronics, 1980, 16(2): 165-169.
- [11] PHILIPPE P, VALETTE S, MATA MENDEZ O, et al. Wavelength Demultiplexer: Using Echelette Gratings on Silicon Substrate [J]. Appl Opt, 1985, 24(7): 1006-101.
- [12] VORONOV D L, WARWICK T, YASHCHUK V V, et al. High-Efficiency 5000 Lines/mm Multilayer-Coated Blazed

Grating for Extreme Ultraviolet Wavelengths [J]. *Optics letters*, 2010, 35(15): 2615–2617.

[13] 鞠 挥, 张 平, 王淑荣, 等. 偏晶向(1 1 1)硅片闪耀光栅的制作 [J]. *光子学报*, 2004, 33(6): 755–757.

[14] 李四华, 吴亚明, 韩晓峰. 改善 MEMS 闪耀光栅衍射效率的研究 [J]. *光电工程*, 2004, 31(5): 24–27, 37.

## The Design and Fabrication of an NIR-MEMS Blazed Grating

NIE Qiu-yu<sup>1,2</sup>

1. *School of Electronic and Information Engineering, Southwest University, Chongqing 400715, China;*

2. *Microsystem Research Center, Chongqing University, Chongqing 400044, China*

**Abstract:** A near infrared blazed grating with a grating constant of 4  $\mu\text{m}$  and a blazed angle of was designed and fabricated on off-cut silicon (111) wafers. In order to improve the diffraction efficiency of gratings, the blazed angle of the grating was revised and the means of oxidation sharpness was used to cut down the stripes between the grooves of gratings. A scanning electron microscope (SEM) was used to analyze the grating surface. The experimental results showed that the grating samples had good uniformity grooves and grating facets of excellent optical quality. Diffraction efficiency measurement showed that the grating could offer above 70% diffraction efficiency at the wavelength of 1392 nm. It is concluded that the blazed gratings fabricated by this method have high diffraction efficiency and can be used in near infrared micro-spectrometers.

**Key words:** blazed grating; micro-electro-mechanical system (MEMS); anisotropic wet etching; near infrared

责任编辑 汤振金

