

## РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДА ФОРМИРОВАНИЯ МИКРОРЕЛЬЕФА ДОО В САПФИРОВЫХ ПОДЛОЖКАХ

*А.В. Волков, О.Г. Истинова, Н.Л. Казанский, Г.Ф. Костюк  
Институт систем обработки изображений РАН  
Самарский государственный аэрокосмический университет*

### *Аннотация*

Предложен и реализован метод формирования фазового микрорельефа сапфировых (лейкосапфировых) дифракционных оптических элементов (ДОО). С использованием данного метода изготовлена и исследована бинарная структура на сапфировой подложке, работающая в ультрафиолетовом диапазоне как дифракционная линза с фокусным расстоянием  $f \approx 50$  мм. Показано, что сапфир в качестве материала подложки ДОО является реальной альтернативой кварцевым пластинкам и алмазоподобным пленкам. Осуществлен выбор параметров формирования заданного микрорельефа в сапфировых подложках на основе ионно-химического травления в среде Хладона-14.

### *Введение*

В настоящее время широкое использование мощных лазеров сформировало насущную потребность в использовании ДОО, функционирующих при высоких интенсивностях излучения. Это предъявляет особые требования к материалам подложек, на которых сформированы ДОО. Такими требованиями являются:

1. Высокий коэффициент пропускания подложки в рабочем диапазоне длин волн ДОО.
2. Высокая допустимая рабочая температура материала подложки ДОО.
3. Химическая инертность материала подложки при работе при повышенных температурах на воздухе.
4. Высокая теплопроводность материала подложки ДОО.
5. Высокая технологичность материала подложки при формировании на ее поверхности заданного микрорельефа.

Подобрать материал подложки ДОО, удовлетворяющий всем перечисленным выше требованиям, достаточно сложно, целый ряд материалов в той или иной степени им соответствует, например: подложки, изготовленные из природных или искусственных алмазов, алмазоподобной керамики, сапфира и различных марок кварцевых стекол. В работах [1-4] достаточно подробно изложены результаты исследований ДОО, изготовленных на алмазоподобных пленках, стекле и кварце. Наиболее перспективным материалом для изготовления ДОО мощных лазеров ИК-диапазона, на наш взгляд, являются алмазные и алмазоподобные подложки. Подложки, изготовленные из природных монокристаллов алмаза, имеют ряд уникальных свойств: самую высокую среди известных веществ теплопроводность, достигающую значения  $\chi \approx 1500 \text{ Вт}/(\text{м} \cdot \text{К})$  (для сравнения – у серебра  $\chi \approx 450 \text{ Вт}/(\text{м} \cdot \text{К})$ ), весьма широкий диапазон прозрачности – от видимого до ИК, высокий коэффициент преломления ( $n=2,38 \div 2,42$  для  $\lambda=10,6$  мкм), химическую инертность и т.д. Однако основными недостатками таких подложек являются их

весьма высокая стоимость и ограниченность размеров. Подложки, изготовленные из искусственных алмазов, хотя и приближаются по своим характеристикам к природным (коэффициент теплопроводности  $\chi \approx 900 \text{ Вт}/(\text{м} \cdot \text{К})$ ), однако максимальная масса алмазов промышленного изготовления составляет приблизительно один карат, а размеры кристаллов не превышают  $0,8 \div 1$  мкм, что явно недостаточно для изготовления подложек ДОО.

Подложки, изготовленные из алмазной керамики (алмазоподобные), имеют характеристики более скромные, чем у природных алмазов, например: теплопроводность таких поликристаллических структур  $\chi \approx 180 \text{ Вт}/(\text{м} \cdot \text{К})$  [5]. Кроме того, стоимость таких подложек также высока.

Применение для изготовления ДОО различных марок кварцевого стекла также ограничено из-за его низкой теплопроводности ( $\chi \leq 1 \text{ Вт}/(\text{м} \cdot \text{К})$ ), хотя подложки, изготовленные из плавленого кварца, достигают значительных размеров при хорошей чистоте поверхности (до 14 и 15 классов) и приемлемых оптических характеристиках. Рабочий диапазон температур подложек из кварца и алмазной керамики не превышает  $800 \div 900$  °С.

Возможной альтернативой перечисленным выше материалам для подложек ДОО может быть сапфир.

### *1. Сапфир. Методы получения и свойства*

Сапфир представляет собой природную или синтетическую монокристаллическую окись алюминия  $\alpha$  -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , структура которого относится к классу тригональной симметрии  $\bar{3}m$  (рис. 1). В связи с этим значения ряда важных характеристик (коэффициент теплопроводности, диэлектрическая проницаемость, тепловой коэффициент линейного расширения и т.д.) зависят от выбора кристаллографической ориентации заготовок для подложек. Лейкосапфир представляет собой бесцветный синтетический монокристалл  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (сапфира), содержащий не более  $10^{-4}\%$  примесей [8].

Современные технологические процессы позволяют выращивать крупногабаритные кристаллы

лейкосапфира со строго заданной кристаллографической ориентацией, что обеспечивает изготовление подложек большой площади с воспроизводимыми физическими параметрами.

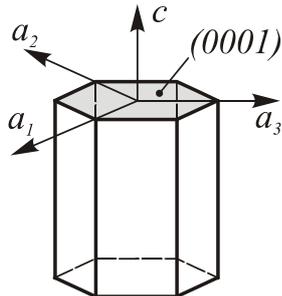


Рис. 1. Кристаллическая структура окиси алюминия ( $Al_2O_3$ )

Из известных методов кристаллизации лейкосапфира необходимо выделить три основных, которые в настоящее время определяют уровень технологии получения заготовок для лейкосапфировых подложек: метод горизонтальной направленной кристаллизации, метод Киропулоса (выращивание на затравку из расплава) и метод Степанова [6].

Метод горизонтальной направленной кристаллизации из расплава  $Al_2O_3$  позволяет получать пластины лейкосапфира больших размеров (до 300x300x50 мм), удобные для изготовления прямоугольных подложек стандартных размеров. Этот метод характеризуется простотой и хорошей воспроизводимостью, причем качество промышленных кристаллов не уступает природным.

Кристаллизация лейкосапфира методом Киропулоса позволяет получать крупные кристаллы в форме булей диаметром до 300 мм и высотой 150-170 мм. Этот метод представляет собой одну из разновидностей метода Чохральского (выращивание булей монокристаллического кремния) и позволяет получать крупные кристаллы лейкосапфира высокого качества.

Метод Степанова позволяет получать профилированный лейкосапфир. Кристалл выращивается из пленки расплава окиси алюминия при использовании Mo или W формообразователя. Этот метод позволяет получать лейкосапфировые ленты шириной 50÷80 мм, толщиной 0,5÷2,5 мм и длиной до 1 м.

Рассмотренные методы кристаллизации позволяют получать монокристаллы лейкосапфира с совершенной структурой. На основе таких кристаллов изготавливаются подложки с высокой точностью и широким диапазоном размеров, идеальной поверхностью, повышенной стабильностью физико-химических свойств. Кроме того, монолитность, высокая термическая и химическая стойкость лейкосапфировых подложек позволяют использовать этот материал в достаточно жестких условиях.

Оптические и физико-химические свойства подложек на основе лейкосапфира описываются следующими параметрами: диапазон прозрачности – от 0,17 мкм до 6,5 мкм; коэффициент преломления при  $\lambda=1\text{ мкм}$  -  $n=1,756$ , при  $\lambda=0,633\text{ мкм}$  -  $n=1,766$  [7];

твердость по шкале Мооса - 9 ед.; плотность  $\rho=3,98\text{ г/см}^3$  (при 20°C); температура плавления - 2040°C; допустимая рабочая температура в воздухе, вакууме, аргоне, азоте - до 1900°C [6].

Удельная теплопроводность кристаллов  $\alpha-Al_2O_3$  также достаточно высока [7], а в ее зависимости от температуры наблюдается максимум в области  $T=40\text{ К}$  (рис. 2). При температуре жидкого азота теплопроводность  $\alpha-Al_2O_3$  превышает даже теплопроводность меди.

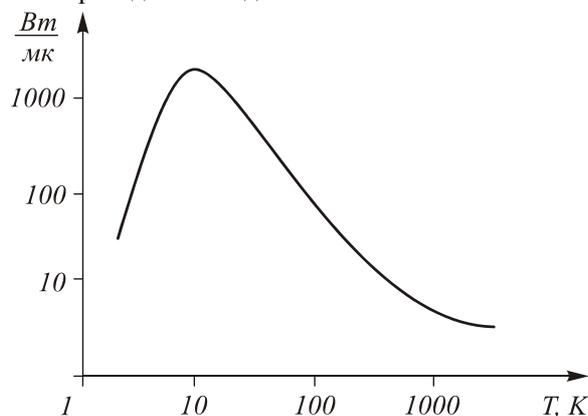


Рис. 2. Температурная зависимость удельной теплопроводности  $\alpha-Al_2O_3$

Технология промышленного изготовления высококачественных подложек из лейкосапфира достаточно хорошо освоена, и цена их гораздо ниже цен на подложки, изготовленные из алмазоподобной керамики.

## 2. Технология формирования микрорельефа ДОО в сапфировых подложка

Предлагаемый метод формирования микрорельефа ДОО в сапфировых подложках состоит из нескольких этапов. На первом этапе на сапфировый диск диаметром 25 мм и толщиной 3 мм, прошедший стандартную предварительную химическую очистку, в вакууме с  $P_{\text{ост}}=8 \cdot 10^{-6}$  тор ( $1,1 \cdot 10^{-3}$  Па) методом термического напыления с молибденового резистивного напылителя на установке УВН-74ПЗ напылялась сплошная пленка хрома с удельным поверхностным сопротивлением  $\rho_S=10\text{ Ом/}\square$  и толщиной  $d \approx 0,3\text{ мкм}$ . Затем, на полученную пленку хрома методом центрифугирования ( $n=3000\text{ об/мин}$ ) наносился фоторезист марки ФП-051к. После этого полученный фоторезистивный слой подвергался сушке в термостате при  $T=80 \div 90^\circ\text{C}$  в течение 15÷20 мин. Экспонирование полученного фоторезистивного слоя проводилось через хромовый фотошаблон на установке ЭМ-5006. Проявление фоторезиста осуществлялось в стандартном слабом растворе КОН. После «дублирования» фоторезистивной маски при  $T=140^\circ\text{C}$  в течение 40÷50 мин проводилось травление хрома через полученную маску фоторезиста. В качестве травителя хрома был использован раствор сернистого церия  $Ce(SO_4)_2$ . Таким образом, на первом этапе на подложке из сапфира получалась необходимая двух-

слоиная защитная маска, состоящая из Сг толщиной  $d_{Cr} \approx 0,3$  мкм, и фоторезиста толщиной  $d_{фр} \approx 1$  мкм.

На втором этапе проводилось ионно-химическое травление сапфира на установке УТП ПДЭ-125-009 («ИНТРА»). Предварительно, для выбора параметров травления и подбора стабильных режимов работы генератора высокой частоты (ГВЧ), а именно – согласования режимов с реакционной камерой, получения максимальной отдаваемой мощности и уровня магнитного поля, исследования проводились на поликристаллической подложке  $Al_2O_3$  (поликоре). В результате такого поиска была достигнута скорость травления поликора в среде  $CF_4$  (хладон-14) порядка  $130 \text{ \AA/мин}$ . Полученные режимы травления поликристаллической подложки  $Al_2O_3$  позволили с меньшими материальными и временными затратами отработать режимы травления сапфира.

В результате исследований травление сапфировой подложки проводилось ионно-химическим методом на установке «ИНТРА» в среде хладона-14 ( $CF_4$ ). При этом остаточное давление в реакционной камере установки (до травления) было не более  $1,5 \cdot 10^{-2}$  Па, рабочее давление газа  $CF_4$  находилось на уровне  $2,4 \cdot 10^{-1}$  Па, напряжение автоматического смещения на столике с образцом  $U_{см} \approx 300$  В, ток электромагнитов  $I_{эм} \approx 0,53$  А, подводимая к реакционной камере полезная ВЧ мощность  $P_{ВЧ} \approx 550$  Вт,  $f_{ВЧ} = 13,56$  МГц. Время травления сапфира в таком режиме через двойную маску Сг – ФР было около 30 мин, при этом глубина травления подложки составила чуть менее 0,3 мкм. После этого в растворе серноокислого церия были удалены остатки хромовой маски и таким образом получен необходимый микрорельеф (бинарная структура) на поверхности сапфировой подложки.

### 3. Полученные результаты

С использованием предлагаемого подхода была изготовлена бинарная структура на сапфировой подложке, работающая на  $\lambda = 0,45$  мкм, как дифракционная линза с фокусным расстоянием приблизительно 50 мм. Толщина сапфировой подложки составила 3 мм, диаметр – 26 мм.

Исследование микрорельефа полученной структуры проводилось на сканирующем туннельном микроскопе P4-SPM-MDT. Фрагмент микрорельефа, сформированного в сапфировой подложке, представлен на рис. 3.

Профилограмма микрорельефа бинарной структуры, полученная с помощью того же туннельного микроскопа, но работающего в режиме профилографа – профилометра, показана на рис. 4, а на рис. 5 представлен фрагмент профилограммы микрорельефа бинарной линзы, синтезированной для работы в ближнем ИК-диапазоне ( $\lambda = 1$  мкм). Высота изготовленного рельефа дифракционной линзы ближнего ИК-диапазона превысила 0,6 мкм, период – 6,3 мкм. Время травления – 65 мин, ско-

рость травления сформированной подложки – около  $100 \text{ \AA/мин}$ .

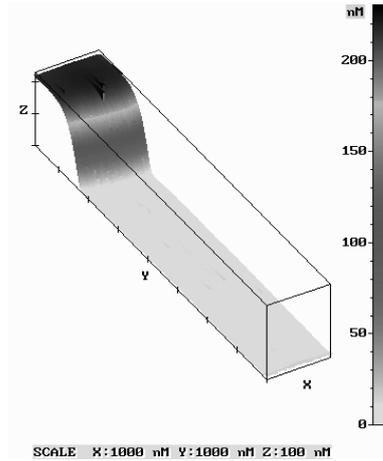


Рис. 3. Фрагмент микрорельефа, сформированного в сапфировой подложке

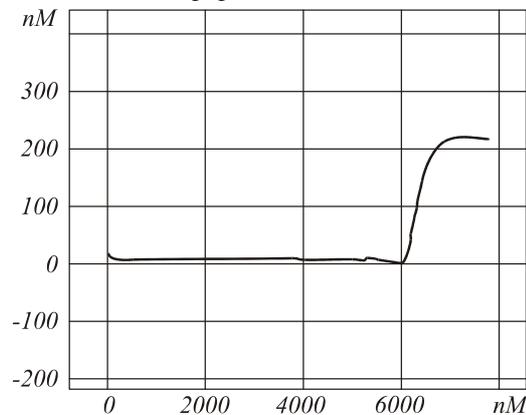


Рис. 4. Профилограмма микрорельефа, представленного на рис. 3

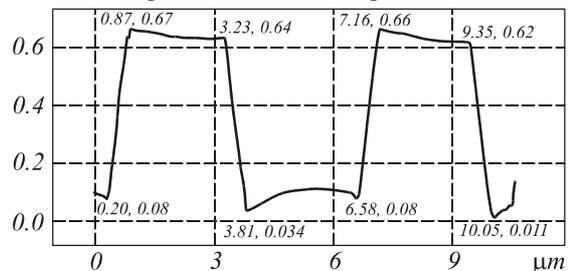


Рис. 5. Профилограмма микрорельефа дифракционной линзы, записанная с помощью сканирующего зондового микроскопа (Ширина зоны: 6,29 мкм.

Углы травления:

левые стенки –  $tg = 1,01$ ;  $tg = 1,005$ .

правые стенки –  $tg = 1,037$ ;  $tg = 0,87$ .

Ширина верхних ступенек: – 2,36 и 2,19 мкм.

Ширина дна – 2,77 мкм)

### Заключение

На основе проведенных исследований предложен подход и отработаны технологические режимы формирования микрорельефа ДОО в сапфировых подложках. Анализ сформированного бинарного микрорельефа позволяет сделать вывод о перспектив-

ности использования этого материала при изготовлении ДОО для различных диапазонов длин волн – от ультрафиолетового до инфракрасного.

Дальнейшие исследования будут посвящены формированию на сапфировых подложках многоградационного микрорельефа дифракционных оптических элементов.

### *Литература*

1. Головашкин Д.П., Дюпарре М., Павельев В.С., Сойфер В.А. Моделирование прохождения ИК-излучения через алмазную дифракционную линзу с субволновыми технологическими погрешностями микрорельефа // Компьютерная оптика, 2001, вып. 21, С.131-133.
2. Кононенко В.В., Конов В.И., Пименов С.М., Прохоров А.М., Казанский Н.Л., Павельев В.С., Сойфер В.А. Исследование алмазной дифракционной цилиндрической линзы // Компьютерная оптика, 1999, Вып. 19. С.102-105.
3. Волков А.В., Казанский Н.Л., Успенев Г.В. Изготовление и экспериментальное исследование фокусаторов в кольцо и две точки // Компьютерная оптика, 1999, Вып. 19. С.132-136.
4. Волков А.В., Досколович Л.Л., Казанский Н.Л., Успенев Г.В., Занелли А. Создание и исследование бинарных фокусаторов для мощного ND-YAG лазера // Компьютерная оптика, 2000, Вып. 20. С.84-89.
5. Мишкаренко Ю.Н. Высокотеплопроводные материалы в электронике СВЧ // Обзоры по электронной технике. Серия 6. Материалы, Вып. 4(1349). М. ИНИИ «Электроника». 1988.
6. Батыгина Э.И., Батыгин В.Н., Бравинский В.Г., Котюргина О.А, Куликов В.И. Диэлектрические подложки для интегральных схем СВЧ // Обзоры по электронной технике. Серия 1. «Электроника СВЧ», Вып. 4(703). М. ИНИИ «Электроника». 1980.
7. Справочник по электротехническим материалам. Под ред. Ю.В. Корицкого, В.В. Пасынкова, Б.М. Токарева. Т.3, Л.: Энергия, 1976. С.748, 772-773.
8. Большой энциклопедический словарь. Т.2 Под ред. А.М. Прохорова. М.: Сов. Энциклопедия, 1991. С. 654.

# Research and development of technology of DOE microrelief formation on sapphire substrates

A.V. Volkov<sup>1,2</sup>, O.G. Istinova<sup>2</sup>, N.L. Kazanskiy<sup>1,2</sup>, G.F. Kostyuk<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Image Processing Systems Institute of RAS

<sup>2</sup>Samara State Aerospace University

## Abstract

A method for the formation of the phase microrelief of sapphire (leucosapphire) diffractive optical elements (DOE) has been proposed and implemented. Using this method, a binary structure on a sapphire substrate was produced and investigated, this structure operates in ultraviolet range as a diffractive lens with a focal length of  $f \approx 50$  mm. It is shown that sapphire is a real alternative to quartz plates and diamond-like films when used as a DOE substrate material. The parameters were chosen for the formation of a given microrelief on sapphire substrates on the basis of ion-chemical etching in Freon-14.

**Keywords:** DOE, on sapphire substrate, binary structure, ultraviolet range, quartz plate, Freon-14.

**Citation:** Volkov AV, Istinova OG, Kazanskiy NL, Kostyuk GF. Research and development of technology of DOE microrelief formation on sapphire substrates. *Computer Optics* 2002; 24: 70-73.

## References

- [1] Golovashkin DL, Duparré M, Pavelyev VS, Soifer VA. Simulating the transmission of IR radiation through a diamond diffractive lens with subwavelength microrelief technological errors [In Russian]. *Computer Optics* 2001; 21: 131-133.
- [2] Kononenko VV, Konov VI, Pimenov SM, Prokhorov AM, Kazanskiy NL, Pavelyev VS, Soifer VA. Studies of diamond diffractive cylindrical lens [In Russian]. *Computer Optics* 1999; 19: 102-105.
- [3] Volkov AV, Kazanskiy NL, Usplenyev GV. Production and investigational study of focusators into a ring and two points [In Russian]. *Computer Optics* 1999; 19: 132-136.
- [4] Volkov AV, Doshkolovich LL, Kazanskiy NL, Usplenyev GV, Zanelly A. Creation and study of binary focusing devices for a high-power ND-YAG laser [In Russian]. *Computer Optics* 2000; 20: 84-89.
- [5] Mishkarenko YN. Highly heat-conductive materials in microwave electronics [In Russian]. Moscow: "CNII Elektronika" Publisher; 1988.
- [6] Batygina EI, Batygin VN, Bravinsky VG, Kotyurgina OA, Kulikov VI. Dielectric substrates for microwave integrated circuits [In Russian]. Moscow: "CNII Elektronika" Publisher; 1980.
- [7] Koritskiy YV, Pasinkov VV, Tareev BM, eds. Handbook of electrical materials [In Russian]. Leningrad: "Energiya" Publisher; 1976; 3: 748, 772-773.
- [8] Prokhorov AM. Big encyclopedic dictionary [In Russian]. Moscow: "Sovetskaya Enciklopediya" Publisher; 1991; 2: 654.