

## Si 衬底表面圆柱形抗反射周期微结构的设计及制作

董亭亭<sup>1</sup>, 付跃刚<sup>1</sup>, 陈 驰<sup>2</sup>, 张 磊<sup>1</sup>, 马辰昊<sup>1</sup>, 赵 玄<sup>1</sup>

- (1. 长春理工大学 光电工程学院, 长春 吉林 130022;
2. 华中光电技术研究所-武汉光电国家实验室, 武汉 湖北 430223)

**摘 要:** 应用严格耦合波分析方法(RCWA), 在本征硅片衬底表面设计并制作了一种圆柱形抗反射微结构元件。通过 MATLAB 软件模拟仿真确定其最优参数组合, 使反射率设计值为 3%。应用二元曝光技术和反应离子刻蚀技术制作了单面和双面的圆柱形微结构, 根据结果得到射频功率、气体流量及工作气压对微结构侧壁陡直度及形貌具有很大影响。还分析比较了形状( $t$  为实际柱顶面直径与底面直径之比)与反射率的关系。采用热场发射扫描电子显微镜对该结构进行形貌表征, 综合显微成像红外光谱仪对反射率进行测量。实验结果: 制作了单面、双面微结构与无结构本征硅片反射率做比较双面圆柱形微结构的抗反射效果最好, 反射率达 8% 左右, 基本达到抗反射设计要求。

**关键词:** 严格耦合波分析方法(RCWA); 圆柱形微结构; 反应离子刻蚀; 反射率

**中图分类号:** O485; TN305 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3788/IRLA201645.0622002

## Design and manufacture of columned antireflective periodic microstructures on the surface of Si substrate

Dong Tingting<sup>1</sup>, Fu Yuegang<sup>1</sup>, Chen Chi<sup>2</sup>, Zhang Lei<sup>1</sup>, Ma Chenhao<sup>1</sup>, Zhao Xuan<sup>1</sup>

- (1. School of Opto-Electronic Engineering, Changchun University of Science and Technology, Changchun 130022, China;
2. Huazhong Institute of Electro-Optics-Wuhan National Laboratory for Optoelectronics, Wuhan 430223, China)

**Abstract:** Based on the rigorous couple-wave analysis (RCWA) method, columned antireflective microstructure on surface of Si substrate though the MATLAB software was optimized and antireflective effect combination structure parameters were obtained, and periodic two-dimensional array of cylindrical micro-structure expression was deduced, so that the reflectance of the design value was 3%. The single and double microstructure were fabricated by reactive ion etching and binary exposure technology, and its surface topography was analyzed by thermal field emission scanning electron microscopy (SEM), combined with infrared imaging spectrometer for measurement and analysis of its production structure. The results reveal that the reactive gas flow rate, Radio Frequency (RF) power and chamber pressure are critical for the morphology of the microstructure and the steepness of sidewall. The effect of profile shape of the anti-reflective properties in actual manufacturing process was discussed, and its surface topography was analyzed by thermal field emission scanning electron microscopy (JSM-7800F), combined with infrared

收稿日期: 2015-10-11; 修订日期: 2015-11-23

基金项目: 国家自然科学基金(61108044); 吉林省自然科学基金(20150101038JC)

作者简介: 董亭亭(1986-), 女, 博士生, 主要从事仿生光学、微纳加工制造方面的研究。Email: dong\_tingting\_good@126.com

导师简介: 付跃刚(1972-), 男, 教授, 博士生导师, 博士, 主要从事仿生光学与光学测量等技术方面的研究。Email: fuyg@cust.edu.cn

imaging spectrometer (Spotlight 400) for measurement and analysis of its production structure. The experimental results illustrate that the double-sided columned microstructure can have excellent average anti-reflective rate preferably about 8%. Basic design reaches the design requirements.

**Key words:** rigorous coupled wave analysis(RCWA); cylindrical microstructure; RIE; reflectance

## 0 引言

近年来,随着微纳光学技术飞速发展,亚波长微结构逐步走进人们视野。此种微结构可通过激光直写、干法刻蚀等方法加工而成,此结构不受材料限制,环境适应性完全取决于衬底材料本身,可以有效克服薄膜材料热膨胀不稳定,粘附性差等问题。而研究理论采用矢量衍射理论作为支撑,因为亚波长微结构尺寸小于或等于波长,标量衍射理论已经不再适用,文中采用严格耦合波分析方法(RCWA)为理论基础<sup>[1-2]</sup>,此方法具有通用性强、计算精度高等特点而被广泛采用。目前,国内外在亚波长结构设计制造方面都做了大量工作,且在电子用途和太阳能电力等方面已经取得了很大成果<sup>[3-9]</sup>,利用表面周期微纳结构能够在硅材料吸收波段将反射率降低至 6%~10%<sup>[9-11]</sup>。可实现 3~5 μm 波段范围抗反射性能的面形有多种,例如正弦面形、矩形和半圆形光栅等,且不同面形的抗反射特性存在一定差异<sup>[12-15]</sup>。为了更好地制作圆柱形微结构,分析比较了形状( $t$  为实际柱顶面直径与底面直径之比)对反射率的影响,而二维圆柱形微结构具有易制作且用途广泛等优点,因此文中以圆柱形微结构为基本模型,利用光栅衍射瑞利展开形式推导出各级衍射波消逝条件,并应用严格耦合波分析方法进行数值计算仿真分析,重点分析了波长、周期、微结构深度、占空比、轮廓形状等结构参数对反射波能量和透射波能量的关系,编制设计程序实现快速设计并分析结构尺寸容差大小和低反射率光谱宽度,为微结构周期参数的具体设计与加工提供理论依据和设计方法。该方法通用性强,具有普遍的意义。目前制作方法上,自组装、湿法刻蚀等技术制作微结构尺寸虽小,但是具有一定的随机性,可控性差。文中采用二元曝光技术和反应离子刻蚀技术,由于反应离子刻蚀技术工艺参数的不确定性,论文对制作圆柱形蛾眼微结构工艺参数组合配比的选取进行了分析,最后根据较为理想的工艺参数组合制作

了单面和双面的圆柱形微结构,并与无结构的本征硅片做比较,双面微结构的反射率降低到 8%左右。对以后的实际应用具有很好的实践效果。

## 1 仿真模拟

严格耦合波理论(RCWA)是对亚波长光栅进行矢量衍射分析时最常用的方法之一,根据光栅衍射瑞利展开形式推导出各级衍射波消逝条件,并通过应用严格耦合波分析方法计算出波长与周期等结构参数对反射波能量的关系,这就为微结构周期参数的具体设计提供了理论依据和快速设计方法。其圆柱形二维阵列周期微结构表达式为:

$$f(x,y)=\begin{cases} 0 & x^2+y^2>r \\ n_2-n_1 & x^2+y^2\leq r \end{cases} \quad (1)$$

$$F(x,y)=n_1+f(x,y)\times[\text{comb}(x/\Lambda)\text{comb}(y/\Lambda)] \quad (2)$$

式中: $n_2$  为基底折射率; $n_1$  为空气折射率; $r$  为圆柱直径; $f(x,y)$  为单周期函数。二维圆柱形微结构的示意图,如图 1 所示。

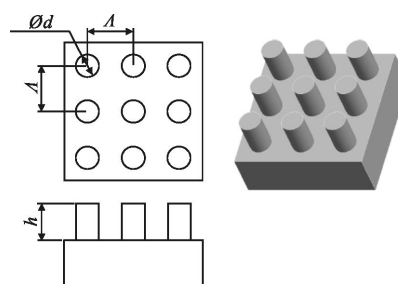


图 1 二维圆柱形周期微结构

Fig.1 2D cylindrical periodic microstructures

实验基底材料双面抛光本征硅片基本参数为:阻值 >10 000 Ω·cm,方向 <100>±0.5°,直径 50.8±0.2 mm,厚度 440±5 μm。

### 1.1 微结构占空比、刻蚀深度对反射率影响

计算得到占空比与深度的关系图。如图 2 所示,其中  $x$  轴为微结构占空比(圆柱直径/微结构周期), $y$  轴表示微结构刻蚀深度。由图中可以看出,符合抗

反射微结构参数组合有很多组,如选取点(0.5,2.6,2%)为基准,从实际制作出发,选取占空比为 0.5,刻蚀深度 2.6  $\mu\text{m}$  时,反射率为 2% 左右,符合抗反射要求。

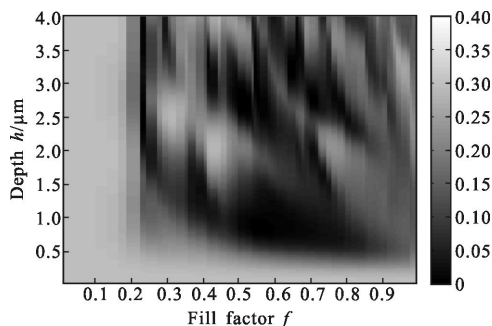


图 2 微结构占空比(x轴)与刻蚀深度(y轴)对反射率的影响  
Fig.2 Influence of the filling factor (x-axis) and etching depth (y-axis) of the microstructure on the reflectance

### 1.2 周期、刻蚀深度对反射率的影响

图 3 是周期与深度关系图。由 1.1 节中选取的占空比和刻蚀深度,可以看出,周期  $\Lambda=3.8 \mu\text{m}$ 。即文中确定的微结构特征参数及其误差范围:工作波长为 3~5  $\mu\text{m}$  圆柱直径与周期按照 1:2 的关系确定,即直径  $d=1.9\pm 0.1 \mu\text{m}$ ,周期  $\Lambda=3.8\pm 0.1 \mu\text{m}$ ,刻蚀深度  $h=2.6\pm 0.1 \mu\text{m}$ ,占空比为 0.5,反射率达到局部极小值,即约为 2%。并且制作面积为 30mm $\times$ 30mm 的方形件。

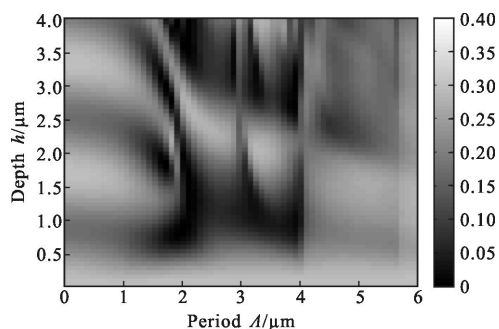


图 3 周期(x轴)与深度(y轴)对反射率的影响  
Fig.3 Influence of period (x-axis) and etching depth (y-axis) on the reflectance

### 1.3 形状( $t$ 为实际柱顶面直径与底面直径之比)对反射率的影响

文中分析了形状对反射率的影响, $t$ 减小时(柱体变尖),表现为光谱曲线平滑,反射率没有下降反而升高,如图 4 所示。说明形状受占空比、深度等结构参数的影响,在特定的波段内,即使是有梯度变化的圆锥形结构,也不能达到设定参数图形的低反射

率效果。

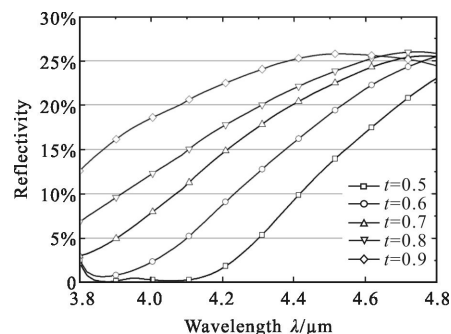


图 4 形状对反射率的影响

Fig.4 Reflectance as a function of profile shapes

综上,主要讨论了微结构设计尺寸参数如周期、占空比和刻蚀深度对抗反射性能的影响,主要通过数值计算仿真分析方法实现,通过分析可知符合设计值尺寸形状的微结构可以得到反射率的局部最优。

## 2 圆柱形微结构实验制作

### 2.1 掩模图形制作

文中应用德国(海德堡 DWL66FS 型)激光直写系统制作掩模板(尺寸为 4 $\times$ 4 $\times$ 0.09 inch),掩模材质:苏打玻璃,误差要求: $\leq \pm 15\%$ ,最小制作线宽 1.9  $\mu\text{m}$ 。

掩模制作流程:清洗-镀 Cr 掩模-涂胶-前烘-曝光-显影-去 Cr-后烘。首先运用(DP650 型)溅射镀膜机镀 200 nm 厚的金属 Cr 作为掩膜,在使用 Smart coater 100 匀胶机将正性光刻胶 S1805 以 4 000 rpm 均匀涂在基片表面,胶厚约 400 nm。前烘采用 EH45B 电热板烘烤温度 100  $^{\circ}\text{C}$  时间 2 min。待恢复常温后使用(ABM/6/350/NUV 型)二元曝光机在光刻胶上曝光形成所需图形,时间 0.9 s。而后采用显影剂 AZ300MIF 进行显影时间为 60 s,得到所需光刻胶图形。再利用湿法腐蚀方法去曝光部分的 Cr 膜,时间 90 s,随着去 Cr 时间的增加,注意 Cr 膜的厚度变化,侧壁腐蚀也会影响掩膜效果。

### 2.2 反应离子刻蚀

众所周知,反应离子刻蚀过程是一个非常复杂的物理与化学过程,有多种可调节控的参数,例如气体流量、放电功率、衬底温度以及被刻蚀图形密度与分布等,这些参数都会影响最后的刻蚀结果<sup>[9]</sup>。但迄今为止还没有任何一种理论模型能够定量地解释和预测反应离子刻蚀结果。因此,文中进一步验证了反

应离子刻蚀的实验性。

应用(ME-3A 型 RIE)磁增强反应离子刻蚀系统制作柱形微结构。其中,对于刻蚀 Si 材料而言,实验气体采用含 F 的气体是非常有效的,因为 F 具有很强的反应活性,当一个 Si 原子与两个 F 原子结合时生成 SiF<sub>2</sub>;但可能的情况是更多的 F 原子与四个 Si 原子结合生成 SiF<sub>4</sub>。即 SiF<sub>2</sub> 和 SiF<sub>4</sub> 气体能够被真空系统抽走<sup>[9]</sup>。

因此,制得的圆柱形微结构最小特征尺寸为 1.9±0.1 μm 左右,基本与设计值 1.9 μm 相符合,圆柱图形侧壁较倾斜,经测得底角度数为 86°左右。然后,采用丙酮溶液清洗基底表面去除剩余胶层;去铬液去掉剩余 Cr 掩膜。最后,得到微结构周期阵列。图 5 为光刻工艺制作流程图。

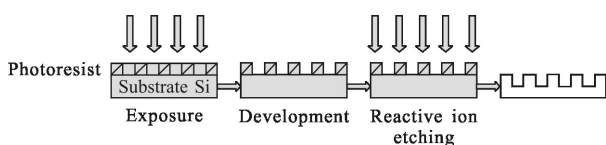


图 5 光刻工艺流程图

Fig.5 Flow chart of photo-lithography

### 3 实验结果及分析

#### 3.1 实验结果

采用 JSM-7800F 热场发射扫描电子显微镜观察该结构的形貌特征,由不同放大倍率图形可以看出,刻蚀图形的均匀性、一致性较好,如图 6 所示。由于制作工艺等误差导致了刻蚀边缘的钝化,使圆柱形侧壁存在斜率,上顶圆形小于下底圆形,上顶直径约为 1.3 μm,下底直径约为 2.2 μm,使最终成品中位线直径约为 1.8 μm。深度 h=2.6 μm 和周期 Λ=3.75 μm。

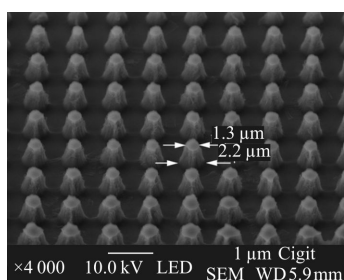


图 6 微结构扫描电镜图像

Fig.6 SEM image of the microstructure

从图 6 图中可以看出,应用二元曝光机得到的图形的形状有一些方形,这是由于最小线宽比较小,光刻时真空接触不好造成的。由能谱分析图 7 所示,刻蚀结束圆柱体边缘仍然有 Cr 元素,说明 Cr 作为掩蔽起到了很好的保护效果。

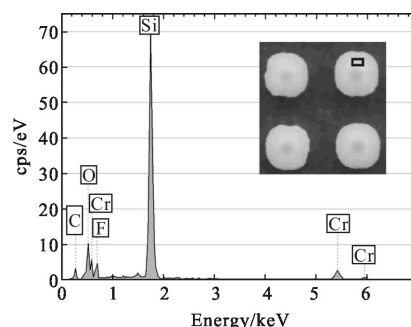


图 7 元素能谱图

Fig.7 Element energy spectrum diagram

#### 3.2 侧壁陡直度分析

RIE 中,射频功率、反应气体流量及工作气压工艺参数对微结构刻蚀侧壁陡直度及形貌具有很大影响。经过多次试验,最终获得反应离子刻蚀工艺参数最佳组合如表 1 所示。可知微结构的形貌均匀平整干净,侧壁底角约为 86°,符合设计要求,很好地解决了侧壁陡直度的问题。

##### 3.2.1 射频功率对刻蚀速率的影响

图 8 为本征硅的刻蚀速率随射频功率的变化关系曲线。从图中可以看出,当工作气压 4 Pa、气体流量 20 sccm 时,随着射频功率增加,刻蚀速率将呈非线性增加。所得实验数据显示,刻蚀速率在射频功率为 100 W 附近达到峰值。这主要是由于射频功率的

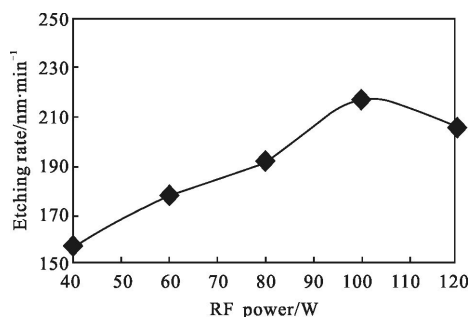


图 8 刻蚀速率和射频功率的关系

Fig.8 Relationship between etching rate and RF power

增加,气体源的离子浓度及活性增大,所以 Si 的刻蚀速率也随着增大。但并不是射频功率越大越好,随

着功率的进一步提高,刻蚀的侧壁及衬底粗糙度会增大并且刻蚀变得不规则。但是射频功率过小,刻蚀气体不易起辉,会采用先增加气体流量使之有自偏压然后再调小气体流量,但是这样处理会导致刻蚀时间不准确,圆柱顶端刻蚀深度会受一定影响。所以综上,最后确定射频功率为 100 W。

### 3.2.2 气体流量对刻蚀速率的影响

图 9 是射频功率为 100 W、工作气压为 4 Pa 时,刻蚀速率与气体流量的变化关系图。可以看出,当流量在 30 sccm 以上时,刻蚀速率反而下降,这是由于气体流量增加,将会增加离子和分子等活性和浓度,碰撞频率增大。导致离子能量损失,物理刻蚀效果下降。但当气体流量较低时,刻蚀气体供应不足,刻蚀速率也会下降。综上,基于刻蚀速率和刻蚀选择比,20 sccm 是刻蚀 Si 很好的一个参数组合流量临界点。

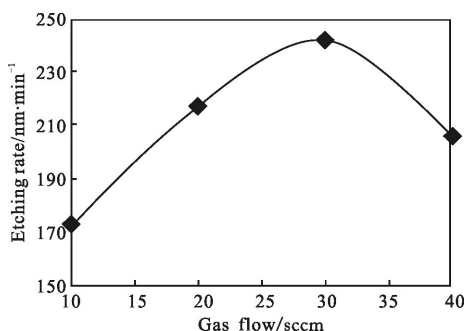


图 9 刻蚀速率与气体流量间的关系

Fig.9 Relationship between etching rate and gas flow

### 3.2.3 工作气压对刻蚀速率的影响

图 10 为射频功率为 100 W、气体流量为 20 sccm 时,刻蚀速率和工作气压的关系曲线图。在低气压,气体分子密度降低,电子在相互撞击时加速能量增加,使电离几率增加,离子、原子之间碰撞减少,各向异性增强。也有利于挥发性气体迅速离开刻蚀表

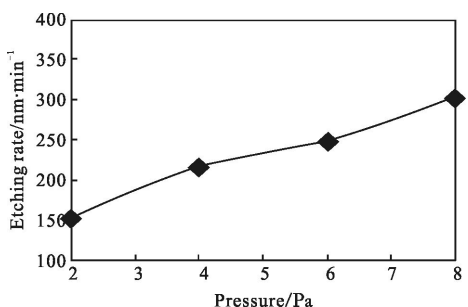


图 10 刻蚀速率与工作气压的关系

Fig.10 Relationship between etching rate and pressure

面,增加反应速率,从而增加刻蚀率。高压下,离子自由程降低,化学活性分子数增加,化学反应刻蚀占主导地位,刻蚀趋向各向同性。因此,确定工作气压为 4 Pa, Si 片的刻蚀速率为 217 nm/min 刻蚀选择比最适合。

因此,以上主要讨论了加工工艺参数(刻蚀气体流量、射频功率及工作气压)对刻蚀速率的影响,而刻蚀速率又影响了微结构的形状尺寸偏差,不合适的刻蚀速率将导致边缘钝化、圆柱直径变化等轮廓畸变,进而导致抗反射性能的下降。刻蚀速率的选择结果是基于大量实验得到的,在这种合适的工艺参数组合下(如表 1 所示),才能较准确刻蚀出符合设计尺寸的微结构。

表 1 反应离子刻蚀参数表

Tab.1 Reactive ion etching parameter table

Material	RF power /W	Reflecting power/W	Etching pressure/Pa	Etching gas/sccm	Holding time/min
Si	100	1.5	1.0	SF <sub>6</sub> (20)	12

实验制作的圆柱形微结构与理论设计参数及图形形状基本一致,表 2 给出了测得的参数与设计理论值的对比结果。使用红外成像光谱仪(Spotlight400 型)测得无结构本征硅片、单面和双面微结构的反射率,同时应用数值计算仿真分析方法分别计算各样片理论反射率,得到结果如图 11 所示。可以看出,单面和双面微结构都有抗反射特性并且对无微结构本征 Si 片而言都是有效的。但是单面微结构的抗反射特性没有双面圆柱形微结构好,双面微结构反射率在 8%左右。实际测量结果与理论值接近但存在一定偏差,主要由于实际制备的微结构边缘存在一定的钝化,因此相比于理论设计的标准圆柱型结构的反射率曲线更加平缓。实际样片微结构周期、深度、圆柱直径等参数存在误差也导致反射率曲线存在偏移,仿真计算采用简化的固定材料折射率也是数据偏差的一个来源。

表 2 实验结果分析

Tab.2 Analysis of experimental results

	Reflectivity	Depth/μm	Period/μm	Diameter/μm
Design value	3%	2.6	3.8	1.9
Actual value	About 8%	2.6	3.71	1.8

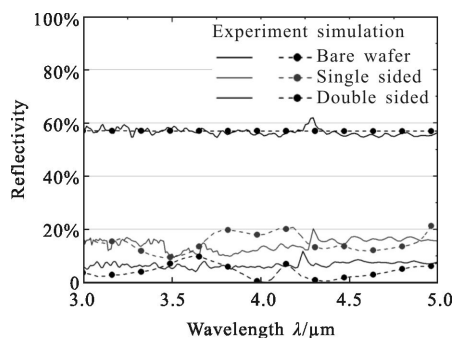


图 11 不同表面 Si 反射率测试结果

Fig.11 Measurement results of Si wafers with different surfaces

### 4 结论

理论分析上,应用严格耦合波分析方法(RCWA)设计了 3~5 μm 波段范围内的单面和双面圆柱形微结构,并对其数值计算仿真分析,重点分析周期、微结构刻蚀深度、占空比及轮廓形状等结构参数对反射波能量和透射波能量的关系,编制通用设计程序,为圆柱形仿生蛾眼微结构周期参数的具体设计与加工提供理论依据和设计方法。制作工艺上,采用二元曝光技术和反应离子刻蚀技术,根据结果得出射频率、气体流量及工作气压对微结构侧壁陡直度及形貌具有很大的影响。实验表明,单面反射率在 15%左右,双面反射率约为 8%,双面优于单面和无结构硅片,由于论文成功制得圆柱形微结构,对今后的抗反射研究有非常重要的意义。

### 参考文献:

[1] Moharam M G, Gaylord T K. Rigorous coupled-wave analysis of planar-grating diffraction [J]. *Opt Soc Am*, 1981, 71(7): 811-818.

[2] Moharam M G, Grann E B, Pommet D A, et al. Formulation for stable and efficient implementation of the rigorous coupled-wave analysis of binary gratings [J]. *Opt Soc Am*, 1995, 12(5): 1065-1076.

[3] Shang Peng, Xiong Shengming. Design and error analysis of sub-wavelength antireflective micro-structure on surface of ZnSe substrate[J]. *Chinese J Lasers*, 2014, 41(1): 0116004. (in Chinese)

[4] Cao Zhaoliang, Lu Zhenwu, Li Fengyou, et al. Design consideration of two-dimensional antireflective sub-wavelength periodic gratings [J]. *Optics and Precision Engineering*, 2002, 10(6): 537-541. (in Chinese)

[5] Leng Yanbing, Dong Lianhe, Sun Yanjun. Study on 1×11 Dammann grating with sub-wavelength structure [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2014, 43(3): 812-817. (in Chinese)

[6] Liao Tongqing, Wei Xiaolong, Wu Sheng, et al. Reduction of reflected light from silicon solar cells through spherical optical micro/nano-structure [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2016, 45(1): 116001. (in Chinese)

[7] Han Jun, Fan Linlin, Liu Huan. Al micropore array wet etching [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2015, 44(10): 3055-3060. (in Chinese)

[8] Chen Kai, Lei Feng, Yiteng Yaying. Measurement of ITO transparent electrode film thickness with white-light interferometer[J]. *Chinese Optics*, 2015, 8(4): 567-573. (in Chinese)

[9] Liu Jie, Liu Bangwu, Xia Yang, et al. Study on the optical characteristic of "black silicon" antireflection coating prepared by plasma immersion ion implantation [J]. *Acta Phys Sin*, 2012, 61(14): 412-415. (in Chinese)

[10] Zhang Zheng, Xu Zhimou, Sun Tangyou, et al. The fabrication of the antireflective periodic nano-array structure on Si surface using nanoimprint lithography and the study on its properties[J]. *Acta Phys Sin*, 2013, 62(16): 416-422. (in Chinese)

[11] Zhang Ran, Cao Xiaowen, Xu Weiwei, et al. Research on the fabrication and property of hydrophobic antireflective infrared window [J]. *Acta Phys Sin*, 2014, 63(5): 416-422. (in Chinese)

[12] Daniel H Rguin, G Michael Morris. Antireflection structured surfaces for the infrared spectral region [J]. *Applied Optics*, 1993, 32(7): 1154-1167.

[13] Sun Chihhung, Jiang Peng, Jiang Bin. Broadband moth-eye antireflection coatings on silicon [J]. *Appl Phys Lett*, 2008, 92(6): 061112.

[14] Zhang Z, Wang Z, Wang D, et al. Periodic antireflection surface structure fabricated on silicon by four-beam laser interference lithography [J]. *Journal of Laser Applications*, 2014, 26(1): 012010.

[15] Cu Zheng. Nanofabrication Technologies and Applications [M]. Beijing: Higher Education Press, 2009: 321-335. (in Chinese)