

文章编号 1004-924X(2016)12-2896-06

大尺寸熔石英采样光栅的研究进展

刘颖^{1*}, 刘正坤¹, 邱克强¹, 饶欢乐², 蒋晓龙³,
陈火耀¹, 徐向东¹, 洪义麟¹, 付绍军¹

1. 中国科学技术大学 国家同步辐射实验室, 安徽 合肥 230029;
2. 杭州电子科技大学 生命信息与仪器工程学院 浙江 杭州 310018;
3. 中国工程物理研究院 激光聚变研究中心 工程光学部, 四川 绵阳 621900)

摘要:综述了近五年来为神光装置研制大口径熔石英采样光栅所取得的主要进展。提出了大尺寸采样光栅的化学机械抛光技术,将全息光刻-离子束刻蚀的430 mm口径采样光栅的采样效率均匀性控制在均方根值低于5%,满足了采样光栅的设计要求。针对采样光栅的阈值特性,利用二次离子质谱技术,定量表征了采样光栅制备过程中引入的污染及其清洗效果,优化、发展了采样光栅的清洗方法。探索了基于氢氟酸和感应耦合等离子体刻蚀的熔石英基底处理技术,结合干湿法处理技术来去除熔石英光栅基底的亚表面损伤。为进一步提升采样光栅抗激光辐射损伤特性,提出将发展大尺寸熔石英采样光栅的氢氟酸处理方法及具有亚波长减反光栅结构的采样光栅的制备方法。

关键词:熔石英;采样光栅;采样效率;激光损伤阈值;亚表面损伤;抛光;刻蚀;综述

中图分类号:O436.1;TN305.2 **文献标识码:**A **doi:**10.3788/OPE.20162412.2896

Advances in large-aperture beam sampling gratings

LIU Ying^{1*}, LIU Zheng-kun¹, QIU Ke-qiang¹, RAO Huan-le², JIANG Xiao-long³,
CHEN Huo-yao¹, XU Xiang-dong¹, HONG Yi-lin¹, FU Shao-jun¹

1. National Synchrotron Radiation Laboratory, University of Science and Technology of China, Hefei 230029, China;
 2. College of Life Information Science & Instrument Engineering, Hangzhou Dianzi University, Hangzhou 310018, China;
 3. Engineering Optics Department, Research Centre of Laser Fusion, China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900, China)
- * Corresponding author, E-mail: liuychch@ustc.edu.cn

Abstract: This paper reviews the advances in fabricating large-aperture Beam Sampling Grating (BSG) made of fused silica for Shenguang laser facility. A chemical mechanical polishing process for large-aperture BSGs is proposed. The efficiency uniformity of BSGs with an aperture of 430 mm × 430 mm is successfully controlled within a rms of 5%, which meets the specification of the large-aperture BSGs. For threshold characteristics of BSGs, the contamination and its cleaning of large-aperture BSGs are

收稿日期:2016-11-02;修订日期:2016-11-17.

基金项目:国家重大专项资助项目;中国科学院知识创新工程重要方向项目(No. GY2011053005);国家自然科学基金资助项目(No. 10975139);安徽省科技攻关项目(No. 131015195)

characterized with second ion mass spectroscopy quantitatively, and the cleaning flow of BSGs is developed and optimized. To remove the subsurface damage of fused silica, the fused silica substrate processing based on hydrofluoric acid and inductively coupled plasma etching is investigated. For improving the laser-induced damage threshold of the BSGs, it suggests that the HF acid etching method for large-aperture fused silica BSGs and the preparation method for BSGs integrated with sub-wavelength antireflection gratings should be developed in the future.

Key words: fused silica; Beam Sampling Grating (BSG); sampling efficiency; laser-induced damage threshold; subsurface damage; polishing; etching; review

1 引 言

在美国国家点火装置、法国兆焦装置及我国神光装置中,每束 3ω (351 nm)激光的终端均使用光束采样光栅(Beam Sampling Grating, BSG)进行输出激光离轴聚焦和取样^[1-4]。考虑到熔石英光栅的抗激光损伤阈值,为降低单位面积上接收的激光功率,上述系统使用的 BSG 口径均在 400 mm 左右。

BSG 采用离轴波带片,即圆形变间距光栅的结构实现离轴聚焦和采样。美国国家点火装置使用的 BSG^[1]周期在 $1\sim 3\ \mu\text{m}$ 、槽深约为 20 nm,以便将 BSG 的采样效率,即其一级透射效率控制在 $0.1\%\sim 0.3\%$ 。法国兆焦装置使用的 BSG^[2]具有色分离和采样两个功能,其中心线密度为 2 400 l/mm,槽深为 700 nm,利用光栅的一级反射效率进行采样,采样效率大于 1%。由于法国兆焦装置 BSG 的线密度高,图形高宽比大,因此其制作难度相对较高。目前,美、法两国的大尺寸 BSG 制作技术已经较为成熟。

国内 BSG 研制的起步较晚^[3-4]。随着我国大尺寸衍射光学元件制作技术的发展,全息光刻^[5-6]、离子束刻蚀^[7]技术成为制作神光装置大尺寸 BSG 的主要手段。目前,我国神光装置的 BSG 主要参数有:BSG 的中心线密度,与美国国家点火装置的类似;BSG 的中心线密度在 2 000 l/mm 左右^[8],两者槽深均在几十 nm 附近。

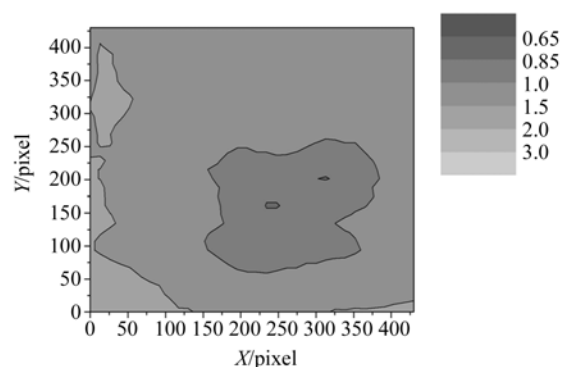
随着我国神光装置的发展,对 430 mm 口径 BSG 的采样效率均匀性和抗激光损伤阈值的要求越来越高,需求数量也越来越多。亟待提高的 BSG 特性参数包括采样效率均匀性和抗激光损伤阈值。采用全息光刻-离子束刻蚀技术直接制

备的大尺寸 BSG,其采样效率均匀性不能满足强激光系统的使用要求。受 BSG 熔石英基底损伤阈值以及 BSG 清洗条件的限制,这种大尺寸 BSG 的激光损伤阈值^[9]很难进一步提高。为了满足神光装置对高性能大尺寸 BSG 的迫切需求,近年来,我们开展了基于化学机械抛光方法提高 BSG 采样效率均匀性、针对阈值特性的 BSG 清洗工艺、熔石英基底亚表面损伤去除方法以及 BSG 刻蚀深度的空间分布微调方法等研究工作^[10-13]。本文总结了近五年国家同步辐射实验室在大尺寸 BSG 性能提升方面的主要实验进展,指明了研制更高性能大尺寸 BSG 的发展方向。

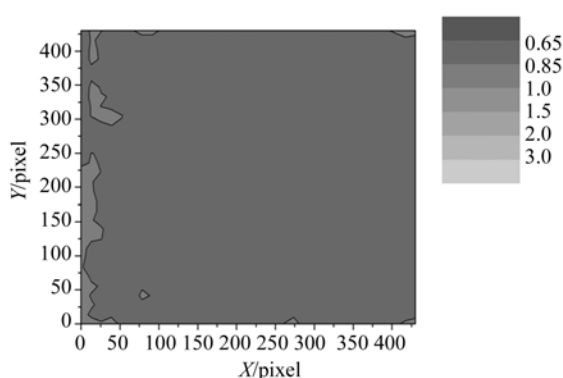
2 化学机械抛光提高 BSG 采样效率均匀性

受激光调制度的影响,为了降低利用 BSG 对强激光系统激光能量诊断的测试误差,大尺寸 BSG 采样效率的均方根(RMS)应小于 5%^[1,14]。

在提高大尺寸 BSG 采样效率均匀性方面,美国利弗莫尔实验室通过改进 BSG 制作过程中的涂胶、曝光、湿法刻蚀等工艺的均匀性^[1]来提高 BSG 采样效率的均匀性。但受目前制备工艺水平的限制,全息-离子束刻蚀工艺直接制备出的 BSG 的采样效率均匀性一般在 10%~30%,其采样效率均匀性很难达到均方根值小于 5%的技术要求。因此,饶欢乐等人借鉴光学冷加工中的抛光技术,对熔石英 BSG 进行化学机械抛光^[15-16],即通过抛光的方法改变 BSG 局部衍射效率较高区域的光栅槽形结构,从而降低其衍射效率,使之与周围区域的衍射效率相近,最终使 BSG 的采样效率趋于均匀。图 1 是一个典型的大尺寸 BSG



(a) 抛光前 RMS=17%
(a) Before polishing(RMS=17%)



(b) 抛光后 RMS=3.7%
(b) After polishing(RMS=3.7%)

图 1 430 mm BSG 化学机械抛光前、后的衍射效率分布

Fig. 1 Spatial distribution of diffraction efficiency of BSG with an aperture of 430 mm × 430 mm before and after CMP process

在进行化学机械抛光前、后其采样效率均匀性的改善情况。目前,化学机械抛光技术是控制大尺寸 BSG 采样效率均匀性的关键工艺。

3 BSG 清洗工艺

BSG 经过全息光刻-离子束刻蚀-化学机械抛光等多步工艺制作而成。在这些过程中,多种无机及有机污染物残留在 BSG 的表面甚至表层一定的深度范围内,会引起激光的吸收,导致 BSG 损伤。因此,优化清洗工艺是控制 BSG 激光损伤阈值不可缺少的一个环节。

与 X 射线光电子能谱技术相比,二次离子质谱技术不仅可检测分析样品表面的元素和化合物

的组分,获取样品的表层信息,还能对微量元素进行一定深度的剖析。饶欢乐利用二次离子质谱技术定量分析了 BSG 清洗前、后杂质在 BSG 表层一定深度范围内的残留及清洗情况^[15]。并在对 BSG 清洗工艺进行表征和优化的基础上建立了两种 BSG 清洗工艺^[15]:一种是以浓硫酸、硝酸为主的清洗方法,其特点是清洗后不改变 BSG 槽型的结构参数,也就不改变 BSG 的效率均匀性;另一种是以氢氟酸为主的清洗方法,利用氢氟酸与熔石英的化学反应,将表面的熔石英剥离,但是会改变 BSG 的槽型结构及采样效率均匀性。这两种清洗工艺均能将 BSG 在光栅结构制备过程中引入的杂质污染控制在低于光栅基底的水平,特别是在 CMP 中引入的 Ce 污染也能基本去除^[16]。

BSG 的激光损伤阈值受很多因素的影响,除了光栅制备工艺的影响,制作 BSG 所用熔石英基底的激光损伤阈值的影响也相当大。同时,受阈值测试条件的限制,BSG 激光损伤阈值的测试数据极为有限,阈值结果的离散性较大。目前,大尺寸 BSG 的激光损伤阈值的测试结果最大在 12 J/cm²(入射激光波长为 351 nm、脉宽为 3 ns)左右。原则上,BSG 的阈值低于熔石英基底的阈值,而在强激光系统中,受界面反射的影响,相对入射面激光的出射面通常会承受更大的激光功率密度。目前 BSG 的光栅面是作为入射激光的出射面使用,因此,将光栅面作为激光入射面使用,可提高元件的寿命。

4 采样光栅熔石英基底亚表面损伤层处理技术

熔石英基底的激光损伤阈值是决定大尺寸 BSG 激光损伤阈值高低的一个重要因素。熔石英基底的亚表面损伤层是影响熔石英基底阈值的关键。目前,去除熔石英亚表面损伤层的加工方法包括传统光学加工的优化、磁流变抛光技术、氢氟酸湿法刻蚀技术和干法刻蚀技术等,然而,这些方法均会不同程度地引入新的问题。所以,依赖单一的技术手段并不能彻底地消除激光损伤的诱因。我们探索了氢氟酸湿法刻蚀技术和感应耦合等离子体(Inductively Coupled Plasma, ICP)刻蚀技术在去除熔石英亚表面损伤层方面的潜力。

4.1 熔石英复合加工方法

蒋晓龙提出了基于氢氟酸法刻蚀为主的熔石英复合加工方法^[17]。其主要流程包括:研磨、氢氟酸大深度刻蚀、超光滑抛光、离子束刻蚀和氢氟酸浅表层腐蚀,如图 2 所示。

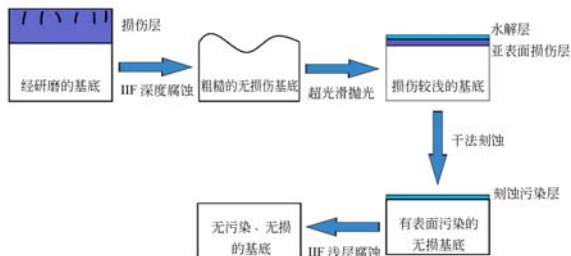


图 2 熔石英复合加工方法的工艺流程图

Fig. 2 Flow chart of removal treatment of subsurface damage layer on fused silica substrate

首先,熔石英样品在研磨后进行大深度的氢氟酸刻蚀,亚表面缺陷在刻蚀过程中完全暴露并横向扩展,亚表面损伤演化成表面起伏,从而获得了表面粗糙但没有亚表面损伤的熔石英样品。然后对样品进行超光滑抛光,抛平表面起伏获得光滑表面。此时,样品损伤层包括深度小于 100 nm 的水解层以及超光滑抛光所引入的深度相对较小的亚表面损伤层。接着利用与制备 BSG 相同的离子束刻蚀技术去除超精密抛光阶段引入的水解层和亚表面损伤层,亚表面缺陷在各向异性的刻蚀过程中被彻底去除,此时熔石英样品表面只有金属污染。最后,对样品进行浅表层的氢氟酸腐蚀,去除表面的金属污染。最终获得没有亚表面损伤和金属污染的完美熔石英样品。经过上述复合加工方法处理的熔石英基底,其紫外激光损伤阈值可以达到初始基底的将近两倍。

4.2 ICP 刻蚀的辐射损伤及抑制

与一般反应离子刻蚀系统不同的是,ICP 系统有两套射频电源,一套用于辉光放电产生等离子体,控制等离子体密度;另一套用于加速离子,控制轰击能量。ICP 系统具有高等离子体密度和高轰击能量,因此可获得更高的刻蚀速率和更好的各向异性。

在熔石英的 ICP 刻蚀技术中,重点研究了 ICP 刻蚀的表面损伤问题^[18-19]。首先系统地研究了刻蚀坑状损伤的形成机理和演化规律,通过对比不同亚表面缺陷密度样品 ICP 刻蚀后的表面

缺陷情况证实,观察到的表面坑状损伤为干法刻蚀造成的刻蚀损伤。其次,分析了刻蚀损伤在物理刻蚀和化学刻蚀下的演化规律,揭示了其形成机理。最后,对 ICP 刻蚀工艺进行了系统的优化,通过使用隔离罩装置消除了金属污染,大幅地提高了刻蚀后的表面质量。另外,通过优化刻蚀气体配比和 ICP 功率,抑制了低密度表面坑状损伤。使用优化后的 ICP 刻蚀工艺成功地去除了熔石英的亚表面损伤层。

5 研制大尺寸 BSG 的新技术

虽然目前利用化学机械抛光技术可以获得采样效率均匀性符合要求的大尺寸 BSG,但是,仍迫切需要发展研制大尺寸 BSG 的新技术,以进一步提高大尺寸 BSG 的激光损伤特性。

阈值测试结果显示,利用氢氟酸清洗后 BSG 的阈值要略高于第一种清洗方法制备的 BSG。因此,拟建立大尺寸衍射光学元件的氢氟酸喷淋系统,研究氢氟酸湿法刻蚀对 BSG 槽型结构-采样效率演化规律的影响,从而掌握可控的氢氟酸刻蚀技术。

降低界面反射是从根本上提高 BSG 激光损伤阈值的方法。目前,大尺寸 BSG 的非光栅面已成功采用了涂溶胶-凝胶减反膜的方法来提高透射率。虽然在光栅面涂化学减反膜理论上是可行的^[20],但实现起来有相当的难度。目前大量报道的随机亚波长减反结构在 430 mm 口径上也很难实现均匀减反。因此,我们采用与 BSG 制备相同的全息光刻-离子束刻蚀技术,开展了大面积亚波长光栅减反结构的制备技术研究,建立了完整、可重复的相关制作工艺,研制出具有明显增透效果的光栅减反结构的 BSG,从根本上提高了 BSG 的抗激光阈值。课题组利用此技术已成功研制出 100 mm 口径的含减反光栅的 BSG,获得了与化学膜相近的减反效果。

6 总结与展望

本文总结了近五年来大口径 BSG 性能提升工作的主要进展。首先,建立了大尺寸 BSG 的化学机械抛光技术,可将其采样效率均方根值控制在 5% 以下,满足神光装置对其采样效率均匀性

的要求。其次,针对 BSG 阈值特性,利用二次离子质谱技术比较优化了 BSG 不同清洗工艺的清洗效果,研究了基于浓硫酸+浓硝酸的采样光栅清洗方法;还提出了去除 BSG 熔石英基底亚表面损伤的干湿法复合技术,该方法可以快速获得既无亚表面损伤又无金属杂质污染的熔石英基底,有助于从根本上提高 BSG 的抗激光损伤阈值。

为了进一步提升大尺寸 BSG 的抗激光损伤

特性,两个切实可行的技术发展方向为基于氢氟酸的 BSG 湿法刻蚀-效率修正技术和具有亚波长减反光栅的 BSG 制作技术。

7 致 谢

感谢苏州大学为我们提供的大尺寸 BSG 光刻胶掩模。

参考文献:

- [1] BRITTEN J A, BOYD R D, PERRY M D, *et al.*. Low-efficiency gratings for the third-harmonic diagnostics applications [J]. *SPIE*, 1995, 2633: 121-128.
- [2] NEAUPORT J, JOURNOT E, GABORIT G, *et al.*. Design, optical characterization, and operation of large transmission gratings for the laser integration line and laser megajoule facilities [J]. *Appl. Opt.*, 2005, 44 (16): 3143-3152.
- [3] 柴立群, 杨李茗, 许乔. 用于 ICF 驱动器的取样光栅的矢量分析与计算 [J]. *强激光与粒子束*, 2002, 14 (2): 270-274.
CHAI L Q, YANG L M, XU Q. Vector theory analysis and numerical calculation for beam sampling grating used in ICF [J]. *High Power Laser and Particle Beams*, 2002, 14(2): 270-274. (in Chinese)
- [4] 高福华, 曾阳素, 谢世伟, 等. 电子束直写制作低效取样光栅 [J]. *中国激光*, 2003, 30(2): 134-136.
GAO F H, ZENG Y S, XIE SH W, *et al.*. Using e-beam direct writing method to fabricate low-efficiency beam sampling grating [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2003, 30(2): 134-136. (in Chinese)
- [5] 刘全, 吴建宏, 李朝明. 取样光栅的设计及衍射行为研究 [J]. *激光技术*, 2005, 29(4): 398-400.
LIU Q, WU J H, LI CH M. Design of BSG and study on its diffraction action [J]. *Laser Technology*, 2005, 29(4): 398-400. (in Chinese)
- [6] LI CH M, CHEN X R, WU J H, *et al.*. Design and fabrication of fused silica grating with shallow groove for energy measurement of high-energy pulse laser [J]. *SPIE*, 2010, 7655: 76551U.
- [7] 邱克强, 周小为, 刘颖, 等. 大尺寸衍射光学元件的扫描离子束刻蚀 [J]. *光学精密工程*, 2012, 20(8): 1676-1683.
QIU K Q, ZHOU X W, LIU Y, *et al.*. Ion beam etching of larger aperture diffractive optical elements [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2012, 20(8): 1676-1683. (in Chinese)
- [8] 郭融, 田玉婷, 赵东峰, 等. 透射衍射光栅内全反射级次 [J]. *物理学报*, 2016, 65(5): 054202.
WU R, TIAN Y T, ZHAO D F, *et al.*. Total internal reflection orders in transmission grating [J]. *Acta Phys. Sin.*, 2016, 65(5): 054202. (in Chinese)
- [9] HAN W, HUANG W Q, WANG F, *et al.*. Laser-induced damage on large-aperture fused silica gratings [J]. *Chin. Phys. B*, 2010, 19(10): 106105.
- [10] 吴丽翔. 取样光栅的刻蚀深度空间分布微调方法 [D]. 合肥: 中国科学技术大学, 2015.
WU L X. *Algorithms for Finely Adjusting Etch Depths of BSG* [D]. Hefei: University of Science and Technology of China, 2015. (in Chinese)
- [11] WU L X, QIU K Q, LIU Y, *et al.*. Algorithms for finely adjusting etch depths to improve the diffraction efficiency uniformity of large-aperture BSG [J]. *J. Opt.*, 2015, 17(3): 035401.
- [12] WU L X, QIU K Q, FU S J. Fine-tuning the etch depth profile via dynamic shielding of ion beam [J]. *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B*, 2016, 381: 72-75.
- [13] WU L X, QIU K Q, FU S J. Variable-spot ion beam figuring [J]. *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B*, 2016, 370: 79-85.
- [14] CHEN X R, LI C M, WU J H. Study on the characteristic of energy response of large sampling devices to ultra-high energy laser diagnosis [J]. *SPIE*, 2009, 7382: 221-225.
- [15] 饶欢乐. 光束采样光栅采样效率均匀性和损伤阈值研究 [D]. 合肥: 中国科学技术大学, 2014.
RAO H L. *Investigation on the Efficiency Uniformity and Laser Induced Damage Threshold of Large-aperture Beam Sampling Grating* [D]. Hefei: University of Science and Technology of China, 2014. (in Chinese)

- [16] RAO H L, LIU Y, LIU Z K, *et al.*. Chemical mechanical polishing to improve the efficiency uniformity of beam sampling grating [J]. *Appl. Opt.*, 2014, 53(6): 1221-1227.
- [17] 蒋晓龙. 强激光系统熔石英基底的处理技术研究[D]. 合肥:中国科学技术大学,2015.
JIANG X L. *Investigation on Processing of Fused Silica Substrate Used in High Power Laser System*[D]. Hefei:University of Science and Technology of China, 2015. (in Chinese)
- [18] JIANG X L, LIU Y, LIU ZH K, *et al.*. Optimum inductively coupled plasma etching of fused silica to remove subsurface damage layer[J]. *Appl. Surf. Sci.*, 2015,355:1180-1185.
- [19] JIANG X L, LIU Y, MUHUTIJIANG B, *et al.*. Investigation on morphology and evolution process of plasma induced pitting damage during the ICP etching of fused silica [J]. *Vacuum*, 2016,123: 121-125.
- [20] 刘全, 吴建宏. 取样光栅镀膜减反技术研究 [J]. *强激光与粒子束*,2007,19(1): 75-78.
LIU Q, WU J H. Anti-reflection technology for beam sampling grating [J]. *High Power Laser and Particle Beams*, 2007,19(1):75-78. (in Chinese)

作者简介:



刘 颖(1972-),女,天津人,副研究员,主要从事衍射光学元件设计及全息光刻、离子束制作技术的研究。E-mail: liuychch@ustc.edu.cn



刘正坤(1981-),男,河南信阳人,副研究员,主要从事衍射光学元件设计与制作的研究。E-mail: zhkliu@ustc.edu.cn