

## ИНТЕРФЕРЕНЦИОННО-ЛИТОГРАФИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ ТРЕХМЕРНЫХ ФОТОННЫХ КРИСТАЛЛОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИЗЛУЧЕНИЯ, СЛАБО ПОГЛОЩАЕМОГО ФОТОРЕЗИСТОМ

Ю.В. Микляев<sup>1</sup>, С.В. Карпеев<sup>2,3</sup>, П.Н. Дьяченко<sup>2,3</sup>, В.С. Павельев<sup>2,3</sup>, С.Д. Полетаев<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Южно-Уральский государственный университет, Челябинск, Россия,

<sup>2</sup>Самарский государственный аэрокосмический университет имени академика С.П. Королева, Самара, Россия,

<sup>3</sup>Институт систем обработки изображений РАН, Самара, Россия

### Аннотация

Реализован синтез полимерных матриц фотонных кристаллов методом интерференционной литографии. Запись решетки осуществлялась излучением гелий-кадмиевого лазера на длине волны 442 нм в фоторезисте SU-8. Использование длины волны, соответствующей области слабого поглощения фоторезиста, позволило обеспечить однородность структуры по глубине фотоматериала. Определены оптимальные параметры экспозиции и обработки фоторезиста для получения пористой структуры, соответствующей орторомбической решетке.

**Ключевые слова:** фотонный кристалл, интерференционная литография, гелий-кадмиевый лазер, фоторезист SU-8.

### Введение

Фотонные кристаллы представляют собой периодически структурированный материал, в котором достигается большая амплитуда модуляции диэлектрической проницаемости. Световые волны, распространяющиеся в средах с периодически распределенной диэлектрической проницаемостью, могут быть описаны в терминах фотонных энергетических зон с возможностью существования запрещенных зон, где распространение электромагнитных волн невозможно. Идея о контроле спонтанного излучения с помощью периодически изменяющегося показателя преломления впервые высказана В.П.Быковым в 1972 г. [1]. После работ Э.Яблоновича и С.Джона [2,3] фотонные кристаллы стали одним из наиболее интенсивно исследуемых объектов в современной оптике. К настоящему моменту предложено множество способов синтеза таких структур [4-7]. Однако получение макроскопически однородных, бездефектных кристаллов до сих пор представляется весьма сложной технической задачей. Одним из наиболее перспективных методов синтеза в настоящее время представляется метод интерференционной литографии [8]. Данный метод состоит в получении трехмерной структуры из фотополимера за счет освещения трехмерной интерференционной картиной четверть (или более) когерентными пучками света. Преимуществами данного метода являются идеальная периодичность решетки, отсутствие дефектов структуры, возможность получения образцов большой площади и низкая стоимость. Интерес к данному методу особенно возрос после того, как в ряде работ [9-11] было показано, что с его помощью можно изготовить трехмерные фотонные кристаллы с запрещенной зоной при относительно небольших показателях преломления материала.

Однако при изготовлении трехмерных образцов освещение пленки фоторезиста происходит неоднородно из-за поглощения света в фотоматериале. В то

же время, такое поглощение необходимо, чтобы сохранить фоточувствительность материала, поскольку поглощение фотонов связано с иницированием реакций полимеризации или деполимеризации. Для того, чтобы минимизировать влияние поглощения, оптимальным выбором являются фоторезисты с механизмом химического усиления реакции, когда один поглощенный фотон приводит к генерации одной молекулы или атома катализатора реакции полимеризации, каждая из которых, в свою очередь, инициирует появление множества полимерных связей. Но и при использовании таких фоторезистов толщина получаемых данным методом образцов ограничивалась 10-30 мкм [8,12].

В данной работе для синтеза трехмерных решеток фотонных кристаллов использовалось непрерывное излучение гелий-кадмиевого лазера с длиной волны 442 нм, соответствующей низкой поглощательной способности материала. В качестве фотоматериала использовался фоторезист с катионным механизмом полимеризации SU-8. Данный фоторезист обладает резким спадом как поглощения, так и чувствительности при переходе к длинам волн, большим 400 нм. До сих пор запись в данном фоторезисте осуществлялась на длинах волн ультрафиолетового диапазона [9,10,12]. При переходе от 355 нм к 442 нм требуемая доза излучения на единицу поверхности увеличилась примерно на четыре порядка.

### 1. Схема записи решетки

Для формирования трехмерной решетки из фоторезиста методом интерференционной литографии использовалось трехкратное экспонирование пленки фоторезиста картиной интерференции двух волн, аналогично тому, как это было сделано в работе [10]. Схема эксперимента показана на рис.1.

После каждого экспонирования образец поворачивается на 120 градусов вокруг вертикальной оси. Время каждой из экспозиций должно быть одинаковым.

В результате экспонирования в объеме фоторезиста получается следующее распределение поглощенной энергии:

$$I(\vec{r}) = \sum_{i=1}^N I_i \cos^2(\vec{b}_i \vec{r} + \phi_i), \quad (1)$$

где  $b_i = k1_i - k2_i$ ,  $k1_i$ ,  $k2_i$  – волновые вектора интерферирующих волн при  $i$ -ой экспозиции. Из (1) легко видеть, что вектора  $b_i$  являются базисными векторами обратной решетки синтезируемого кристалла. На данном этапе нами реализован только случай, когда угол между интерферирующими пучками в каждой из трех экспозиций был одинаковым, т.е. базисные векторы обратной решетки имели одинаковую длину. Угол между базисными векторами также был одинаковым. Таким образом, нами реализовывался случай орторомбической решетки.

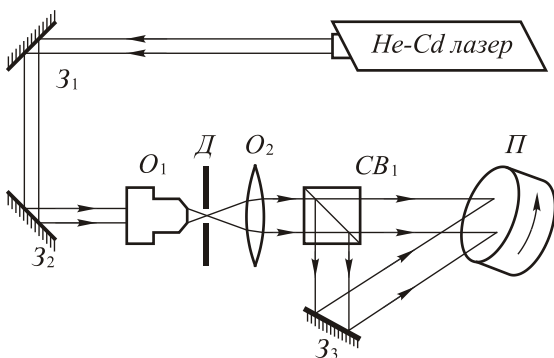


Рис. 1. Буквами обозначены:  $Z_1$ ,  $Z_2$ ,  $Z_3$ , - зеркала,  $O_1$ ,  $O_2$  – объективы,  $Д$  – диафрагма,  $СВ_1$ , - делительный кубик,  $П$  – подложка из стекла с нанесенным на нее фоторезистом

Как было показано в работе [13], выбором угла между интерферирующими волнами и нормалью к поверхности образца могут быть синтезированы структуры, соответствующие простой кубической, гранецентрированной и объемноцентрированной решетке. Минимальное пороговое значение показателя преломления для возникновения запрещенной зоны имеет место при гранецентрированной решетке и составляет в этом случае около  $n=2,5$ .

В отличие от случая многолучевой интерференции, способом трехкратного экспонирования могут быть получены решетки одинаковой симметрии, но различного периода. Нами были синтезированы образцы с различным периодом решетки за счет изменения угла между интерферирующими волнами. Чтобы симметрия решетки при этом не менялась, угол, который составляет биссектриса между векторами  $k1_i$ ,  $k2_i$  интерферирующих волн с нормалью к поверхности образца, должен оставаться постоянным.

## 2. Описание экспериментов и полученные структуры

Для синтеза полимерных матриц фотонных кристаллов описанным методом была собрана экспериментальная установка в соответствии с оптической схемой рис. 1. Все элементы размещались на виброзащищенном столе массой около 500 кг, лежащем на

пневматической подушке. Мы использовали гелий-кадмиевый лазер ГКЛ-60В(И) мощностью 80 мВт. Луч лазера расширялся примерно в 2,5 раза при помощи микрообъектива 8X  $O_1$ , фильтра-диафрагмы  $Д$  диаметром около 50 мкм и объектива  $O_2$  с фокусным расстоянием 50 мм. Для поворота и разделения луча использовались зеркала с многослойными диэлектрическими покрытиями  $Z_1$ ,  $Z_2$ ,  $Z_3$  и светоделитель  $СВ_1$  с просветлением граней под данную длину волны. Поворот образца реализовывался с помощью специального держателя, обеспечивающего как регулируемый наклон образца в соответствии с рис.1, так и его вращение в перпендикулярной плоскости с нужным шагом. Юстировкой образца в плоскости вращения можно добиться совпадения оси вращения с оптической осью.

Фоторезист наносился на подложку методом центрифугирования в соответствии с рекомендациями производителя, то есть в два этапа.

1. Предварительное распределение фоторезиста по поверхности образца при 500 об/мин в течение 10 сек.
2. Формирование нужной толщины при скорости 3000 об/мин в течение 30 сек.

Описанная процедура давала толщину слоя при использовании SU-8 около 40-50 мкм в соответствии со спецификациями фоторезиста. Затем образец подвергался сушке также в два этапа – вначале 5 минут при температуре 60 градусов Цельсия, а затем 20 минут при температуре 95 градусов Цельсия в течение 6 минут. После запекания фоторезист помещался в проявитель PGMEA (2-(1-метокси) пропилацетат) на 5 – 7 минут и затем промывался в изопропиловом спирте. Время экспозиций было одинаковым и составляло от 10 до 20 минут. Эксперименты показали недостаточную в ряде случаев адгезию фоторезиста к стеклу при малой площади облучаемой поверхности и дозе облучения. Поэтому во всех экспериментах на поверхности стекла вначале формировался адгезионный слой (праймер). Этот слой представлял собой фоторезист той же марки, нанесенный и обработанный по той же технологии, что и основной слой, но перед запеканием засвеченный по всей площади до полной полимеризации.

Синтезированные фотополимерные решетки исследовались при помощи растрового электронного микроскопа Supra 25, интерферометра белого света Zygo NewView 5000. Перед исследованием на поверхность образцов напылялся слой алюминия толщиной 10 нм.

Вначале нами были получены пробные образцы одномерных решеток, полученные при одной экспозиции и нулевом угле наклона образца для проверки вибростабильности установки и технологической цепочки обработки фоторезиста. Полученный результат представлен на рис. 2.



Рис.2. Электронная фотография одномерной решетки

Как можно видеть из рис. 2, период решетки равен 2,1 мкм. Высота профиля, измеренная на оптическом микроскопе, составила 1,2 мкм. Здесь видно, что профиль решетки практически прямоугольный, что говорит о высоком контрасте фоторезиста. Данный результат может иметь и самостоятельное значение для получения бинарно-фазовых дифракционных решеток достаточно быстро и с минимальной затратой средств.

Далее проводились исследования режимов записи трехмерно-периодических решеток с различными периодами и орторомбическим типом симметрии. При этом для разных периодов подбиралось время экспозиции, запекания и проявления. Менялись и углы наклона образца для сохранения симметрии решеток.

Указанные параметры оказывают комплексное влияние на качество решеток и подбираться должны также в комплексе. Например, при периоде 5,2 мкм и недостаточном (5 мин.) времени проявления получаются решетки, подобные изображенной на рис.3.

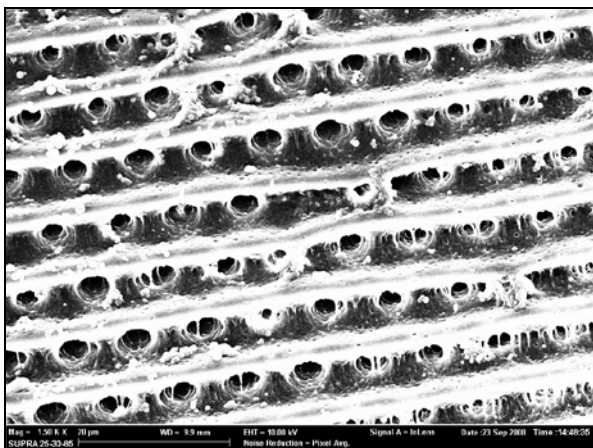


Рис.3 Электронная фотография трехмерной решетки при недопроявлении

В отверстиях решетки мы видим недорастворенные нити полимера. Однако при увеличении времени проявления до 8 минут получается другая картина (см. рис. 4).

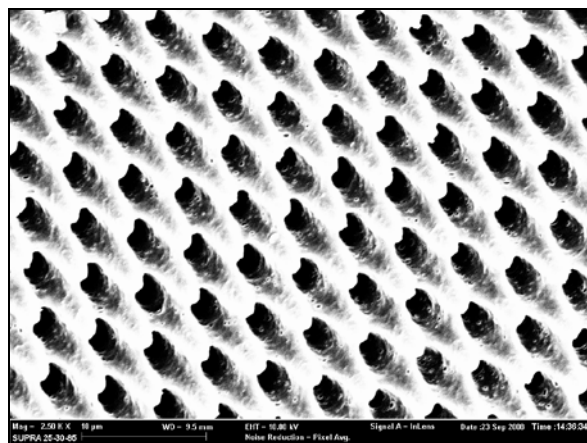


Рис.4. Электронная фотография трехмерной решетки при нормальном проявлении

Результат исследования данной структуры на оптическом микроскопе представлен на рис. 5.

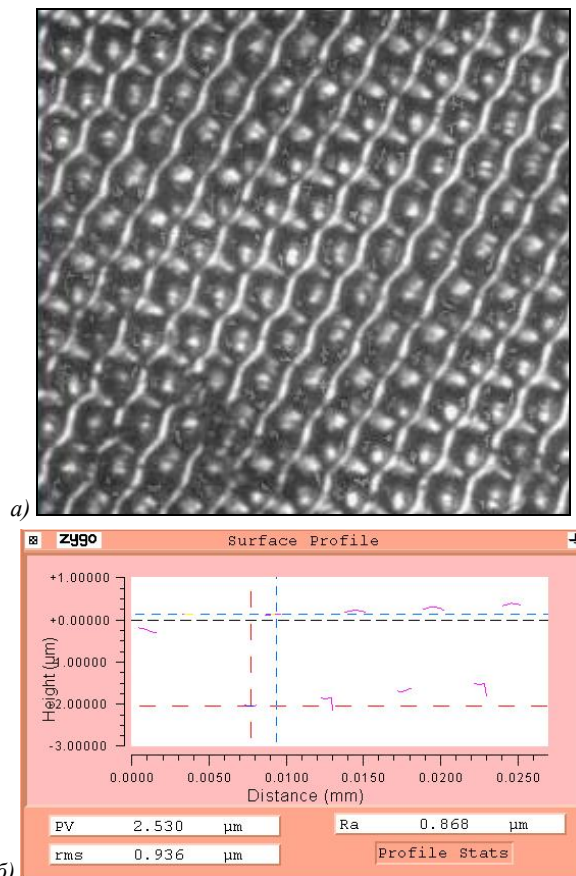


Рис.5. Результат исследования трехмерной решетки на оптическом микроскопе: а) – общий вид структуры, б) – профилограмма внешнего слоя

Из рисунка видно, что глубина внешнего слоя здесь около 2,5 мкм. При этом угол наклона плоскости образца к биссектрисе между пучками при записи составлял около 30 градусов. Время каждой экспозиции составляло 15 минут.

В дальнейшем была получена решетка с периодом 2,6 мкм. Полученное изображение с электронного микроскопа приведено на рис. 6.

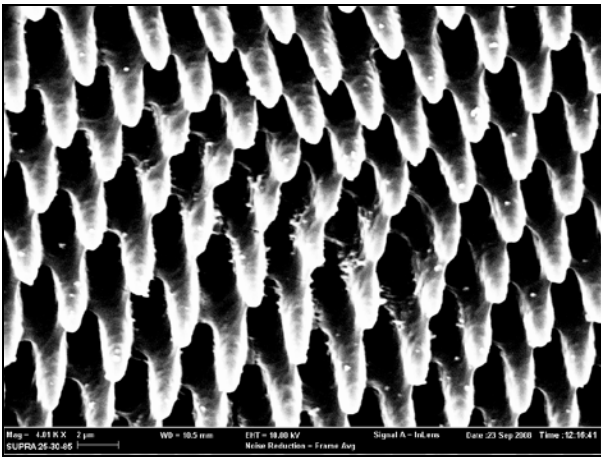


Рис.6. Электронная фотография трехмерной решетки с периодом 2,6 мкм

Значительное влияние на симметрию получаемых решеток оказывает также точность совмещения пучков при экспозициях. Так, при небольшом (менее 1мм) несведении пучков получаются картины, подобные приведенной на рис. 7. Период решетки на этом рисунке составляет 7,5мкм.

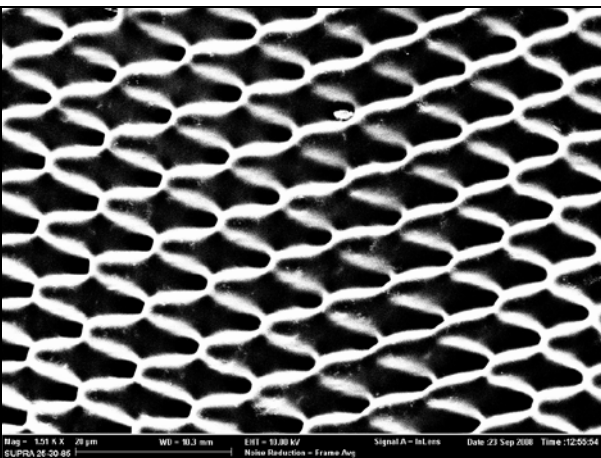


Рис.7. Электронная фотография трехмерной решетки с периодом 7,5 мкм при неточном сведении пучков

На рис.7 видна асимметрия решетки из-за различия доз разных экспозиций на данном участке решетки.

### Заключение

В данной работе продемонстрирована возможность синтеза трехмерных фотонных кристаллов методом интерференционной литографии в фоторезисте SU-8 при помощи излучения, слабо поглощаемого фоторезистом.

Исследовано влияние периода решетки, времен экспозиции, запекания и проявления на вид структуры. Получены трехмерные образцы с различным периодом структуры, имеющие орторомбическую симметрию.

### Благодарности

Работа выполнена при поддержке гранта президента Российской Федерации по поддержке ведущих научных школ НШ-3086.2008.9, гранта CRDF RVXO-014-SA-06 и гранта РФФИ 07-02-12134-офи.

### Литература

1. **Bykov, V. P.** Spontaneous emission in a periodic structure/ V. P. Bykov // Sov. Phys. JETP, 1972. -V. 35. -P. 269-273.
2. **Yablonovitch, Y.** Inhibited spontaneous emission in solid-state physics and electronics / Y. Yablonovitch // Phys. Rev. Lett. 1987, -Vol. 58, -P. 2059-2062.
3. **John, S.** Strong localization of photons in certain disordered dielectric superlattices / S. John // Phys. Rev. Lett. 1987. -Vol. 58. -P. 2486-2489.
4. **Wijnhoven J.E.G.J.** Preparation of photonic crystals made of air spheres in titania / Wijnhoven J.E.G.J., Vos W.L. // Science 1998. -Vol. 281. -P. 802-804.
5. A three-dimensional photonic crystal operating at infrared wavelengths / S.Y. Lin [and other] // Nature 1998. -Vol. 394. -P. 251-253.
6. Photonic band gaps in three dimensions: New layer-by-layer periodic structures / K.M. Ho [and other] // Solid State Communications 1994. -Vol. 89. -P. 413-416.
7. Large-scale synthesis of a silicon photonic crystal with a complete three-dimensional bandgap near 1.5 micrometres / A. Blanco, E. Chomski, S. Gratchak [and other] // Nature 2000 -Vol. 405. -P. 437-440.
8. Fabrication of photonic crystals for the visible spectrum by holographic lithography / M. Campbell [and other] // Nature 2000 -Vol. 404. -P. 53-56.
9. Holographic photonic crystals with diamond symmetry / D.N Sharp [and other] // Phys. Rev. B. 2003 -Vol. 68. -P. 205102.
10. Photonic crystals through holographic lithography: Simple cubic, diamond-like, and gyroid-like structures / C.K. Ullal [and other] // Appl. Phys. Lett. 2004. -Vol. 84. -P. 5434-5436.
11. **Toader, O.** Photonic Band Gap Architectures for Holographic Lithography / O. Toader, T.Y.M. Chan, S. John // Phys. Rev. Lett. 2004, -Vol. 92. -P. 439051-439054.
12. Three dimensional face-centered-cubic photonic crystal templates by laser holography: fabrication, optical characterization, and band structure calculations / Yu.V.Miklyaev [and other] // Appl. Phys. Lett. 2003, Vol.82, P.1284-1286.
13. **Пихуля, Д.Г.** Зонные структуры трехмерных фотонных кристаллов, получаемых методом интерференционной литографии / Д.Г.Пихуля, Ю.В.Микляев // Изв. РАН, Сер. Физическая, 2006, -Т. 70, -С.1972-1974.

## FABRICATION OF THREE-DIMENSIONAL PHOTONICS CRYSTALS BY INTERFERENCE LITHOGRAPHY WITH LOW LIGHT ABSORPTION

Yu.V. Miklyaev<sup>1</sup>, S.V. Karpeev<sup>2,3</sup>, P.N. Dyachenko<sup>2,3</sup>, V.S. Pavelyev<sup>2,3</sup>, S.D. Poletaev<sup>2</sup>

<sup>1</sup> South-Ural State University, Dept. of Optics and Spectroscopy, Chelyabinsk, Russia,

<sup>2</sup> S. P. Korolev Samara State Aerospace University, Samara, Russia,

<sup>3</sup> Image Processing Systems Institute RAS, Samara, Russia

### Abstract

Polymer templates of photonic crystals are fabricated by means of interference lithography. Gratings are recorded in SU-8 photoresist by He-Cd laser radiation at 442 nm wavelength. Radiation with this wavelength corresponds to low absorption in photoresist. This allows us to get homogenous illumination in depth of the photomaterial. Optimal parameters of exposition and photoresist processing are defined for fabrication of porous structures. The produced structures have orthorhombic symmetry.

**Key words:** photonic crystal, interference lithography, He-Cd laser, photoresist SU-8.

**Citation:** Miklyaev YuV, Karpeev SV, DyachenkoPN, PavelyevVS, PoletaevSD. Fabrication of three-dimensional photonics crystals by interference lithography with low light absorption. *Computer Optics* 2008; 32(4): 357-60.

**Acknowledgements:** The work was supported by the President of the Russian Federation in support of the leading schools of the NS-3086.2008.9, grant CRDF RVXO-014-SA-06 and RFBR grant 07-02-12134-ofi.

### References

- [1] Bykov VP. Spontaneous emission in a periodic structure. *Sov. Phys. JETP* 1972; 35: 269-273.
- [2] Yablonovitch Y. Inhibited spontaneous emission in solid-state physics and electronics. *Phys. Rev. Lett.* 1987; 58: 2059-2062.
- [3] John S. Strong localization of photons in certain disordered dielectric superlattices. *Phys. Rev. Lett.* 1987; 58: 2486-2489.
- [4] Wijnhoven JEGJ, Vos WL. Preparation of photonic crystals made of air spheres in titania. *Science* 1998; 281: 802-804.
- [5] Lin SY. A three-dimensional photonic crystal operating at infrared wavelengths. *Nature* 1998; 394: 251-253.
- [6] Ho KM. Photonic band gaps in three dimensions: New layer-by-layer periodic structures. *Solid State Communications* 1994; 89: 413-416.
- [7] Blanco A., Chomski E, Grabtchak S. Large-scale synthesis of a silicon photonic crystal with a complete three-dimensional bandgap near 1.5 micrometres. *Nature* 2000; 405: 437-440.
- [8] Campbell M. Fabrication of photonic crystals for the visible spectrum by holographic lithography. *Nature* 2000; 404: 53-56.
- [9] Sharp DN. Holographic photonic crystals with diamond symmetry. *Phys. Rev. B* 2003; 68: 205102.
- [10] Ullal CK. Photonic crystals through holographic lithography: Simple cubic, diamond-like, and gyroid-like structures. *Appl. Phys. Lett.* 2004; 84: 5434-5436.
- [11] Toader O, Chan TYM, John S. Photonic Band Gap Architectures for Holographic Lithography. *Phys. Rev. Lett.* 2004; 92: 439051-439054.
- [12] Miklyaev YuV. Three dimensional face-centered-cubic photonic crystal templates by laser holography: fabrication, optical characterization, and band structure calculations. *Appl. Phys. Lett.* 2003; 82: 1284-1286.
- [13] Pikhulya DG, Miklyaev YuV. Band structures of three-dimensional photonic crystals fabricated by interference lithography [In Russian]. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics* 2006; 70: 1972-1974.