

# Двулучепреломление инфракрасного света в искусственном кристалле, полученном с помощью анизотропного травления кремния

© Е.В. Астрова<sup>†</sup>, Т.С. Перова\*, В.А. Толмачев, А.Д. Ременюк, J. Vij\*, A. Moore\*

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,  
194021 Санкт-Петербург, Россия

\* Department of Electronic & Electrical Engineering, Trinity College,  
Dublin 2, Ireland

(Получена 11 сентября 2002 г. Принята к печати 11 сентября 2002 г.)

Методом жидкостного анизотропного травления кремния получены периодические структуры, представляющие собой глубокие узкие щели с вертикальными стенками. Экспериментально показано, что такая среда обладает свойствами отрицательного одноосного кристалла с оптической осью, лежащей в плоскости пластины, и характеризуется очень высокой оптической анизотропией в средней инфракрасной области спектра. Разность эффективных показателей преломления обыкновенного и необыкновенного лучей  $\Delta n$  около 1.5.

## 1. Введение

Интерес к оптическим свойствам пористых периодических структур на основе кремния обусловлен их перспективностью для создания микрооптических элементов в кремниевом чипе. Воздушные промежутки в полупроводнике с высокой диэлектрической проницаемостью позволяют изготовить искусственную среду, у которой показатель преломления  $n$  изменяется в одном, двух или трех измерениях. Если период этих изменений  $a$  соизмерим с длиной световой волны, то может быть получен одно-, двух- или трехмерный фотонный кристалл [1]. Кроме того, такие периодические структуры обладают искусственной оптической анизотропией. Ее появление в оптически изотропном кристалле обусловлено наличием полостей с преимущественной ориентацией вдоль одного из направлений, так называемой анизотропией формы [2]. Так, в двумерном фотонном кристалле на основе макропористого кремния [3] это цилиндрические каналы, вытянутые параллельно кристаллографической оси  $\langle 100 \rangle$ . Образующаяся в этом случае среда обладает высокой анизотропией эффективного показателя преломления. Однако поскольку ее оптическая ось направлена перпендикулярно плоскости пластины, работа с таким кристаллом затруднительна, так как образец приходится освещать со стороны довольно тонкого торца. Более удобный объект был предложен в работах [4,5]. Это микро- и мезопористый кремний, полученный анодированием Si, ориентированного в плоскости  $(110)$ . В этом случае оптическая ось кристалла расположена в плоскости пластины, что существенно удобнее, хотя анизотропия меньше.

В настоящей работе была изготовлена и исследована среда, представляющая собой периодическую систему глубоких и узких канавок (щелей) с вертикальными стенками (см. рис. 1, *a*). Двулучепреломление в ней про-

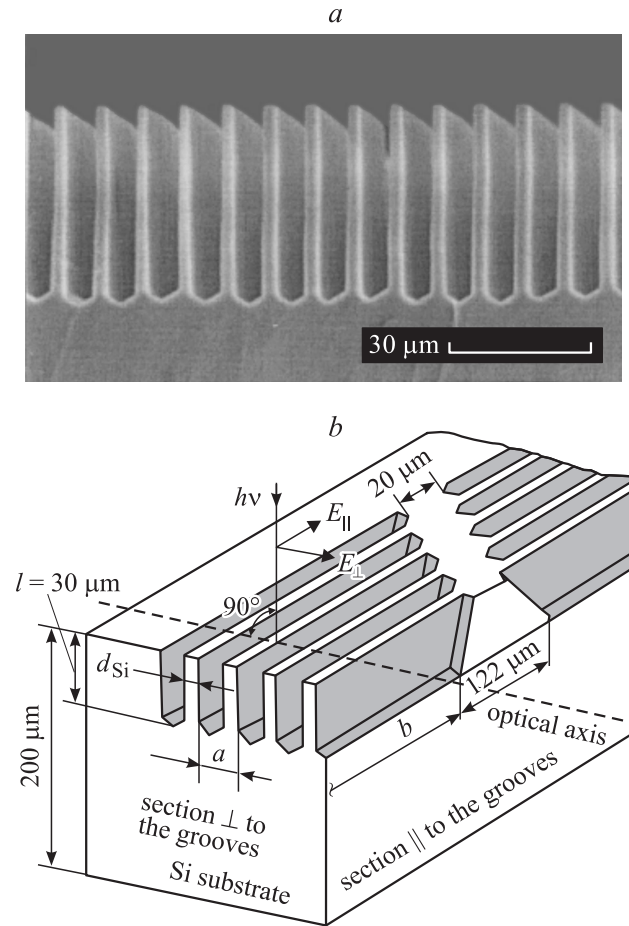
является при нормальном падении света на пластину, в то время как при освещении с торца перпендикулярно щелям такой материал ведет себя как одномерный фотонный кристалл [6,7].

## 2. Эксперимент

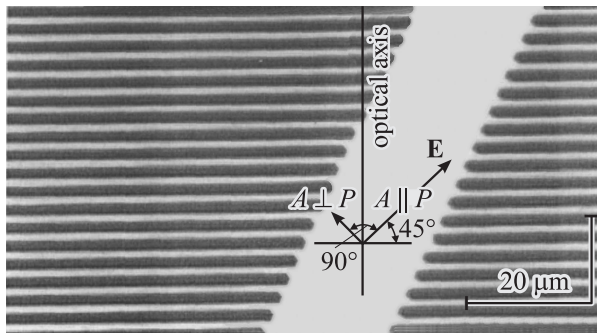
Для получения структуры была использована технология жидкостного анизотропного травления пластин кремния, ориентированных в плоскости  $(110)$  [8,9]. Щели располагаются вдоль направления  $\langle 111 \rangle$  и образуют решетку с периодом  $a$ , равным 4, 5 и 6 мкм для разных образцов. Вертикальные стенки толщиной  $d_{Si} = 1.0, 1.2$  и 1.4 мкм соответственно чередуются с воздушными зазорами глубиной 1–30 мкм, при этом общая толщина пластины 200 мкм (рис. 1, *b*). Для увеличения механической прочности тонких кремниевых стенок между щелями длиной 400 мкм оставлены полосы сплошного кремния, ширина которых у поверхности составляет 20 мкм. Вследствие особенностей анизотропного травления ширина этих полосок увеличивается с глубиной и составляет 120 мкм вблизи границы с кремниевой подложкой.

Оптические измерения щелевых структур проводились на фурье-спектрометре Digilab FTS-60A в спектральном диапазоне  $450\text{--}6000\text{ см}^{-1}$  с разрешением  $8\text{ см}^{-1}$ . Спектры пропускания и отражения в поляризованном свете записывались при нормальном падении света на поверхность пластины. Вектор электрического поля  $E$  падающей волны ориентировался либо параллельно, либо перпендикулярно щелям, как показано на рис. 1, *b*, что соответствует распространению в искусственном кристалле, соответственно, обыкновенного ( $o$ ) и необыкновенного ( $e$ ) лучей. Для измерения разности  $\Delta n$  эффективных показателей преломления  $o$ - и  $e$ -лучей использовалась классическая схема измерения пропускания света с диагональной поляризацией. Для

<sup>†</sup> E-mail: east@mail.ioffe.ru



**Рис. 1.** Щелевой кремний: *a* — изображение в сканирующем электронном микроскопе (сечение перпендикулярно щелям), *b* — образец в разрезе и схема оптических измерений в поляризованном свете.

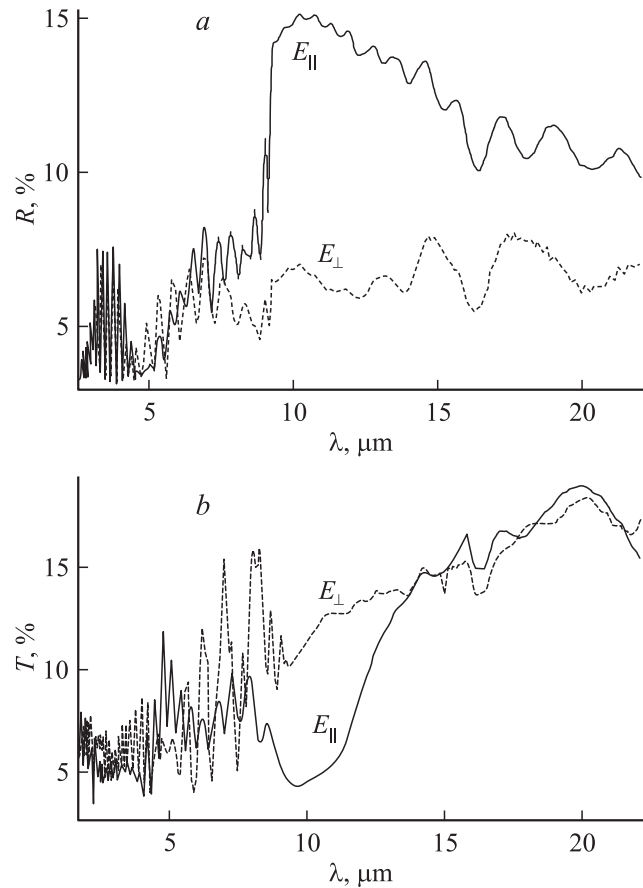


**Рис. 2.** Вид сверху в оптическом микроскопе. Стрелками показано положение поляризатора и анализатора при исследовании пропускания света с диагональной поляризацией.

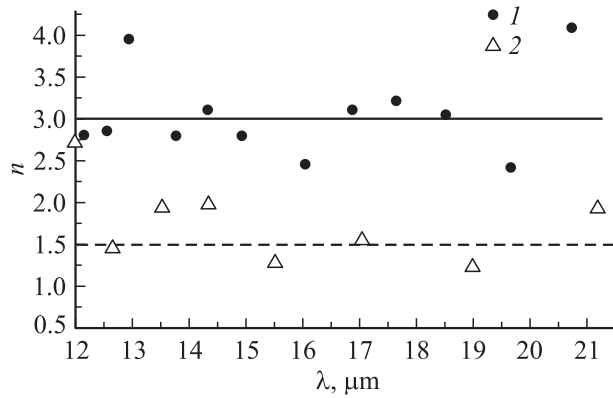
этого поляризатор  $P$ , располагавшийся перед образцом, поворачивался на угол  $45^\circ$  к главным направлениям искусственного кристалла, а анализатор  $A$ , располагавшийся после образца, устанавливался параллельно либо перпендикулярно по отношению к поляризатору (рис. 2) [см., например, 10].

### 3. Результаты и их обсуждение

Рассмотрим в качестве примера спектры для щелевого Si с периодом  $a = 6$  мкм. На рис. 3, *a* приведены спектры отражения, полученные при разной поляризации света: когда вектор электрического поля параллелен  $E_{||}$  и перпендикулярен  $E_{\perp}$  щелям, что соответствует распространению внутри кристалла обыкновенной и необыкновенной световых волн, а на рис. 3, *b* — их же спектры пропускания. Спектры характеризуются биениями в коротковолновой области, исчезающими при переходе в область, где длина волны света больше периода решетки искусственного кристалла  $\lambda > a$ . Полоса при  $\lambda = 16$  мкм обусловлена поглощением за счет многофоновых переходов в кристаллическом кремнии. Хорошо видно, что для света с разной поляризацией спектры сильно отличаются друг от друга: отражение при  $E_{||}$  выше, чем при  $E_{\perp}$ . Из чего можно сделать вывод о том, что показатель преломления обыкновенного луча больше, чем необыкновенного  $n_o > n_e$ , т.е. щелевой кремний является эффективной средой, представляющей собой отрицательный одноосный кристалл, ось которого



**Рис. 3.** Спектральная зависимость отражения (*a*) и пропускания (*b*) образца 24а6 для двух поляризаций  $E_{||}$  и  $E_{\perp}$ , соответствующих распространению обыкновенного и необыкновенного лучей.



**Рис. 4.** Спектральная зависимость эффективного показателя преломления обыкновенного и необыкновенного лучей, полученная из спектров отражения рис. 3, а. 1 —  $n_0$ , 2 —  $n_e$ . Образец 24а6.

перпендикулярна кремниевым стенкам. Вообще говоря, приближение эффективной среды справедливо при  $\lambda \gg a$ . В нашем же случае даже в длинноволновой части спектра и для наименьшего  $a = 4$  мкм  $\lambda \approx 5a$ , поэтому, характеризуя щелевой Si с помощью эффективных показателей преломления, будем рассматривать в основном область  $\lambda > 12$  мкм. При внимательном рассмотрении на спектрах пропускания и отражения кое-где видны мелкие частые колебания, обусловленные интерференцией света на подложке. Кроме того, видно, что спектры отражения при  $\lambda > 8$  мкм промодулированы колебаниями с большим периодом, соответствующим интерференции на щелевом слое толщиной 30 мкм (рис. 1, b). Из положения соседних экстремумов этих колебаний были найдены эффективные показатели преломления для обыкновенного  $n_0$  и необыкновенного  $n_e$  лучей по формуле

$$n_{o,e} = \frac{10^4}{4l(\nu_1 - \nu_2)}, \quad (1)$$

где  $\nu_1$  — волновое число, соответствующее максимуму,  $\nu_2$  — ближайшему к нему минимуму. Полученные значения  $n_0$  и  $n_e$  в зависимости от длины волны приведены на рис. 4.

Пропускание, записанное при диагональной поляризации для параллельных и скрещенных  $A$  и  $P$ , приведено на рис. 5. Видно, что наблюдаемые колебания находятся в противофазе: спектральное положение максимумов для  $A \perp P$  совпадает с положением минимумов для  $A \parallel P$ , что обусловлено разной скоростью распространения в кристалле обыкновенной и необыкновенной волн и возникающей на выходе щелевого слоя разности фаз. Для  $A \parallel P$

$$\Delta_{\parallel} = \frac{2\pi l}{\lambda} (n_0 - n_e) = \frac{2\pi l}{\lambda} \Delta n. \quad (2)$$

Для  $A \perp P$

$$\Delta_{\perp} = \frac{2\pi l}{\lambda} \Delta n + \pi. \quad (3)$$

Откуда для двух соседних экстремумов при  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$  любого из этих двух спектров разность фаз равна  $\pi$

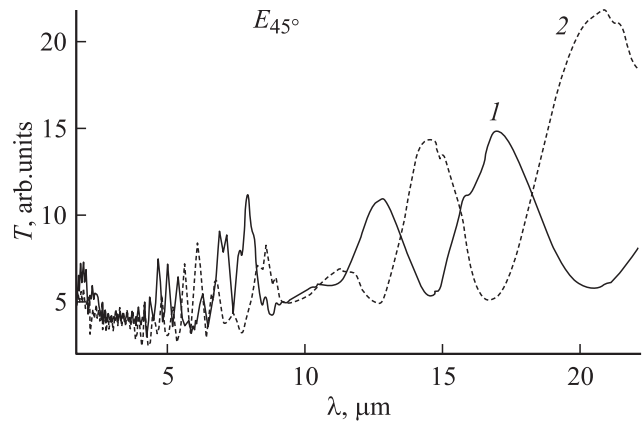
$$\frac{2\pi l}{\lambda_1} \Delta n - \frac{2\pi l}{\lambda_2} \Delta n = \pi, \quad (4)$$

т. е.

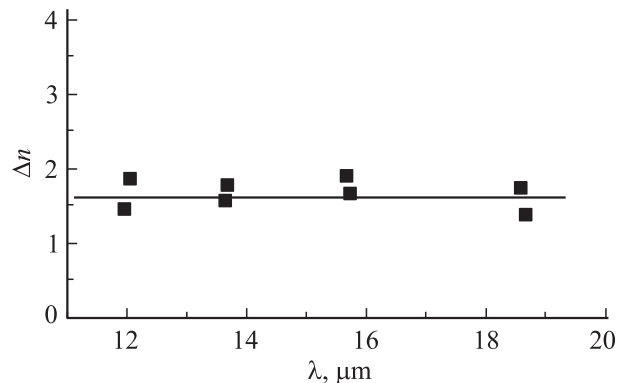
$$\Delta n = \frac{10^4}{2l(\nu_1 - \nu_2)}. \quad (5)$$

Найденные таким образом значения  $\Delta n = f(\lambda)$  приведены на рис. 6. Получается, что при  $\lambda > 12$  мкм  $\Delta n = 1.5$ , что примерно равно разности  $n_0 - n_e$ , найденной из спектров отражения для  $E_{\parallel}$  и  $E_{\perp}$  (рис. 3, а), и характеризует среду как сильно анизотропную. Следует отметить, что структуры с другими периодами искусственной решетки  $a = 4$  и 5 мкм демонстрируют аналогичные результаты (см. таблицу).

Теоретически задача об анизотропии формы в приближении системы тонких параллельных пластин рассмотрена в [2]. В предположении, что размеры кремниевых ребер  $l$  и  $b$  (рис. 1, b) велики, а толщина стенок  $d_{Si}$



**Рис. 5.** Спектр пропускания света с диагональной поляризацией через образец 24а6 для двух разных положений анализатора: параллельно (1) и перпендикулярно (2) поляризатору.



**Рис. 6.** Спектральная зависимость разности эффективных показателей преломления обыкновенного и необыкновенного лучей  $\Delta n$ , полученная из спектров пропускания света с диагональной поляризацией рис. 5. Образец 24а6.

№ образца	$a$ , мкм	$d_{Si}$	$p$	Расчет для $\lambda \gg a, l \gg \lambda$			Эксперимент			
				$n_o$	$n_e$	$n_o - n_e$	$n_o$	$n_e$	$n_o - n_e$	$\Delta n$
24a4	4	1	0.75	1.92	1.14	0.78	2.9	1.4	1.5	1.4
24a5	5	1.2	0.76	1.89	1.13	0.76	2.8	1.3	1.4	1.5
24a6	6	1.4	0.77	1.86	1.12	0.74	3.0	1.5	1.5	1.6
24a6LC*	6	1.4		2.16	1.77	0.39	—	—	—	1.0

\* $n_{LC} = 1.6$ .

и промежутков между ними  $d_{air} = a - d_{Si}$  много меньше  $\lambda$ , получаются простые выражения для эффективной диэлектрической проницаемости:

для  $\mathbf{E}_\perp$

$$\varepsilon_\perp = \frac{\varepsilon_1 \varepsilon_2}{f_1 \varepsilon_2 + f_2 \varepsilon_1} \quad (6)$$

и для  $\mathbf{E}_\parallel$

$$\varepsilon_\parallel = f_1 \varepsilon_1 + f_2 \varepsilon_2, \quad (7)$$

где

$$f_1 = 1 - p = \frac{d_{Si}}{a}, \quad (8)$$

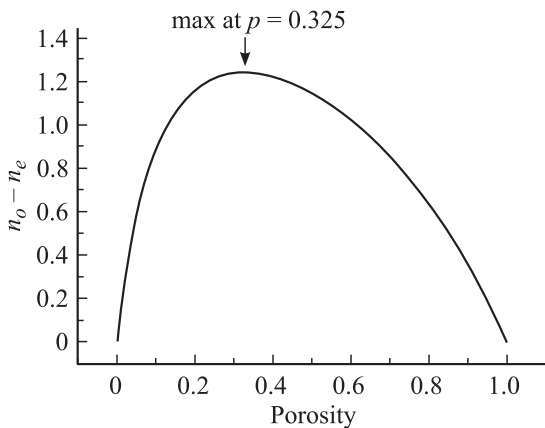
$$f_2 = \frac{d_{air}}{a} = p, \quad (9)$$

а  $p$  — фактор заполнения воздухом, или пористость. Разность двух эффективных диэлектрических проницаемостей всегда положительна

$$\varepsilon_\parallel - \varepsilon_\perp = \frac{f_1 f_2 (\varepsilon_1 - \varepsilon_2)^2}{f_1 \varepsilon_2 + f_2 \varepsilon_1} \geq 0, \quad (10)$$

что соответствует отрицательному одноосному кристаллу с  $n_e - n_o < 0$ .

Из приведенных формул следует, что максимальный эффект двулучепреломления в такой системе  $\Delta n = 1.24$  следует ожидать при пористости  $p = 0.325$  (см. рис. 7), что для структуры с  $a = 6$  мкм соответствует  $d_{Si} = 4.05$  мкм и  $d_{air} = 1.95$  мкм, т.е. более толстым Si-стенкам и более узким щелям, чем были изготовлены в рамках настоящей работы.



**Рис. 7.** Расчетные значения  $\Delta n$  для искусственного кристалла, состоящего из системы равноотстоящих узких бесконечных плоскостей кремния в зависимости от пористости  $p$ . Расчет по формулам (6)–(9).

В таблице приведены расчетные значения  $n_o$ ,  $n_e$  и  $p$ , полученные по формулам (6)–(9), и экспериментальные данные для  $n_o$ ,  $n_e$  и  $\Delta n$ . Знак  $\Delta n$  согласуется с экспериментальными данными, в то время как абсолютные значения экспериментальных  $n_o$ ,  $n_e$  и  $\Delta n$  много больше расчетных. Большой разброс точек на зависимостях  $n_{o,e}$  и  $\Delta n = f(\lambda)$  не позволяет проследить за тенденцией изменения эффективных показателей преломления в структурах с разным периодом и пористостью. Однако заполнение щелей образца 24a6 жидким кристаллом E7 позволило сильно изменить диэлектрическую постоянную от  $\varepsilon_2 = 1$  для воздуха до  $\varepsilon_{LC} = 2.56$  (так как для этого жидкого кристалла в изотропном состоянии  $n_{LC} = 1.6$ ). В таком композитном материале анизотропия заметно уменьшилась до  $\Delta n \approx 1$ . Расчет также дает уменьшение анизотропии при снижении контраста по показателю преломления (см. таблицу). Причина большого превышения экспериментальных значений  $\Delta n$ ,  $n_o$  и  $n_e$  над расчетом пока не понятна. Если повышенные экспериментальные  $n_o$  и  $n_e$  можно частично отнести за счет неполной площади образца, занятого щелями (95% у поверхности и 71% вблизи дна щелей), то анизотропия  $\Delta n$  за счет этих же факторов должна уменьшиться относительно расчетной, а не увеличиться. По-видимому, расчетные величины, полученные в приближении, когда  $\lambda \gg a$  и  $l \gg \lambda$ , не вполне корректно сравнивать с данными настоящего эксперимента.

## 4. Заключение

В заключение отметим, что в результате проделанной работы был разработан и изготовлен отрицательный одноосный кристалл, в котором экспериментально обнаружена очень высокая оптическая анизотропия. Она составляет величину  $\Delta n \approx 1.5$  при пористости  $p = 0.77$ , или в относительных единицах  $\frac{\Delta n}{(n_o + n_e)/2} \approx 66\%$ , что существенно превышает ранее полученные значения для макро- и мезопористого кремния  $\Delta n = 0.366$  [3] и  $\Delta n = 0.25$  [4,5] соответственно. Для сравнения можно также указать, что естественный кристалл исландского шпата  $\text{CaCO}_3$  имеет  $\Delta n = 0.172$  ( $\sim 11\%$ ) [11]. Важным преимуществом полученного материала является также то, что его оптическая ось лежит в плоскости пластины. Кроме того, при правильном выборе геометрических параметров структуры может быть получена еще более высокая анизотропия.

Авторы признательны сотрудникам МГУ им. Ломоносова В. Тимошенко, П. Кашкарову и Л. Голованю, а также сотрудникам ФТИ им. Иоффе Л. Белякову, И. Ланг и Л. Коровину за интерес к работе и полезное обсуждение. Они благодарят Л. Границыну, Р. Дмитриеву и Д. Потапову за помощь в приготовлении образцов и проведении эксперимента.

Работа выполнена благодаря гранту по программе международного сотрудничества IC/2001/042 Enterprise Ireland и при поддержке проектов INTAS № 01-0642, РФФИ № 00-15-96770, программ Министерства промышленности и науки „Физика твердотельных наноструктур“ и „Создание компонент сетей связи, программного обеспечения и базы данных фундаментальной науки и образования“.

## Список литературы

- [1] J.D. Joannopoulos, R.D. Meade, R.D. Winn. *Photonic Crystals* (Princeton University Press, 1995).
- [2] М. Борн, Э. Вольф. *Основы оптики* (М., Наука, 1970) с. 772.
- [3] F. Genereux, S.W. Leonard, H.M. van Driel, A. Birner, U. Gosele. *Phys. Rev. B*, **63**, 16 111 (R) (2001).
- [4] D. Kovalev, G. Polisski, J. Diener, H. Heckler, N. Kunzner, V.Yu. Timoshenko, F. Koch. *Appl. Phys. Lett.*, **78**, 916 (2001).
- [5] Л.П. Кузнецова, А.И. Ефимова, Л.А. Осминкина, Л.А. Головань, В.Ю. Тимошенко, П.К. Кашкаров. *ФТП*, **44**, 780 (2002).
- [6] В.А. Толмачев, Л.С. Границына, Е.Н. Власова, Б.З. Волчек, А.В. Нашекин, А.Д. Ременюк, Е.В. Астрова. *ФТП*, **36**, 996 (2002).
- [7] V. Tolmachev, T. Perova, J. Vij, E. Astrova, K. Verwick, A. Moore. *Proc. SPIE*, **4876** (2003).
- [8] D.L. Kendall. *Ann. Rev. Mater. Sci.*, **9**, 373 (1979).
- [9] Е.Г. Гук, А.Г. Ткаченко, Н.А. Токранова, Л.С. Границына, Е.В. Астрова, Б.Г. Подласкин, А.В. Нашекин, И.Л. Шульпина, С.В. Рутковский. *Письма ЖТФ*, **27** (9), 64 (2001).
- [10] С.Э. Фриш, А.В. Тиморева. *Курс общей физики*, т. 3. *Оптика, Атомная физика* (М., Физматгиз, 1961) с. 192.
- [11] Г.С. Ландсберг. *Оптика* (М., Наука, 1976) с. 496.

Редактор Л.В. Беляков

## Birefringence of infrared light in an artificial crystal obtained by anisotropic silicon etching

E.V. Astrova, T.S. Perova\*, V.A. Tolmachev, A.D. Remenyuk, J.Vij\*, A. Moore\*

Ioffe Physicotechnical Institute,  
Russian Academy of Sciences,  
194021 St. Petersburg, Russia

\* Department of Electronic & Electrical Engineering,  
Trinity College,  
Dublin 2, Ireland

**Abstract** Periodic structures of deep narrow grooves with vertical walls were prepared by the liquid anisotropic etching of silicon. It has been shown experimentally that the obtained media possesses properties of negative uniaxial crystal whose optical axis lies in the wafer plane. The media has huge optical anisotropy in the middle infrared spectral range. Difference in effective refractive indices of the ordinary and the extraordinary rays  $\Delta n$  is of about 1.5.