

# 3D-Strukturierung von Lithiumniobat



Holger Hartung<sup>1</sup>



Ernst-Bernhard Kley<sup>1,3</sup>



Thomas Gischat<sup>2</sup>



Frank Schrepel<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Institut für Angewandte Physik, Friedrich-Schiller-Universität Jena

<sup>2</sup> Institut für Festkörperphysik, Friedrich-Schiller-Universität Jena

<sup>3</sup> Fraunhofer IOF

Lithiumniobat ist aufgrund seiner speziellen Eigenschaften ein vielseitig interessantes optisches Material, dessen Strukturierung aber eine große Herausforderung darstellt. Lithiumniobat zeigt eine starke Widerstandsfähigkeit gegenüber Standard-Ätzverfahren, was es erschwert, hochpräzise Strukturen mit Strukturgrößen im Nanometerbereich sowie senkrechten Wänden zu realisieren, wie sie zum Beispiel für Photonische Kristalle benötigt werden.

Abbildung 1 zeigt eine Photonische Struktur, welche als abstimmbare Wellenleiterstruktur dient. Die angegebenen Dimensionen sind auf eine Wellenlänge von  $1,55 \mu\text{m}$  optimiert. Die laterale Wellenleitung wird durch eine sogenannte photonic-band-gap-Struktur erreicht, welche aus Löchern von  $300 \text{ nm}$  Durchmesser bei einem Lochabstand von  $620 \text{ nm}$  besteht. Für die vertikale Führung des Lichts innerhalb der Wellenleiterschicht ist ein Indexhub von mehr als  $0,4$  zu den oben und unten angrenzenden Materialien notwendig, was durch einen Luftschlitz unterhalb der Lithiumniobat-Membran gewährleistet wird. Die Membran selbst sollte eine Dicke von  $400 \text{ nm}$  haben, um eine monomodige Ausbreitung zu garantieren. Die Herstellung dieses Elements muss in zwei Schritten erfolgen: Herstellung der Löcher sowie Realisierung des Luftschlitzes.

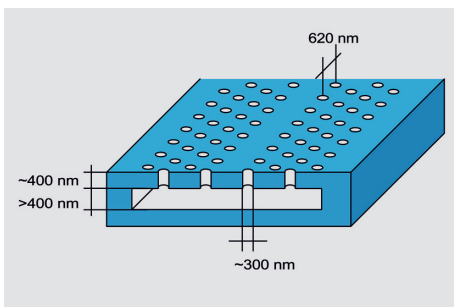
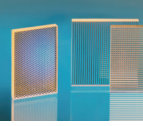


Abb. 1: Modell einer Photonischen Kristallstruktur in Lithiumniobat.

Fig. 1: Model of a photonic crystal structure to be fabricated in lithium niobate.

Ein viel versprechender neuer Ansatz für die hochpräzise Strukturierung von Lithiumniobat ist das Ionenunterstützte Ätzen (Ion Beam Enhanced Etching – IBEE). Dieses Verfahren besteht aus zwei Schritten: der Amorphisierung des Kristalls durch Ionenimplantation und dem anschließenden Herauslösen der amorphen Bereiche (Abb. 2). Im ersten Schritt wird das Lithiumniobat-Substrat mit hochenergetischen Ionen bestrahlt, welche in den Kristall eindringen und durch Stöße mit den Gitteratomen Defekte verursachen. Oberhalb eines bestimmten Schwellwerts der Defektkonzentration kann das Lithiumniobat im zweiten Schritt durch nasschemisches Ätzen in Flusssäure entfernt werden.

Die Verteilung der Defekte, welche von den implantierten Ionen verursacht werden, hängt von der Ionenmasse, der Ionenenergie, der Ionenfluenz und der Dichte des Substratmaterials ab. Ionen mit hoher Energie dringen tiefer in den Kristall ein und erzeugen eine maximale Defektkonzentration in tieferen Regionen als Ionen mit geringer Energie. Abbildung 3 zeigt die simulierte Defektkonzentration in Lithiumniobat, aufgetragen über der Tiefe bei der Implantation mit Argonionen verschiedener Energie. Die Simulation zeigt deutlich, wie sich das Maximum der Defektkonzentration bei steigender Ionenenergie verschiebt. Diese Abhängigkeit kann zur Erzeugung einer amorphen Schicht bestimmter Dicke genutzt werden. Um das Substrat von der Oberfläche bis zu der bestimmten Tiefe zu amorphisieren, muss eine mehrfache Implantation mit verschiedenen Ionenenergien erfolgen. Die schwarze Linie in Abb. 3 ist die Summendefektkonzentration nach einer Implantation in vier Schritten mit den dargestellten Ionenenergien. Mit dieser Vorgehensweise kann der Kristall von der Oberfläche bis zu einer Tiefe von  $500 \text{ nm}$  amorphisiert werden.



Lithium niobate is a versatile optical material because of its special properties. The structuring of the crystalline material is a very challenging task. It shows a high resistance against standard dry and wet etching processes, which makes it difficult to realize feature sizes in the nanometer range with high accuracy and sharp vertical profiles as are needed e.g. for photonic band gap structures.

Figure 1 shows an example of a photonic structure which could serve as a tunable wave guiding device. The feature sizes are optimized for a wavelength of 1.55  $\mu\text{m}$ . The lateral wave guiding is achieved by a photonic band gap structure. This structure consists of holes with a diameter of 300 nm and a hole distance of 620 nm. For trapping the light vertically inside the guiding layer an index-step of more than 0.4 is necessary. This is realized by an air slit below the lithium niobate membrane. The membrane itself should have a thickness of about 400 nm to ensure mono mode guiding. The fabrication of the device must be divided into two steps, the fabrication of the holes and the fabrication of the air slit.

A promising new approach for highly-precise structuring of lithium niobate is Ion Beam Enhanced Etching (IBEE). This process contains two steps: the amorphization of the crystal by ion implantation and, following, the removal of the amorphized regions (Fig. 2). For the first step the lithium niobate substrate is exposed to high energy ions. These ions penetrate into the crystal, lose energy by colliding with the crystal atoms and cause defects. Above a specific defect concentration the lithium niobate can be removed, in a second step, by wet chemical etching in hydrofluoric acid.

The defect concentration, which is caused by the implanted ions, depends on the ion mass, the ion energy, the ion fluency and the density of the substrate material. Ions with high energy generate a maximum defect concentration in deeper regions, with respect to the sample surface, than ions with low energy. Figure 3 shows the simulated defect concentration in lithium niobate as a function of the depth after the implantation of argon ions of several ion energies. The simulation illustrates how the depth of maximum defect concentration increases with increasing

ion energy. This dependence can be used to generate amorphous regions of defined thickness in a defined depth. In order to amorphize the lithium niobate crystal beginning from its surface down to a specific depth the implantation has to be done in several steps using several ion energies. The black line in Fig. 3 shows the sum defect concentration after four implantation steps assuming four different ion energies as given in the graph. With this implantation regime the crystal can be made amorphous from its surface down to a depth of about 500 nm.

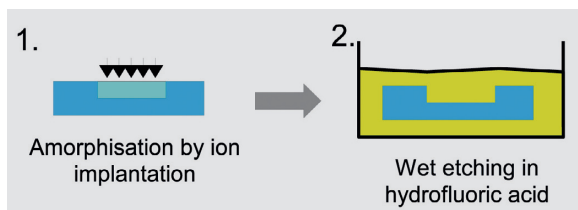
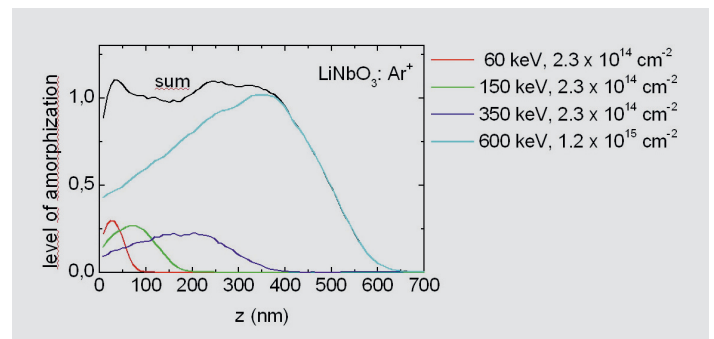


Abb. 2: Die zwei Schritte des Ion Beam Enhanced Etching Prozesses.

Fig. 2: The two steps of Ion Beam Enhanced Etching.

Bild 3: Simulierte Defektkonzentration bei Bestrahlung mit 60, 150, 350 und 600 keV Argonionen.

Fig. 3: Simulated defect concentration of 60, 150, 350, and 600 keV argon ions.



Der zweite Prozessschritt – das nass-chemische Ätzen der amorphen Bereiche – erfolgt mit einer 3,7-prozentigen Flusssäurelösung in einem Ultraschallbad bei 40 °C. Bei diesen Bedingungen beträgt die Ätzrate für vollständig amorphes Lithiumniobat 120 nm/min, im Gegensatz zu 0,1 nm/min für das kristalline Material. Daraus ergibt sich ein Ätzratenkontrast von über 1 000 : 1.

Für die Herstellung von Mikro- und Nanostrukturen, wie in Abb. 1 dargestellt, ist es notwendig, lateral ein Muster von amorphen und kristallinen Bereichen zu erzeugen. Dies wurde durch das Aufbringen einer strukturierten Maske auf dem Substrat realisiert. Die Bereiche, welche durch die Maske bedeckt sind, sind während des Implantationsschritts gegen die hochenergetischen Ionen geschützt. Um einen ausreichenden Schutz zu gewährleisten, ist es notwendig, dass die Maske dicker ist als die Eindringtiefe der Ionen in die Maskenschicht. Für die verwendeten Prozessparameter ergibt sich eine erforderliche Maskendicke von mindestens 500 nm oder 800 nm für Chrom beziehungsweise Quarzglas.

Für die Herstellung photonischer Elemente wurde Quarzglas als Maskenmaterial verwendet, welches mittels Elektronenstrahlolithographie und Ätzen strukturiert wurde. Es wurden Löcher mit einem Durchmesser von 400 nm und einer Tiefe von 500 nm in Lithiumniobat hergestellt (Abb. 4). In Abbildung 4a erkennt man senkrechte Seitenwände, welche mit herkömmlichen Ätzverfahren nicht herstellbar gewesen wären.

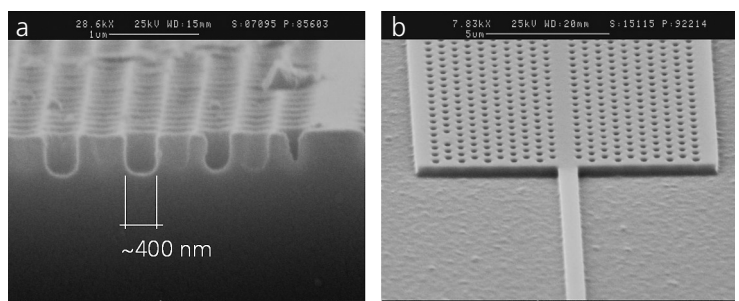
Die Herstellung des Luftschlitzes erfolgt durch Implantation von Helium-Atomen bei einer Temperatur von 100 K, um thermische Effekte bei der Implantation zu unterdrücken. Abbildung 5 zeigt die Defektkonzentration bei einer Ionenenergie von 200 keV bzw. 325 keV. Die Defektkonzentration steigt mit zunehmender Tiefe an und hat ihr Maximum bei 700 nm bzw. 950 nm Tiefe. Da die Defektkonzentration in der Nähe der Oberfläche gering ist, gibt es dort eine ungeschädigte und damit kristalline Schicht, deren Dicke von der Ionenenergie und der Ionenfluenz abhängt. Um die Schädigung innerhalb der Schicht gering zu halten, muss die Fluenz gering genug sein. Dadurch verringert sich die Ätzrate auf 30 nm/min.

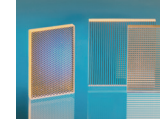
Durch Variation von Ionenenergie und Ionenfluenz konnten sowohl Lithiumniobat-Membranen als auch Luftschlitze mit Dicken von 200 nm bis 600 nm hergestellt werden (Abb. 6).

Die experimentellen Ergebnisse zeigen eindrucksvoll, dass IBEE zur Erzeugung hochauflöser photonischer Strukturen benutzt werden kann, was die Realisierung verschiedener photonischer Elemente ermöglicht. Um Strukturen wie das Wellenleiterelement in Abb. 1 zu realisieren, ist es notwendig, die Herstellung der Löcher und des Luftschlitzes zu kombinieren, was momentan experimentell durchgeführt wird.

Abb. 4:  
Photonic-band-gap-Strukturen,  
hergestellt mittels IBEE.

Fig. 4:  
Photonic-band-gap structures fabricated by IBEE.





The second IBEE step – the wet chemical etching of the amorphized regions – has been done using hydrofluoric acid with an acid concentration of 3.7 % at a temperature of 40 °C in an ultrasonic bath. At these conditions the measured etching rate for completely amorphous lithium niobate is 120 nm/min, compared to 0.1 nm/min for the crystalline lithium niobate. This corresponds to a contrast of more than 1000 : 1 for the etching process.

For fabrication of micro- and nano-structures as shown in Fig. 1 it is necessary to create a lateral pattern of partly amorphous and partly crystalline material. We realized this by applying a patterned mask layer on top of the substrate. Those regions that are covered by the mask material are protected against the high energy ions during the implantation step. In order to ensure sufficient protection the mask layer must be thicker than the penetration depth of the ions into the mask layer. For our process parameters

a minimum thickness of 500 nm and 800 nm was found for chromium and fused silica, respectively. The patterning of the mask itself can be done by photo- or electron beam lithography and standard etching processes. For the fabrication of photonic elements fused silica is used as mask material, which was structured by electron beam lithography and reactive ion etching. Holes with a diameter of 400 nm and a depth of 500 nm were fabricated in lithium niobate (Fig. 4). The image shows very vertical sidewalls which cannot be achieved with standard etching techniques.

The fabrication of the air slit was achieved using helium ions for implantation at a temperature of 100 K to avoid thermal effects on the implantation. Figure 5 shows the defect concentration at energies of 200 keV and 325 keV. The defect concentration increases with increasing depth with a maximum at a depth of 700 nm or 950 nm, respectively. Since the defect

concentration is low near the surface, there is an almost undisturbed and therefore still crystalline layer remaining at the sample surface. Its thickness depends on the ion energy and the fluency. To avoid serious damage within this layer the ion fluency must be low enough. This means that the etching rate decreases to 30 nm/min. By varying ion energy and ion fluency lithium niobate membranes with a thickness of 200 nm to 600 nm, and air slits with a thickness of 200 nm to 600 nm were fabricated (Fig. 6).

It has been impressively demonstrated how the IBEE can be used to realize small feature sized photonic structures, enabling the creation of various photonic devices. To create a structure like the wave guiding device in Fig. 1 it is necessary to combine the fabrication of the holes and the air slits. The experimental demonstration is still in progress.

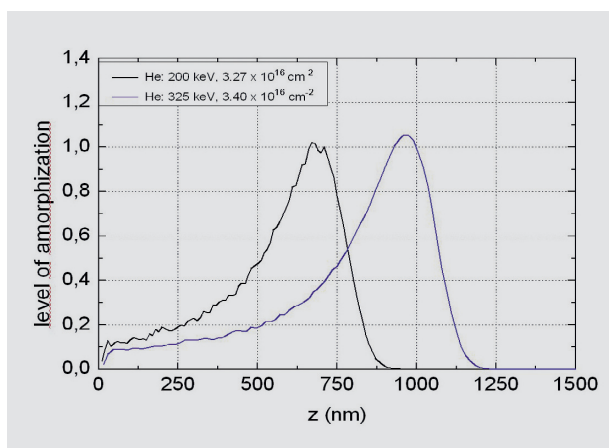


Bild 5:  
Defektkonzentration,  
verursacht durch 200 keV und 325 keV Heliumionen bei 100 K.

Fig. 5:  
Defect concentration caused by 200 keV and 325 keV helium ions at 100 K, respectively.

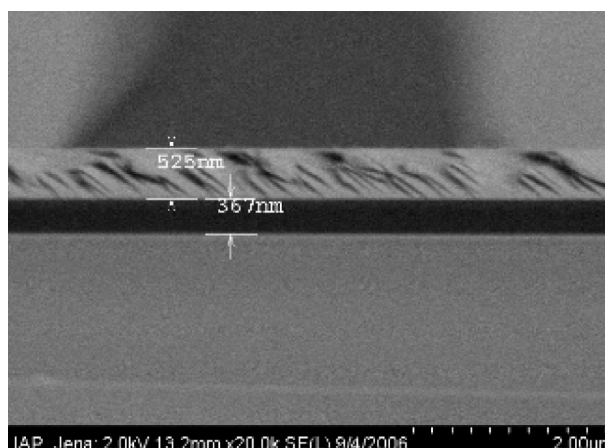


Bild 6:  
REM-Bilder der hergestellten Membran und des Luftschlitzes.

Fig. 6:  
SEM picture of the fabricated membrane and air slit.