ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ «МОСКОВСКИЙ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ имени М.В.ЛОМОНОСОВА»

ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ МГУ Кафедра общей физики

# Изучение влияния параметров профиля рельефа дифракционной решетки, сформированной на никелевой матрице, на ее дифракционную эффективность

Дипломная работа студента 605группы Сергиенко Александра Михайловича

Научный руководитель: к.ф.-м.н., доцент М.В. Семенов

Работа допущена к защите «\_\_\_» декабря 2013 г. Заведующий кафедрой общей физики д.ф-м.н., профессор А.М. Салецкий

### Москва 2013г.

Оглавление	
Введение	
Голограммы и методы их записи	5
Общие сведения	5
Голограммы: пропускающая и отражательная	7
Мера объемности голограммы	
Фазовая голограмма	9
Дифракционная эффективность	9
Голограмма Бентона	
Поверхностно-рельефные голограммы (ПРГ)	
Этапы производства	
Методика исследования	
Измерение ДЭ	
Измерение высоты рельефа ДР	
1. Измерение зависимости ДЭ ДР от времени экспонирован	ния 19
1.1 Измерение дифракционной эффективности ДР	
1.2 Измерение высоты рельефа ДР	
2. Измерение зависимости ДЭ ДР от концентрации прояви	теля и влияние типа
ДР (негатив или позитив) на ДЭ	
2.1 Измерение дифракционной эффективности ДР	
2.2 Измерение высоты рельефа ДР	

2.3 Выводы
3. Исследование ДР на различных этапах производства, при последовательном
реплицировании ДР
3.1 Исследование общей структуры рельефа голограмм в различных зонах
3.2 Измерение профиля рельефа голограмм на атомно-силовом
микроскопе47
3.3 Выводы73
4. Измерение степени деградации ДР при последовательном реплицировании
матрицы74
4.1 Измерение дифракционной эффективности
4.2 Измерение высоты рельефа ДР 81
4.3 Выводы
5. Результаты и практически рекомендации
5.1 ДЭ и время экспонирования 88
5.2 ДЭ и концентрация проявителя 88
5.3 Запись исходного изображения 88
5.4 Последовательное реплицирование
6. Список литературы

#### Введение

Данная работа была выполнена с целью выявления критических этапов в производственной цепочке радужных голограмм на предприятии ОАО НПО "Криптен", Дубна, Россия. Предпосылкой послужила невозможность объективной визуальной оценки качества дифракционных решеток (ДР) на различных этапах производства. В связи с этим было решено провести ряд исследовательско-измерительных работ с целью выявления технологических этапов производства наиболее влияющих на параметры (качество) ДР и, в конечном итоге, на готовую продукцию, для последующего анализа возможностей оптимизации данных этапов. **Цели:** 

- 1. Исследование влияния степени синусоидальности профиля решетки на ее ДЭ
- 2. Исследование изменения ДЭ решетки при ее последовательной репликации

#### Задачи:

- 1. Сборка стенда для измерения ДЭ
- Измерение высоты рельефа ДР никелевых матриц на атомно-силовом микроскопе
- Анализ полученных результатов и выработка рекомендаций для усовершенствования производства голограмм.

#### Голограммы и методы их записи

#### Общие сведения

Голограмма – это зарегистрированная интерференционная картина,

образованная волной от предмета и опорной волной [1].

Рассмотрим простейший случай — поле взаимодействия световых волн, исходящих из двух точечных монохроматических источников О1 и О2, находящихся в изотропной среде.



Стоячие световые волны, образованные в пространстве, окружающем два точечных источника О1 и О2

Пусть испускаемые ими световые волны поляризованы в одной плоскости (электрический вектор перпендикулярен плоскости рисунка) и имеют одинаковую частоту ν ( и круговую частоту ω = 2πν). Тогда в произвольной точке *M* световые колебания будут описываться уравнениями:

$$\begin{cases} x_1 = A_1 \cos(\omega t + \varphi_1) \\ x_2 = A_2 \cos(\omega t + \varphi_2) \end{cases}$$

Здесь А1 – амплитуда волны, дошедшей от О1 в точку М;

$$\varphi_1 = \varphi_{01} - 2\pi r_1 / \lambda \,,$$

где  ${arphi}_{01}$  - начальная фаза волны, испущенной точкой О1 , а  $2\pi r_1/\lambda$  -

запаздывание этой волны на пути от O1 до точки *М.* Обозначения для второй волны аналогичны.

 $x_2$ :

$$x = A_1 \cos(\omega t + \varphi_1) + A_2 \cos(\omega t + \varphi_2) = A \cos(\omega t + \varphi),$$

где

$$A^{2} = A_{1}^{2} + A_{2}^{2} + 2A_{1}A_{2}\cos(\varphi_{1} - \varphi_{2}).$$

Если значение  $\varphi_{01} - \varphi_{02}$  не меняется во времени, то волны *когерентны*.

Т.о. в пространстве образуется система неподвижных (стоячих) волн – интерференционная картина (ИК) [2]

Для регистрации голограммы необходимо ввести в область пространства, где существует интерференционная картина, регистрирующую среду И «сфотографировать» интерференционную картину, т.е. зарегистрировать распределение интенсивности излучения в данной области пространства. В готовой голограмме пространственное распределение интенсивности излучения в момент («фотографирования») будет преобразовано в пространственное записи распределение по крайней мере одного из параметров регистрирующей среды, используемой для записи голограммы (коэффициента поглощения, показателя преломления, толщины).

Таким образом, голограмма представляет собой зарегистрированную интерференционную структуру и может быть получена физическими методами в результате взаимодействия излучения с приемником (регистрирующей средой) или синтезирована с использованием иных методов (например, методов вычислительной техники). Падающее на голограмму излучение в результате дифракции на ее структуре преобразуется в восстановленную (дифрагированную) волну, параметры которой могут совпадать с одной из использованных для получения голограммы волн (например, объектной), а также находиться с ними в определенных соотношениях (например, сопряженные волны).

В простейшем случае взаимодействия двух когерентных плоских волн  $I_1$  и  $I_2$  голограмма называется элементарной и представляет собой одномерную решетку толщиной Т, в которой изменение параметров среды происходит по координате х. При этом расстояние между соседними максимумами интенсивности в регистрируемой интерференционной картине d =  $\lambda/(\sin\theta_1 + \sin\theta_2)$ , где  $\lambda$  - длина волны регистрируемого излучения,  $\theta_1$  и  $\theta_2$  - углы падения интерферирующих волн  $I_1$  и  $I_2$  на

регистрирующую среду (на рисунке ниже приведена симметричная схема записи голограммы, где  $\theta_1 = \theta_2 = \theta$ ). Элементарная голограмма, полученная в линейной регистрирующей среде, является синусоидальной решеткой, а параметр d в этом



Элементарная голограмма:

а – направление распространения интерферирующих пучков;

б – одномерная решетка с периодом d, полученная в регистрирующей среде с толщиной Т;

в - распределение интенсивности оси х (в направлении вектора решетки, который коллинеарен оси х) [4]

случае определяет период изменения оптических постоянных в голограмме, то есть ее пространственную частоту.

Элементарные голограммы являются хорошо изученной и удобной моделью для количественных оценок и аналитического описания процессов получения и считывания голограмм. Произвольную голограмму в ряде случаев можно представить в виде суперпозиции элементарных голограмм с различными Важнейшими параметрами. характеристиками, определяющими свойства полученных голограмм, являются: период голограммы (d), или ее излучения в интерференционной картине по пространственная частота (v = 1/d), толщина голограммы (T), характер

отклика регистрирующей среды на воздействие излучения (фотоотклик), ориентация изофазных поверхностей интерференционной картины относительно границ голограммы. В зависимости от спектрального состава регистрируемого излучения различают монохромные голограммы - полученные при использовании излучения только одной длины волны и цветные – полученные при использовании излучения, содержащего несколько длин волн.

#### Голограммы: пропускающая и отражательная

Важным моментом при получении голограмм является ориентация (PC) интерференционной регистрирующей среды относительно картины, позволяющая получать при регистрации сформированной ИК либо пропускающие, либо отражательные голограммы.

Пропускающие голограммы. При ориентации регистрирующей среды таким образом, что интерферирующие пучки падают на ее поверхность с одной стороны, регистрируют так называемые пропускающие голограммы. При освещении пропускающей голограммы дифрагированная волна наблюдается в проходящем свете.

**Отражательные голограммы.** При падении интерферирующих пучков на PC с разных сторон зарегистрированная голограмма представляет собой отражательную голограмму, при освещении которой дифрагированная волна наблюдается в отраженном свете.

#### Мера объемности голограммы

Соотношение между пространственной частотой (v) и толщиной (T) определяет меру объемности голограммы и ее важнейшие свойства: угловую и спектральную селективность, дифракционную эффективность и др. При Tv→O голограмма является двумерной, при Tv → ∞ – трехмерной.

Голограмма двумерная (плоская, 2D) — голограмма, при рассмотрении которой можно пренебречь эффектами, связанными с ее конечной толщиной. При освещении двумерной голограммы образуются по крайней мере две дифрагированные волны (+1 и -1 порядков дифракции), которые формируют действительное изображение объекта (k = +1), и мнимое изображение (k = -1), а также присутствует волна нулевого порядка дифракции (k = 0). В большинстве практических случаев происходит образование большего количества порядков дифракции.

Большое значение при получении двумерных голограмм имеет характер фотоотклика регистрирующей среды, обеспечивающий линейный, либо нелинейный режим записи интерференционной картины. Регистрация голограммы в линейном режиме обеспечивается в случае, когда амплитуда модуляции оптического параметра в голограмме прямо пропорциональна интенсивности излучения. Двумерные голограммы-решетки принципиально не отличаются от таких традиционных оптических элементов, как классические дифракционные решетки. Голография значительно расширила возможности изготовления дифракционных решеток с самыми различными параметрами. Например, голографический метод значительно облегчил получение дифракционных решеток с синусоидальным распределением модулируемого оптического параметра (показателя преломления,

коэффициента поглощения или оптической толщины среды). Такие решетки позволяют получать только два дифракционных порядка (+1-й и -1-й), в отличие от нарезных решеток с прямоугольным профилем штриха.

Голограмма трехмерная (объемная, 3D) – голограмма, при освещении которой формируется только один дифракционный порядок (-1)-й. При этом толщина голограммы намного превышает пространственный период изменения ее оптических параметров. Трехмерная голограмма обладает угловой и спектральной селективностью, что обеспечивает возможность воспроизведения в дифрагированной волне не только амплитуды и фазы объектной волны, но также и ее спектрального состава. [1]

#### Фазовая голограмма

Фазовой принято называть голограмму, если она получена в регистрирующей среде, в которой под воздействием интерференционного поля произошли изменения показателя преломления или толщины материала. Таким образом, дифракция излучения на фазовой голограмме обусловлена модуляцией (периодическим изменением) показателя преломления среды либо модуляцией (периодическим изменением) толщины среды (рельефографические материалы). фазовые Статические голограммы получают на галогенидосеребряных фотографических материалах (с применением постэкспозиционной обработки, преобразующей проявленное серебро в соли серебра, прозрачные в видимом диапазоне спектра), фотоматериалах на основе бихромированной желатины, фотополимерах и других.

Регистрирующие среды (или светочувствительные материалы), в которых распределение интенсивности излучения в регистрируемом световом поле преобразуется в распределение изменения показателя преломления среды, носят название «фоторефрактивные регистрирующие среды».

#### Дифракционная эффективность

Важным параметром голограммы является её дифракционная эффективность. **Дифракционная эффективность** голограммы определяется как отношение мощности светового потока, формирующего изображение объекта, записанного на голограмме, к мощности потока опорной световой волны.

Дифракционная эффективность голограмм представляет собой параметр, который сродни коэффициенту полезного действия, широко используемому в физике и технике. Различные виды голограмм обладают различной дифракционной эффективностью

Максимальная ДЭ тонкой фазовой голограммы:

$$\tilde{\eta}_{max} \approx 33,9\%$$
 [3]

#### Голограмма Бентона

голограмма (радужная голограмма) Бентона \_ голограмма сфокусированного изображения, допускающая восстановление объектной волны источником излучения со сплошным спектром (лампа накаливания, Солнце) за счет ограничения пространственного спектра объекта в одном (как правило, вертикальном) направлении. Снижение параллакса в вертикальном направлении практически незаметно для наблюдателя, который за счет зрения двумя глазами ощущает параллакс в горизонтальном направлении. Радужная голограмма позволяет наблюдать четкое цветное изображение объекта (в отличие от размытого изображения объекта при использовании голограммы, полученной без ограничения пространственного спектра объектной волны). При этом цвет изображения зависит от положения глаз наблюдателя и не связан с цветом объекта. Радужные голограммы получили широкое распространение в качестве изобразительных голограмм, элементов кодирования, маркировки, различных украшения полиграфической продукции и для повышения защищенности от подделок документов, ценных бумаг и товарных знаков. Широкое применение радужных голограмм связано с возможностью использования для их регистрации светочувствительных материалов, образующих поверхностный рельеф (рельефографические материалы), что позволяет производить массовое копирование таких голограмм контактным способом. Метод получения радужных голограмм был предложен С.А. Бентоном (S.A. Benton) в 1976г. [4]

Радужные голограммы позволяют сократить избыточную информацию изобразительной голограммы за счет пренебрежения информацией о вертикальном параллаксе и представляют собой наиболее удачное решение в данном

направлении - это двумерные голограммы, зарегистрированные на тонкослойных светочувствительных материалах (толщиной менее 20мкм), допускающие восстановление белым светом. Восстановленное изображение объекта не имеет вертикального параллакса и меняет цвет при изменении угла наблюдения.

Главной особенностью таких голограмм является возможность получения фазовой модуляции за счет образования поверхностного рельефа регистрирующей среды, что позволяет производить копирование таких голограмм контактным способом и получать всем известные радужные голограммы, переливающиеся всеми цветами радуги в белом свете и используемые в качестве значков, наклеек, этикеток и т.д.

Радужные голограммы положили начало «Защитной голографии» технического направления, которое бурно развивается в настоящее время и связано с использованием голограмм для защиты от подделок продукции и документов. [4]

## Поверхностно-рельефные голограммы (ПРГ)

В настоящее время для записи ПРГ используют две основные методики:

- 1) дот-матрикс голограммы (ДМГ)
- 2) фрейм-матрикс голограммы (ФМГ)

**ДМГ** (или дифракционные оптически меняющиеся изображения) состоят из массива хорошо дифрагирующих точек. Точки ДМГ имеют одинаковый дифракционный шаблон. Шаг ДР и ее ориентация может меняться или не меняться от точки к точке, в зависимости от того что мы хотим получить.

**ФМГ** состоят из массива микроизображений ДР (массива фреймов). Фрейм – это единичный "пиксель" голографического изображения. Изображение внутри фрейма может состоять из однородных решеток или произвольно расположенных различных решеток (с разным шагом и ориентацией). Вся совокупность микрофреймов образует суммарную голограмму. [5]



6 мкм точки at 2,400 dpi записанные на установке Sparkle Фото Ahead Optoelectronics



Фрагмент фрейма, записанного на KineMax, (размер области 145x120мкм) Фото НПО Криптен

На предприятии ОАО НПО "Криптен" ПРГ записываются методом ФМГ, который реализован в коммерческой установке KineMax (пр-ва Polish Holographic systems см рисунок ниже). Установка может записывать фрейм-пиксели любой формы Разрешение изображения составляет 24,000 dpi. Размер дот-матрикс фрейма 230x150мкм [5][6]



#### Принципиальная схема устройства KineMax [6]

Diode laser — диодный лазер (440нм) Shutter - затвор Beam expander — расширитель пучка SLM — пространственный световой модулятор(ЖК) Fourier filter — фурье фильтр Reduced image of SLM on photoresist — уменьшенное изображение ЖК на фоторезисте Итак, голограммы о которых пойдет речь в дипломе, это – 2D поверхностнорельефные фазовые голограммы, состоящие из фреймов изображений.

Образцы радужных голограмм записанных ОАО "НПО Криптен" на установке KineMax:

#### Этапы производства

Выпуску готовой продукции предшествует ряд технологических операций при которых из исходного цифрового изображения, макета голограммы, создается рабочая-матрица при помощи которой происходит тиснение голограмм на пленку, т.е. выпуск конечного продукта.

№ этапа	Носитель	Изображение	Профиль
(1)	Стекло	Негативное	
(2)	Металл со стекла	Позитивное	
(3)	Сингл	Негативное	
(4)	Клише	Позитивное	
(5)	Рекомбинированный пластик	Негативное	
(6)	Большая матрица	Позитивное	
(7)	Мастер-матрица	Негативное	
(8)	Рабочая матрица	Позитивное	
(9)	Готовая продукция	Негативное	

(!) Исходное изображение может быть записано как негативным так и позитивным рельефом. В таблице приведены сведения для производственного процесса начинающегося с негативного изображения, для позитивного – все будет аналогично, только порядок профиля поменяется.

Производственный процесс начинается с записи негатива изображения при помощи установки KineMax на слой фоторезиста, нанесенного на стеклянную подложку, и последующего проявления фоторезиста в проявителе AZ-303 (1). После этого со "стекла" снимается позитивная гальваническая копия изображения (2) – "*металл со стекла*" (является исходной единицей в технологической цепочке и пожизненно хранится на складе). Следующей операцией является получение, гальваническим способом, негативной копии изображения с металла т.н. "*сингл*" (3),

который служит промежуточным звеном для изготовления, опять же гальваническим способом, "клише" (4). Клише является позитивным отпечатком изображения. Оно монтируется на установку рекомбинации, которая тиснит негативные копии изображения в пластике. В конце данной операции мы получаем матрицу негативных изображений на пластиковой подложке – "рекомбинированный пластик" (5). Далее снимается позитивная гальваническая копия матрицы – "большая матрица", которая, как и металл со стекла, поступает на пожизненное хранение (6). Т.к. большая матрица является единицей хранения, необходимо гальваническим способом изготовить с нее негативную копию – "мастер матрицу" (7), с которой снимается необходимое количество (зависит от количества машин, на которых будет выполняться заказ) позитивных копий – "рабочих матриц" (8). Далее рабочие матрицы монтируются на валы установки тиснения конечной продукции на полимерных носителях (9).

#### Методика исследования

#### Измерение ДЭ

Для измерения дифракционной эффективности ДР была собрана оптическая система (рис. 1, 2) реализующая ортогональное падение лазерного излучения He— Ne лазера ГH-60 фирмы «Плазма» (λ = 632,8) на исследуемый образец и измерение мощности излучения в +1 и –1 порядках дифракции при помощи двух тепловых фотоприемных головок 3A-FS двухканального измерителя мощности лазерного излучения Laserstar фирмы «Ophir».

Размеры ДР малы и сопоставимы с диаметром пучка He—Ne лазера, и лазерное излучение дифрагировало не только на структуре ДР, но и на ее границах и структуре соседних ДР. В результате дифракционные картины в +1 и –1 порядках дифракции имели крестообразный вид. Поскольку дифракция происходила не на бесконечной решетке, и поскольку конечные размеры фоточувствительной площадки приемника излучения не позволяли измерить мощность излучения во всей дифракционной картине каждого порядка, то результаты измерений не являются дифракционной эффективностью ДР ни по физическому смыслу, ни по величине.

Однако результаты измерений позволяют судить об относительной величине дифракционной эффективности дифракционных решеток, поскольку серии измерений проводились в равных условиях для всех дифракционных решеток и результаты измерений повторялись.

Т.к. задача состояла не только в выяснении относительной друг друга ДЭ образцов, но в установлении ДЭ в принципе, были произведены измерения во всей дифракционной картине каждого порядка. Измерения показали, что количество энергии, которое при наших измерениях не попадает на головку, приблизительно (с точностью +/-15%) равно излучению, которое мы измеряем. Поэтому значение мощности, которое измерялось в +1 и -1 порядках, домножалось на два.

Показания фотоприемных головок отличаются вследствие их различной чувствительности. Поэтому перед началом каждой серии измерений производилось измерение мощности падающего излучения каждой из фотоприемных головок. Дальнейшие расчеты ДЭ проводились с учетом значения падающего излучения измеренного для каждой головки.



Рисунок 1 Фотография оптической системы для измерения дифракционной эффективности: вид сбоку



Рисунок 2 Фотография оптической системы для измерения дифракционной эффективности: вид сверху

Дополнительно, выборочно, на первом этапе были произведены измерения ДЭ на длинах волн 440 и 532 нм. Отклонения значения ДЭ, для этих длин волн, от ДЭ на 632,8 нм составили не более 5%.

#### Измерение высоты рельефа ДР

Измерение высоты рельефа ДР никелевых матриц производилось на атомносиловом микроскопе Solver P47-Pro. Данный микроскоп использует полуконтактный метод сканирования поверхности, в связи с чем этим образец должен иметь металлическую поверхность.

Металлическая матрица (или металлизированный лавсан) клеится на подложку, которая закрепляется в держателе. Держатель установлен на перемещающемся столике, который обеспечивает позиционирование образца в плоскости относительно контеливера (щупа) микроскопа. Конетеливер представляет собой площадку (из специального материала) размером ~3х4мм, на которой последовательно, друг на друге, выращены "волоски" с уменьшающейся толщиной вплоть до необходимой для исследования образца. Контеливер монтируется на подвижную в вертикальном направлении площадку, которая обеспечивает позиционирование контеливара над образцом и наведение его на резкость. Для контроля положения контеливера есть оптическая труба с выводом изображения на монитор.

Перед началом работы, специалистом по работе с микроскопом, подбирается необходимый для конкретной задачи контеливер и производится калибровка микроскопа. Далее образец приклеивается на подложку и закрепляется в держателе.

Задание размера области сканирования и выгрузка результатов в виде графических файлов осуществляется с помощью фирменного программного обеспечения.

#### 1. Измерение зависимости ДЭ ДР от времени экспонирования

Перед записью исходного изображения на фотополимерный носитель и началом производственной цепочки, записывается несколько решеток с целью тестирования экспозиции. Затем на глаз выбирается наиболее яркая решетка из получившихся и с такой экспозицией пишется исходное изображение. Такая оценка яркости носит субъективный характер и может давать неточный результат. Для установления наилучшей экспозиции фоторезиста были записаны тестовые решетки с различными экспозициями, после чего с фоторезиста, на котором были записаны решетки, была снята гальваническая копия. Именно с этой копией и проводилась работа по измерению ДЭ.

При визуальной оценке матрицы ДР, с приблизительно одинаковыми яркостями, были выбраны ДР с №№ 6-10, как имеющие пригодные для записи экспозиции. Далее было необходимо проверить, насколько визуальная оценка соответствует действительности.

Задачей этого этапа было выяснить, какое время экспонирования является наилучшим, т.е. какая ДР имеет максимальную ДЭ – объективно, а не "на глаз".

**Образцы:** никелевая матрица с 15 прямоугольными дифракционными решетками площадью 2×2 мм каждая с разрешением 1000 линий/мм (рис. 3).



Рисунок 3

Nº1	Nº2	Nº3	Nº4	Nº5
60	70	80	90	100
Nº6	Nº7	Nº8	Nº9	Nº10
110	120	130	140	150
Nº11	Nº12	Nº13	Nº14	Nº15
110	170	180	190	200

Фотография исследуемого образца Таблица 1 Номер решетки на матрице и время ее экспонирования в мс

Измеряемые параметры: высота рельефа ДР и дифракционная эффективность в +1 и –1 порядках дифракции.

## 1.1 Измерение дифракционной эффективности ДР

Измерение дифракционной эффективности ДР осуществлялось при помощи установки, описанной выше.

Для обоих –1 и +1 каналов учитывались различные показания мощности падающего излучения. Р<sub>0 (-1)</sub> = 37,1 мВт. Р<sub>0 (+1)</sub> = 36,6 мВт. Было проведено две серии измерений дифракционной эффективности каждой ДР на никелевой матрице.



Рисунок 4 Графики зависимости дифракционной эффективности от времени экспонирования для разных порядков дифракции и серий измерений



Рисунок 5 График средней зависимости дифракционной эффективности от времени экспонирования

Результаты измерений представлены в таблице 2 и свидетельствуют, что максимальной дифракционной эффективностью, равной 26,4—26,7%, обладают ДР №7, 8, 9. Графики зависимости дифракционной эффективности от номера ДР для разных порядков дифракции и серий измерений представлены на рис. 4. На рис. 5 представлен график зависимости средней дифракционной эффективности от времени экспонирования.

Время экспонирования (мс)	Первая серия измерений			Втој	рая серия	измерени	ди эф	Средняя дифракционная эффективность			
	Р <sub>-1</sub> , мВт	Р <sub>+1</sub> , мВт	N <sub>-1</sub> , %	N <sub>+1</sub> , %	Р-1,мВт	Р <sub>+1</sub> , мВт	N <sub>-1</sub> , %	N <sub>+1</sub> , %	N <sub>-1</sub> , %	N <sub>+1</sub> , %	N, %
60	2,85	2,66	7,7	7,3	2,86	2,67	7,7	7,3	7,7	7,3	7,5
70	4,05	3,82	10,9	10,5	4,02	3,78	10,8	10,4	10,9	10,4	10,6
80	5,59	5,3	15,1	14,5	5,6	5,32	15,1	14,6	15,1	14,5	14,8
90	6,91	6,62	18,6	18,1	6,85	6 <i>,</i> 55	18,5	17,9	18,5	18,0	18,3
100	8,26	7,95	22,3	21,8	8,11	7,8	21,9	21,4	22,1	21,6	21,8
110	9,34	8,91	25,2	24,4	9,47	9,04	25 <i>,</i> 5	24,8	25 <i>,</i> 4	24,6	25,0
120	9,84	9,4	26,5	25,8	9,99	9 <i>,</i> 57	26,9	26,2	26,7	26,0	26,4
130	10,05	9,61	27,1	26,3	10,04	9,61	27,1	26 <i>,</i> 3	27,1	26,3	26,7
140	9,52	9,17	25,7	25,1	9,55	9,18	25,7	25,2	25,7	25,1	25,4
150	8,07	7,85	21,8	21,5	8,04	7,83	21,7	21 <i>,</i> 5	21,7	21,5	21,6
160	5,76	5,46	15,5	15,0	5,7	5 <i>,</i> 45	15,4	14,9	15,4	14,9	15,2
170	4,46	4,2	12,0	11,5	4,69	4,43	12,6	12,1	12,3	11,8	12,1
180	3,66	2,44	9,9	6,7	2,54	2,4	6,8	6,6	8,4	6,6	7,5
190	1,93	1,75	5,2	4,8	1,9	1,78	5,1	4,9	5,2	4,8	5,0
200	1,18	1,03	3,2	2,8	1,25	1,13	3,4	3,1	3,3	3,0	3,1

Таблица 2 Результаты измерений дифракционной эффективности ДР на исследуемом образце

## 1.2 Измерение высоты рельефа ДР

Измерение высоты рельефа ДР на никелевой матрице производилось на атомно-силовом микроскопе Solver P47-Pro. Исследовались участки рельефа площадью 4×4 мкм в центральной области dot-matrix-фрейма.

Рельеф всех ДР аналогичен. В качестве примера на рис. 6 и 7 приведены топограмма и сечение поверхности ДР №8.



Рисунок 6 Топограмма поверхности ДР №8



Рисунок 7 Сечение поверхности ДР №8

Результаты измерений высоты рельефа ДР никелевой матрицы приведены в таблице 2 и графически на рисунке 8.

Форме рельефа, далекая от синусоидальной, является характерной для никелевой матрицы, которая является негативной копией с матрицы на фотопластинке, причем фотопластинка была перетравлена при проявлении: об этом свидетельствуют остроконечные впадины и сильно скругленные вершины никелевой матрицы (рис. 7).

Кроме этого т.н. «перетрав» при проявлении фотопластинки объясняет и сильную погрешность в определении высоты рельефа ДР (таблица 3).

Время	Н, нм	Время	Н, нм	Время	Н, нм
(MC)		(мс)		(мс)	
60	105±15	110	260±40	160	400±40
70	135±15	120	300±30	170	440±30
80	155±15	130	330±30	180	450±50
90	190±30	140	320±30	190	460±40
100	260±30	150	340±40	200	460±40

Таблица 3 Результаты измерения высоты рельефа ДР



Рисунок 8 График зависимости глубины рельефа от времени экспонирования

Средняя высота рельефа ДР №7, 8 и 9 (с максимальной дифракционной эффективностью) равна 315±45 нм.

## 1.3 Выводы

Исследованы 15 ДР на поверхности никелевой матрицы.

Высота рельефа ДР изменяется в пределах от 90 до 500 нм (рисунок 8).

Измеренная дифракционная эффективность ДР изменяется в пределах от 3% до 26,7% (рисунок 5).

Максимальной дифракционной эффективностью обладают решетки №7, 8 и 9, параметры которых приведены в таблице 4.

Nº ДР	ДЭ (%)	Высота рельефа Н (нм)
7	26,4	300±30
8	26,7	330±30
9	25,4	320±30

Таблица 4 Измеренные параметры ДР №7, 8 и 9

Рельеф ДР не является синусоидальным, что свидетельствует о нарушении технологического процесса проявления. Т.к. никелевая матрица является негативной копией, то наиболее вероятно причиной этого является избыточное выдерживание фотопластинки в проявителе.

## 2. Измерение зависимости ДЭ ДР от концентрации проявителя и влияние типа ДР (негатив или позитив) на ДЭ

После записи исходного изображения на фоторезист (с некоторой экспозицией) его следует проявить. Изначально проявитель был с концентрацией 1:7. Эта концентрация была получена технологоами, лаборатории записи голограмм на фоторезист, в процессе работы исходя из удобства работы: чем ниже концентрация, тем дольше время проявки и легче визуально контролировать момент проявки.

На данном этапе было необходимо проверить, как влияет концентрация проявителя на ДЭ ДР. Для этого было сделано несколько растворов с различной концентрацией, в которых происходила проявка тестовых ДР. Были изготовлены позитивные матрицы решеток и негативные копии с них. Диапозон экспонирования, ДР на матрицах, от 130мс до 170мс, был выбран на основании результатов предыдущего этапа выполнения дипломной работы. Негативные копии были сняты для сопоставления их ДЭ с ДЭ позитивов.

Задачей этого этапа было выяснить, как влияет концентрация проявителя на ДЭ и поиск лучшей, чем рекомендованная производителем, концентрации проявителя.

Образцы: 6 никелевых матриц (три позитивные и снятые с них три негативные) с 5 дифракционными решетками (ДР) площадью 2×2 мм с разрешением 1000 линий/мм на каждой (рисунок 9).



Рисунок 9 Фотографии исследуемых образцов

Таблица 5 Номер решетки на матрице и время ее экспонирования в мс

Nº1	Nº2	Nº3	Nº4	Nº5
130	140	150	160	170

Концентрации проявителя и обозначения образцов						
Позитивы:	Негативы:					
Проявка 1:5 – образец <b>А1</b>	Проявка 1:5 – образец <b>А2</b>					
Проявка 1:7 – образец <b>В1</b>	Проявка 1:7 – образец <b>В2</b>					
Проявка 1:9 – образец <b>С1</b>	Проявка 1:9 — образец <b>С2</b>					

**Измеряемые параметры:** высота рельефа ДР и дифракционная эффективность в +1 и –1 порядках дифракции.

### 2.1 Измерение дифракционной эффективности ДР

Для обоих –1 и +1 каналов учитывались различные показания мощности падающего излучения. Р<sub>0 (-1)</sub> = 11,5 мВт. Р<sub>0 (+1)</sub> = 11,8 мВт. Было проведена одна серия измерений дифракционной эффективности каждой ДР на всех никелевых матрицах, поскольку при исследовании предыдущих образцов ДР было показано, что статистический разброс измеряемой мощности в каждом из порядков незначителен (не превышает 1÷2%).











в)











«N–1» — кривая –1 порядка, «N+1» — кривая +1 порядка, «N» - усредненная ДЭ a) – для образца «A1»; б) – для образца «B1»; в) – для образца «C1»; r) – для образца «A2»; д) – для образца «B2»; е) – для образца «C2» Результаты измерений представлены в таблице 6 и свидетельствуют, что максимальной усредненной дифракционной эффективностью, равной 25,2%, обладает ДР №1 образца А1. Графики зависимости дифракционной эффективности от номера ДР для разных порядков дифракции и серий измерений представлены на рисунке 10. На этих же графиках представлена усредненная по порядкам дифракционная эффективность для различных ДР и образцов.

Nº лр	Р <sub>-1</sub> , мвт	Р <sub>+1</sub> , мВт	N-1, %	N+1, %	N, %	Р <sub>-1</sub> , мвт	Р <sub>+1</sub> , мвт	N₋ı, %	N+1, %	N, %
<u> </u>	Образец А1					MDT	Обр	азец А2	74	70
1	3,06	2,81	26,6	23,8	25,2	2,8	2,69	24,3	22,8	23,6
2	2,5	2,29	21,7	19,4	20,6	2,5	2,26	21,7	19,2	20,4
3	1,93	1,68	16,8	14,2	15,5	1,9	1,71	16,5	14,5	15,5
4	1,53	1,34	13,3	11,4	12,3	1,5	1,41	13,0	11,9	12,5
5	0,76	0,62	6,6	5,3	5,9	0,7	0,64	6,1	5,4	5,8
	Образец В1						Обр	азец В2		
1	2,86	2,68	24,9	22,7	23,8	2,82	2,61	24,5	22,1	23,3
2	2,71	2,49	23,6	21,1	22,3	2,48	2,2	21,6	18,6	20,1
3	2,03	1,86	17,7	15,8	16,7	1,64	1,46	14,3	12,4	13,3
4	1,79	1,58	15,6	13,4	14,5	1,48	1,36	12,9	11,5	12,2
5	0,72	0,64	6,3	5,4	5,8	0,65	0,42	5,7	3,6	4,6
		Обг	разец С1				Обр	азец С2		
1	2,29	2,08	19,9	17,6	18,8	2,3	2,1	20,0	17,8	18,9
2	2,69	2,46	23,4	20,8	22,1	2,63	2,5	22,9	21,2	22,0
3	2,9	2,68	25,2	22,7	24,0	2,83	2,64	24,6	22,4	23,5
4	2,94	2,78	25,6	23,6	24,6	2,7	2,52	23,5	21,4	22,4
5	2,87	2,67	25,0	22,6	23,8	2,51	2,36	21,8	20,0	20,9

Таблица 6 Результаты измерений и вычислений дифракционной эффективности ДР для различных образцов

#### 2.2 Измерение высоты рельефа ДР

Измерение высоты рельефа ДР на никелевой матрице производилось на атомно-силовом микроскопе Solver P47-Pro. Исследовались участки рельефа площадью 5×5 мкм в центральной области произвольного фрейма.

Рельеф всех ДР одного и того же образца практически аналогичен. Исключение составляет образец С2, у которого наблюдается сильный разброс высот профиля даже в отдельных «горбах» ДР. В качестве примеров на рисунках 11 и 12 приведены топограммы и сечения поверхности ДР №1 на всех образцах. В таблице 6 приведены результаты измерения высоты рельефа.



Рисунок 11 Топограммы поверхности ДР №1



Рисунок 12 Сечения топограмм ДР №1 перпендикулярно направлениям решеток

Судя по форме рельефа образца «А1» и образца «А2», данные образцы имеют профиль рельефа, наиболее близкий к синусоидальному. При этом форма рельефа у данных образцов – повторяющаяся, т.к. один из этих образцов снят с другого в виде гальванической копии. Образцы «B1», «B2», «C1» и «C2» имеют острые края либо во впадинах, либо на вершинах рельефа. При этом рельеф у образца «C2» сильно сглажен и имеет дефекты, разрывы и провалы в рельефе.

№ ДР	Н, нм	№ ДР	Н, нм	№ ДР	Н, нм
1 A1	370±15	1 B1	430±20	1 C1	230±40
2 A1	370±20	2 B1	370±30	2 C1	230±40
3 A1	270±30	3 B1	320±25	3 C1	320±40
4 A1	270±30	4 B1	310±20	4 C1	300±45
5 A1	200±40	5 B1	240±40	5 C1	300±45
1 A2	280±30	1 B2	350±20	1 C2	200±20
2 A2	270±30	2 B2	280±20	2 C2	250±40
3 A2	265±30	3 B2	240±25	3 C2	310±40
4 A2	250±35	4 B2	230±30	4 C2	300±40
5 A2	260±35	5 B2	190±30	5 C2	280±40

Таблица 7 Результаты измерения высоты рельефа ДР на различных образцах

На рисунке 13 представлены графики зависимости высоты рельефа от номера ДР для различных образцов.







б)



в)



г)







e)

Рисунок 13 Графики зависимости высоты рельефа от номера ДР для различных образцов

а) – для образца «A1»;
б) – для образца «B1»;
в) – для образца «C1»;
г) – для образца «A2»;
д) – для образца «B2»;
е) – для образца «C2»

Средняя высота рельефа для образца «А1» ДР №1 (с максимальной дифракционной эффективностью) равна 370±15 нм., для образца «А2» ДР №1 (с максимальной дифракционной эффективностью) равна 280±30 нм.

#### 2.3 Выводы

Исследованы 6 образцов по 5 ДР на поверхности никелевых матриц.

Высота рельефа ДР изменяется в пределах от 150 до 470 нм (рис. 13).

Измеренная дифракционная эффективность ДР изменяется в пределах от 3,6% до 26,6% (рис. 10).

Максимальной усредненной дифракционной эффективностью обладают решетки №1 (образец «А1») – 25,2%, и №1 (образец «А2») – 23,6%.

Наиболее близкими к синусоидальным являются рельефы образцов «А1» и «А2».

Образцы «B1» и «B2» кажутся "перетравленными", поскольку высоты рельефов ДР у данных образцов в среднем выше, чем у остальных, и при этом имеются остроконечные пики в рельефе, а так же усредненная дифракционная эффективность у данных образцов ниже, чем у образцов «A1» и «A2».

Образцы «C1» и «C2» имеют сходную направленность изменения рельефа от одной ДР к другой, однако при этом имеют очень ярко выраженные пики в вершинах рельефа - признак "перетравленности". При этом рельеф у данных образцов имеет много неоднородностей, а у образца «C2» имеет сильную сглаженность и неоднородность в отдельных "холмах" ДР, что видно из топограмм (3D поверхности). Кроме того, характер изменения высоты профиля ДР и изменения дифракционной эффективности у образцов «C1» и «C2» сильно отличаются от тех же изменений у образцов «A1», «A2», «B1» и «B2» (рисунки 10 и 13).
# 3. Исследование ДР на различных этапах производства, при

#### последовательном реплицировании ДР

Изначальное изображение имеет определенное *заполнение (измеряется в* процентах) =  $\frac{[область изображения где имеется рисунок]}{[вся площадь]}.$ 

После прохождения технологических этапов, о которых говорилось выше, мы получим клише и рабочую матрицу либо с позитивным, либо с негативным рельефом (в зависимости от того, с каким рельефом мы записали исходное изображение на фоторезист. Очевидно, что при больших значениях заполнения (>50%) безразлично каким рельефом происходит рекомбинация (при помощи клише) и тиснение (при помощи рабочей матрицы). В случае же малого заполнения рекомбинация и тиснение (на этапах (5) и (9)) будет происходить (см рисунок), по большей части, либо поверхностью, не содержащей рельефа (при позитивной записи исходного изображения), либо рельефом (при негативной записи исходного изображения), см рисунок), соответственно и результат будет отличным.

Негативный профиль клише ( и рабочей матрицы) с малой площадью заполнения, если исходное изображение позитивное.



Для проведения данной работы были выбраны голограммы Универсальной Электронной Карты с различных этапов производственной цепочки. Качество голограмм, изготовленных ранее, было приемлемое, но не удовлетворительное. Ранее исходное изображение УЭК было записано позитивным. Было принято решение записать аналогичное негативное изображение и сравнить их с целью понять, вносит ли вид сходного изображения тот негативный вклад, который имелся, вид исходного изображения или же нужно искать другие факторы. Задачей этого этапа было выяснить, каким изначально должно записываться исходное изображение позитивным — или негативным, чтобы обеспечить наилучший рельеф и ДЭ на ключевых этапах производственной цепочки.

**Образцы:** никелевые матрицы голограммы УЭК (Универсальная электронная карта), а также голограммы на лавсановых носителях:

№1 – никелевая матрица – рабочая матрица с голограммы №3;

№2 – никелевая матрица – рабочая матрица с голограммы №4;

№З - никелевая мастер – матрица(позитив);

№4 - никелевая мастер – матрица (негатив);

№5 - голограмма на лавсановом носителе – откатана с матрицы №1;

№6 - голограмма на лавсановом носителе – откатана с матрицы №2;

**Предмет измерений:** вид (профиль и высота) рельефа, общая структура рельефа голограммы УЭК.

# 3.1 Исследование общей структуры рельефа голограмм в

#### различных зонах

Для измерения параметров были получены голограммы технологических цепочек:

- №3 - №1 - №5;

- №4 - №2 - №6.

Фотографии контролируемых образцов голограмм представлены на рисунке

14.





Рисунок 15 Расположение зон контроля на голограмме

Рисунок 14 Фотографии контролируемых образцов голограмм

Исследование общей структуры рельефа никелевых матриц и лавсановых образцов проводилось по фотографиям образцов, которые получались при помощи оптического микроскопа Carl Zeiss Axio Imager A1. Данные фотографии получались при использовании микрообъективов 20<sup>×</sup>, 50<sup>×</sup> и 100<sup>×</sup>. Фотографии участков голограмм, на которых контролируется рельеф (верхний внутренний край зеркальной прямоугольной зоны, граничащий с гильоширной (*гильо́ш [om фр. guilloché — узор из волнистых линий] — орнамент в виде густой сети волнистых фигурных линий, переплетающихся между собой*) сеткой – зона №1 и верхний внешний край зеркальной зеркальной прямоугольной зоны – зона №2 - зоны показаны на рисунке 15) представлены на рисунках 16 - 21.











в)

д)



Рисунок 16 Фотографии матрицы №1 в зонах №1 и №2 (см. рисунок 1.2) а), в), д) - фотографии зоны №1 с микрообъективами 20<sup>x</sup>, 50<sup>x</sup> и 100<sup>x</sup> соответственно б), г), е) - фотографии зоны №2 с микрообъективами 20<sup>x</sup>, 50<sup>x</sup> и 100<sup>x</sup> соответственно





Рисунок 17 Фотографии матрицы №2 в зонах №1 и №2 (см. рисунок 1.2) а), в), д) - фотографии зоны №1 с микрообъективами 20<sup>×</sup>, 50<sup>×</sup> и 100<sup>×</sup> соответственно б), г), е) - фотографии зоны №2 с микрообъективами 20<sup>x</sup>, 50<sup>x</sup> и 100<sup>x</sup> соответственно











в)

д)





Рисунок 18 - Фотографии матрицы №3 в зонах №1 и №2 (см. рисунок 1.2) а), в), д) - фотографии зоны №1 с микрообъективами 20<sup>x</sup>, 50<sup>x</sup> и 100<sup>x</sup> соответственно б), г), е) - фотографии зоны №2 с микрообъективами 20<sup>x</sup>, 50<sup>x</sup> и 100<sup>x</sup> соответственно













г)



Рисунок 19 - Фотографии матрицы №4 в зонах №1 и №2 (см. рисунок 1.2) а), в), д) - фотографии зоны №1 с микрообъективами 20<sup>×</sup>, 50<sup>×</sup> и 100<sup>×</sup> соответственно б), г), е) - фотографии зоны №2 с микрообъективами 20<sup>×</sup>, 50<sup>×</sup> и 100<sup>×</sup> соответственно







д)

Рисунок 20 Фотографии матрицы №5 в зонах №1 и №2 (см. рисунок 1.2) а), в), д) - фотографии зоны №1 с микрообъективами 20<sup>x</sup>, 50<sup>x</sup> и 100<sup>x</sup> соответственно б), г), е) - фотографии зоны №2 с микрообъективами 20<sup>x</sup>, 50<sup>x</sup> и 100<sup>x</sup> соответственно













г)



Рисунок 21 - Фотографии матрицы №6 в зонах №1 и №2 (см. рисунок 1.2) а), в), д) - фотографии зоны №1 с микрообъективами 20<sup>×</sup>, 50<sup>×</sup> и 100<sup>×</sup> соответственно б), г), е) - фотографии зоны №2 с микрообъективами 20<sup>×</sup>, 50<sup>×</sup> и 100<sup>×</sup> соответственно

Из анализа рисунков 1.3 – 1.8 можно сделать следующие выводы:

-ряд голограмм (№4 - №2 - №6) имеет изначально меньше площадных дефектов относительно ряда голограмм (№3 - №1 - №5);

- интерференционные полосы на голограммах ряда (№4 - №2 - №6) имеют более контрастное изображение относительно соответствующих голограмм ряда (№3 - №1 - №5);

- интерференционные полосы на голограмме №5 (рисунок 20) крайне слабо просматриваются при любых увеличениях, что может говорить о недостаточном продавливании рельефа.

## 3.2 Измерение профиля рельефа голограмм на атомно-силовом

#### микроскопе

Измерение профиля рельефа на голограммах №1 - №6 производилось на атомно-силовом микроскопе Solver P47-Pro. При этом в зонах размером 5х5мкм, 25х25 мкм и 50х50 мкм анализировались

– высота рельефа;

- период следования элементов;
- качество поверхности рельефа.

Топограммы нормализованы с учетом наклона плоскостей сканирования. Фотографии топограмм рельефа профиля и сечения профиля для голограмм №1 - №6 показаны ниже. За счет большой кривизны некоторых носителей голограмм площадь сканированной области ограничивалась меньшими размерами. На первых двух образцах показан стык зоны интерференционных полос и основного носителя никеля, для уточнения расположения рельефа относительно плоскости носителя. В местах, где строятся сечения, не перпендикулярные полосам (чтобы показать расположение рельефа относительно плоскости носителя) период рельефа измерен дополнительно поперек полос.



## Голограмма №1 – никелевая матрица – копия с голограммы №3 (зона №1 – рисунок 1.2)





Голограмма №1 – никелевая матрица – копия с голограммы №3 (зона №2 – рисунок 1.2)

50





Голограмма №2 – никелевая матрица – копия с голограммы №4 (зона №1 – рисунок 1.2)





Голограмма №2 – никелевая матрица – копия с голограммы №4 (зона №2 – рисунок 1.2)





Голограмма №3 – никелевая мастер - матрица (зона №1 – рисунок 1.2)





Голограмма №3 – никелевая мастер - матрица (зона №2 – рисунок 1.2)





Голограмма №4 – никелевая мастер - матрица (зона №1 – рисунок 1.2)





Голограмма №4 – никелевая мастер - матрица (зона №2 – рисунок 1.2)

62





#### Голограмма №5 – голограмма на лавсановом носителе – откатана с матрицы №1 (зона №1 – рисунок 1.2)





Голограмма №5 – голограмма на лавсановом носителе – откатана с матрицы №1 (зона №2 – рисунок 1.2)





#### Голограмма №6 – голограмма на лавсановом носителе – откатана с матрицы №2 (зона №1 – рисунок 1.2)





### Голограмма №6 – голограмма на лавсановом носителе – откатана с матрицы №2 (зона №2 – рисунок 1.2)



Результаты, которые можно получить из анализа промеренного на ACM профиля рельефа для шести голограмм в двух зонах при различном разрешении ACM (различном размере зоны сканирования контеливером – измерительным щупом ACM):

	Nº3	Nº3	Nº4	Nº4
	никелевая	никелевая	никелевая	никелевая
	мастер –	мастер –	мастер –	мастер —
	матрица,	матрица,	матрица,	матрица,
	зона №1	зона №2	зона №1	зона №2
Средний				
период,	1,06	0,96	0,97	1,06
мкм				
Средняя				
высота	180	180	300	300
рельефа, нм				

Таблица 8 Усредненные параметры рельефа для различных зон шести голограмм

	№1 никелевая матрица — копия с голограммы №3, зона №1	№1 никелевая матрица— копия с голограммы №3, зона №2	№2 никелевая матрица– копия с голограммы №4, зона №1	№2 никелевая матрица— копия с голограммы №4, зона №2
Средний период, мкм	1,06	1,06	1,00	1,08
Средняя высота рельефа, нм	110	110	230	220

	№5 голограмма на лавсановом носителе – откатана с матрицы №1, зона №1	№5 голограмма на лавсановом носителе – откатана с матрицы №1, зона №2	№6 голограмма на лавсановом носителе – откатана с матрицы №2, зона №1	№6 голограмма на лавсановом носителе – откатана с матрицы №2, зона №2
Средний период, мкм	1,06	1,08	1,06	1,08
Средняя высота рельефа, нм	110	110	230	200

Цветом в таблице показаны голограммы одинаковых технологических цепочек.
## 3.3 Выводы

1. Из анализа общей структуры рельефа голограмм в различных зонах видно:

 – период голограмм в различных зонах практически одинаков (разброс не более 10% (0,1 мкм));

— интерференционные полосы на голограммах ряда (№4 - №2 - №6) имеют более контрастное изображение относительно соответствующих голограмм ряда (№3 - №1 - №5). Это говорит о большей глубине рельеф на голограммах ряда (№4 - №2 - №6).

 Из анализа профиля рельефа голограмм №1 - №6 на атомно-силовом микроскопе следует:

– зоны размером 25х25 мкм и 50х50 мкм не всегда анализируются с точки зрения вычисления параметров рельефа (глубины рельефа и периода структуры). Это связано с некоторыми особенностями работы инструмента ACM контеливера при больших размерах сканируемых зон. Параметры рельефа (глубина рельефа и период структуры) чаще всего определяются по зонам 5х5 мкм и 25х25 мкм.

 – период голограмм в различных зонах практически одинаков (разброс не более 10% (0,1 мкм));

 в ряду от мастер - голограммы к голограмме на лавсановом носителе возможно незначительное увеличение величины периода интерференционных решеток, связанное, скорее всего, с растягиванием носителей;

— голограммы ряда (№4 - №2 - №6) имеют более глубокий рельеф на каждой из стадий тех. процесса, чем голограммы ряда (№3 - №1 - №5). Кроме этого, голограмма №5 имеет значительно больше зон "непропечатки" и дефектов, чем голограмма №6.

# 4. Измерение степени деградации ДР при последовательном реплицировании матрицы

Так как технологическая цепочка состоит из многих этапов копирования матрицы и в процессе производства идет потеря ДЭ, от исходной матрицы до готовой продукции, то было решено проверить сколь значительный вклад в потери ДЭ вносит репликация гальваническим способом. Если имеются большие потери именно на реплицировании, возможно имеет смысл изменить производственную цепочку, убрав какие-либо этапы.

Для выполнения работы была записана матрица тестовых решеток. Затем последовательно она была 6 раз реплицирована гальваническим способом.

<u>Задачей этого этапа</u> было выяснить, насколько влияет последовательная репликация матрицы гальваническим способом на ДЭ ДР.

**Образцы:** Измерены 7 никелевых матриц. На каждой матрице находится 5 дифракционных решеток (ДР). Площадь каждой дифракционной решетки 2х2 мм с разрешением 1000 линий/мм (рис 22). Образцы обозначены следующим образом: 02П, 03Н, 04П, 05Н, 06П, 07Н, 08П (П – позитивное изображение, Н – негативное).



Рисунок 22 Фотография исследуемых образцов

ДР были пронумерованы от 1 до 5 слева направо относительно надписи на никелевой матрице. При измерениях было обнаружено, что от ДР №1 к ДР №5 дифракционная эффективность (ДЭ) ДР монотонно убывает на всех образцах, кроме 06П и 08П, на которых ДЭ монотонно возрастает. В связи с этим в данном отчете ДР на образцах 06П и 08П пронумерованы от 1 до 5 справа налево.

Таблица 9 Номер решетки на матрице и время ее экспонирования в мс

Nº1	Nº2	Nº3	Nº4	Nº2
110	120	130	140	150

**Предмет измерений:** На всех образцах измерялись высота рельефа ДР и ДЭ ДР в «+1» и «-1» порядках дифракции.

# 4.1 Измерение дифракционной эффективности

На приведенных ниже рисунках 23—29 показаны графики ДЭ ДР никелевых матриц. На графиках принята следующая система обозначений: «N(-1)» — кривая «-1» порядка дифракции, «N(+1)» — кривая «+1» порядка дифракции, «N» — кривая средней ДЭ ДР.



Рисунок 23— Графики зависимости ДЭ ДР на образце 02П от номера ДР для разных порядков .

дифракции



Рисунок 24— Графики зависимости ДЭ ДР на образце 03Н от номера ДР для разных порядков дифракции



Рисунок 25 — Графики зависимости ДЭ ДР на образце 04П от номера ДР для разных порядков

дифракции







Рисунок 27 — Графики зависимости ДЭ ДР на образце О6П от номера ДР для разных порядков

дифракции



Рисунок 28— Графики зависимости ДЭ ДР на образце 07Н от номера ДР для разных порядков дифракции



Рисунок 29 — Графики зависимости ДЭ ДР на образце 08П от номера ДР для разных порядков

дифракции



Рисунок 30 — Графики зависимости ДЭ ДР от номера ДР для разных образцов

Из графиков видно, что в среднем ДЭ ДР монотонно убывает от 25% до 5%, и графики повторяют форму друг друга.

На рисунке 30 показаны кривые средней ДЭ ДР всех образцов. Хорошо видно, что кривые всех образцов «П» совпадают с высокой точностью, как и все кривые образцов «Н», причем первые в области 2—4 ДР лежат на 5% ДЭ выше, чем последние.

Измеренная максимальная ДЭ составляет 25,8—26,1% на ДР №1 всех образцов «П». Измеренная ДЭ ДР№1 образцов «Н» равна 24,5—24,8%.

1

Nº HM	№ ДР	Спели					
		Средн N-1, %	N+1, %	N, %			
02П	1	24,5	27,7	26,1			
	2	24,6	23,7	24,1			
	3	17,4	16,6	17,0			
	4	15,1	14,4	14,8			
	5	6,7	6,0	6,4			
03H	1	25,0	23,9	24,5			
	2	20,2	19,3	19,8			
	3	12,4	11,5	12,0			
	4	10,2	9,1	9,7			
	5	5,6	4,8	5,2			
04П	1	26,3	25,3	25,8			
	2	24,3	23,2	23,8			
	3	18,1	17,1	17,6			
	4	15,1	14,3	14,7			
0511	5	7,3	6,5	6,9			
05H	1	25,4	24,3	24,8			
	2	20,6	19,7	20,2			
	3	13,0	12,7	12,8			
	4	10,5	10,1	10,3			
	5	5,8	4,9	5,3			
06П	1	26,5	25,4	25,9			
	2	24,5	23,3	23,9			
	3	17,4	16,2	16,8			
	4	15,5	14,2	14,9			
	5	7,1	6,7	6,9			
07H	1	24,5	24,5	24,5			
	2	20,3	19,3	19,8			
	3	13,2	12,4	12,8			
	4	11,0	9,7	10,3			
	5	5,7	4,7	5,2			
08П	1	26,2	25,6	25,9			
	2	24,2	23,6	23,9			
	3	18,5	17,2	17,9			
	4	15,3	14,1	14,7			
	5	7,4	6,1	6,7			

Таблица 10 Результаты измерений ДЭ ДР

# 4.2 Измерение высоты рельефа ДР

Измерение высоты рельефа ДР никелевых матриц производилось на атомносиловом микроскопе Solver P47-Pro. Исследовались участки рельефа площадью 12×12 мкм в центральной области dot-matrix-фрейма, как показано на рисунке 31. Центральная область фрейма была выбрана с целью повышения степени сопоставимости измерений по отношению друг к другу, поскольку в целом высота рельефа в области одного фрейма обладает значительной неравномерностью.



Рисунок 31 Фотография точки измерения рельефа ДР 02П-2

Для оценки неравномерности был проведен так же ряд измерений в углу фрейма с минимальной высотой на ДР №1 всех образцов. Таковыми углами являются левый верхний угол dot-matrix-фрейма для образцов «П» и левый нижний — для образцов «Н».

Результаты оценки неравномерности рельефа приведены на рисунке 32. Видно, что неравномерность колеблется в пределах от 15% до 45%.



Рисунок 32 Графики зависимости максимальной и минимальной во фрейме высоты рельефа, а также неравномерности высоты рельефа ДР №1 от номера образца

Неравномерность высоты рельефа вычисляется по формуле

$$D = \frac{H_{max} - H_{min}}{H_{max}}$$

и составляет от 15% до 45%, в среднем 26,5%, т.е. очень большую величину. График зависимости неравномерности высоты рельефа ДР №1 от номера образца показан на рисунке 32.

Измерение высоты рельефа производилось статистически по гистограммам снятых трехмерных моделей ДР никелевых матриц. Результаты измерений приведены в таблице 11. В приложении к отчету содержатся полные перечни изображений трехмерных моделей, видов сверху, гистограммы и характерные сечения рельефов ДР образцов. Графики зависимости высоты рельефа ДР от номера ДР для всех образцов показаны на рисунке 33.



Рисунок 33 Графики зависимости высоты рельефа ДР от номера ДР для разных образцов

Nº	Nº	Н,	Н,	Nº	Nº	Н <i>,</i> нм	Н,
НМ	ДР	нм	min	НМ	ДР		min
02П	1	215	160	06П	1	145	125
	2	240			2	170	
	3	275			3	175	
	4	285			4	170	
	5	295			5	195	
03Н	1	250	140	07H	1	170	135
	2	260			2	190	
	3	280			3	200	
	4	290			4	200	
	5	285			5	210	
04П	1	230	150	08П	1	200	160
	2	245			2	255	
	3	265			3	265	
	4	305			4	270	
	5	180			5	280	
05H	1	180	135				
	2	195					
	3	220					
	4	220					
	5	230					

Таблица 11 Результаты измерения высоты рельефа ДР

На рисунке 33 хорошо видно, что образцы разделяются на две группы:

1) образцы 02П, 03Н, 04П и 08П с более высоким рельефом.

2) образцы 05Н, 06П и 07Н с менее высоким рельефом.

При этом минимальная высота рельефа в углу dot-matrix-фрейма также соответствует этому делению на две группы, что видно из таблицы 3.

На всех образцах с ростом высоты рельефа ДР падает ДЭ ДР, что видно из рисунков 30 и 33. В каждой группе высота рельефа ДР на образцах «Н» выше, что полностью совпадает с названной закономерностью.

Высота рельефа ДР заключается в пределах от 200 до 305 нм для первой группы (за исключением поврежденной решетки 08П-5) и в пределах от 145 до 230 нм для второй группы.

Падение высоты рельефа на ДР №5 на образце 04П до величины 180 нм может быть связано с повреждением рельефа ДР в центре фрейма при гальваническом копировании. На произвольном сечении рельефа ДР 04П-5 видно, что выступы ДР «скошены», и колебания уровня выступов рельефа ДР достаточно высоки. Таких признаков нет на других ДР образцов «П», за исключением ДР 06П-1 из второй группы.



Рисунок 34 Произвольное сечение рельефа ДР 04П-5

Однако высота рельефа ДР на образцах первой группы значительно выше, чем на образцах второй группы, что с первого взгляда противоречит закономерности.

Гистограмма ДР 06П-1 (вторая группа) ближе к гистограммам образцов «Н»: максимум выступов слабее, чем на других гистограммах образцов «П». За исключением незначительно более «грязной»поверхности ,в остальном отличий между образцом 06П второй группы и другими образцам «П» не выявлено. Возможно, более значительные отличия находятся на периферии dot-matrixфреймов, которая не исследовалась подробно.

Для ДР образцов «П» характерны гистограмма и сечение рельефа, показанные на рисунках 35 — 38 В гистограмме ярко выражены максимумы, связанные с впадинами и выступами рельефа ДР. На сечении рельефа ДР колебания уровня выступов значительно меньше, чем впадин.





Рисунок 35 3D ДР 02П-5

Рисунок 36 План ДР 02П-5







Рисунок 38 Произвольное сечение рельефа ДР 02П-5 Характерные гистограмма и сечение рельефа ДР образцов «Н» показаны на рисунках 39 - 43. В гистограмме сильнее выражен максимум выступов рельефа ДР, максимум впадин выражен слабо. На сечении рельефа ДР колебания уровня выступов значительно больше, чем впадин.





Рисунок 39 3D ДР 07H-1

Рисунок 41 План ДР 07Н-1



Рисунок 42 Гистограмма рельефа ДР 07Н-1

Рисунок 43 Произвольное сечение рельефа ДР 07H-1

Для образцов «Н» характерно то, что гистограммы рельефа ДР образцов 03H (первая группа) лучше, чем гистограммы рельефа ДР образцов 05H и 07H (вторая группа). На гистограммах образца 03H максимум впадин выражен гораздо ярче, чем максимум впадин на гистограммах образцов 05H и 07H. Это означает, что рельеф ДР образца 03H ближе к синусоидальному, чем рельеф ДР образцов 05H и 07H, у которых впадины рельефа ДР имеют более заостренную форму. Это вызывает различия в графиках ДЭ ДР образцов «П» и «Н».

# 4.3 Выводы

Исследовано 7 образцов никелевых матриц, содержащих по 5 ДР.

ДЭ монотонно падает от ДР №1 к ДР№5 на всех образцах. Максимальная ДЭ не меньше, чем 25,8—26,1% и проявляется на ДР №1 всех образцов «П». ДЭ ДР №1 образцов «Н» не меньше, чем 24,5—24,8%. Графики зависимости ДЭ от номера ДР имеют одинаковую форму и практически совпадают отдельно для образцов «П» и образцов «Н», при этом ДЭ ДР на образцах «П» выше, чем на образцах «Н», что видно на рисунке 30.

Неравномерность высоты рельефа во фрейме составляет от 15% до 45%, в среднем 26,5%, т.е. очень большую величину. Высокая неравномерность снижает степень адекватности измерений высоты рельефа, произведенных на атомносиловом микроскопе. За величину ДЭ отвечает в меньшей степени среднестатистическая величина высоты рельефа и в большей степени — вид распределения неравномерного рельефа.

На образцах «П» колебания уровня высоты выступов рельефа ДР меньше, чем колебания уровня высоты впадин. На образцах «Н» — наоборот.

Образцы разделяются на две группы: 1) образцы 02П, 03Н, 04П и 08П с более высоким рельефом и 2) образцы 05Н, 06П и 07Н с менее высоким рельефом. Высота рельефа ДР заключается в пределах от 200 до 305 нм для первой группы (за исключением поврежденной решетки 08П-5) и в пределах от 145 до 230 нм для второй группы. Однако данное распределение на две группы не влияет на вид графиков ДЭ ДР.

Форма рельефа ДР образцов «П» более близка к синусоидальном, а образцов «Н» — более остроконечна, о чем говорят различия в гистограммах рельефа ДР образцов «П» и «Н». Это объясняет, почему в ДЭ ДР образцов «П» выше, чем образцов «Н»

#### 5. Результаты и практически рекомендации

#### 5.1 ДЭ и время экспонирования

По результатам первого этапа работы было установлено, что визуальная оценка яркости (ДЭ) голограммы давала приближенный, не оптимальный, результат. Было найдено оптимальное время экспонирования фоторезиста: 130мс, при котором ДЭ имеет максимальное значение.

Руководством голографической лаборатории было предписано сотрудникам, ОАО НПО Криптен, занимающимися записью исходного изображения на фоторезист, использовать время экспонирования равное 130мс.

## 5.2 ДЭ и концентрация проявителя

По результатам второго этапа работы было установлено, что концентрация проявителя, при которой профиль ДР наиболее близок к синусоидальному равен 1:5. Концентрация 1:7, которая используется сейчас для проявления фоторезиста, дает высокую ДЭ, сопоставимую с ДЭ полученной при концентрации 1:5.

Руководство лаборатории поручило сотрудникам, ответственным за проявление фоторезиста, произвести серию опытных образцов голограмм с концентрацией проявителя 1:5. Целью данной работы является установление возможности стабильного результата проявления фоторезиста при данной проявителя. Трудности, возникающие концентрации при работе С концентрированным раствором, заключаются в уменьшении времени проявки и в увеличении вероятности перетравить фоторезист. В случае, если удастся получать стабильный результат с данной концентрацией, ее значение будет рекомендовано сотрудникам к постоянному использованию.

# 5.3 Запись исходного изображения

По результатам третьего этапа было установлено, что при заполнении рельефом исходного изображения менее 50%, то какой тип исходного изображения будет записан (позитив или негатив), а соответственно и дальнейшие матрицы в ходе технологической цепочки, влияет на параметры голограммы, ухудшая ее (в случае если изображение позитивное).

Данный результат учтен руководством голографической лаборатории. Сотрудникам, ответственным за запись исходного изображения на фторезист, даны рекомендации по выбору типа изображения на стадии подготовки цифровой версии

изображения. Данными рекомендациями сотрудникам предписано руководствоваться, исходя из их опыта работы и конкретной задачи записи голограммы.

#### 5.4 Последовательное реплицирование

По результатам четвертого этапа было установлено, что последовательное многократное реплицирование матриц гальваническим способом практически не вносит негативного вклада в качество голограмм, либо этот вклад несущественен. При возникновении ухудшения качества итоговой продукции и отсутствии явных дефектов (фактически брака) на матрицах технологических этапов (2) (3) (4) и после рекомбинации на матрицах этапов (6) (7) (6), которые проверяются под микроскопом, причинами ухудшения не может быть количество репликаций матриц гальваническим способом и их нужно искать дополнительно.

Исходя из вышесказанного, руководству стало очевидным отсутствие необходимости сокращения технологической цепочки за счет уменьшения итераций репликации матриц.

# 6. Список литературы

- Матвеев А.Н. Оптика: Учебное пособие для физических специальностей вузов. Москва: Высшая школа, 1985, §38.
- 2. Островский Ю.И. Голография и ее применение. Ленинград: "Наука", 1973г., 178с.
- Литвинов О.С., Горелик В.С. Электромагнитные волны и оптика. Москва: "Издательство МГТУ им. Н.Э. Баумана", 2006г., 440с.
- Андреева О.В. ПРИКЛАДНАЯ ГОЛОГРАФИЯ. Учебное пособие. СПб: СПбГУИТМО, 2008. – 184 с.
- Rudolf L. van Renesse. Security aspects of commercially available dot matrix and image matrix origination systems // SPIE International Conference on Optical Holography and its Applications, 24-27 May 2004, Kiev, Ukraine.
- 6. The KineMax Systems Specifications. <u>www.kinemax.pl/f/KineMax 5 systems Complex.pdf</u>