



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108680979 A

(43)申请公布日 2018.10.19

(21)申请号 201810645247.7

(22)申请日 2018.06.21

(71)申请人 中国人民解放军63908部队  
地址 050000 河北省石家庄市北新街169号

(72)发明人 陈志斌 肖程 秦梦泽 张冬晓

(74)专利代理机构 石家庄国域专利商标事务所  
有限公司 13112

代理人 胡澎

(51)Int.Cl.

G02B 5/18(2006.01)

G01N 21/65(2006.01)

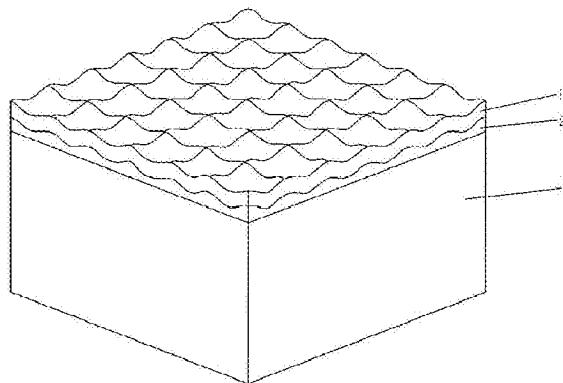
权利要求书1页 说明书4页 附图3页

(54)发明名称

二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底及其加工方法

(57)摘要

本发明涉及一种二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底及其加工方法。本发明SERS基底是由三层结构组成,包括位于底部的SiO<sub>2</sub>基层、位于所述SiO<sub>2</sub>基层上表面的固化的光刻胶衬层以及附着在所述固化的光刻胶衬层上表面的贵金属膜层;所述固化的光刻胶衬层的上表面和所附着的贵金属膜层呈现二维正弦光栅结构的分布形式,用以在任意偏振方向的入射激光激励情况下产生稳定的增强电场强度。本发明二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底的使用,可使得在实际SERS应用检测中无须调整入射激光偏振方向,由此简化了SERS检测过程,提高了实际工作中SERS检测的可靠性。



1. 一种二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底,其特征是,由三层结构组成,包括位于底部的SiO<sub>2</sub>基层、位于所述SiO<sub>2</sub>基层上表面的固化的光刻胶衬层以及附着在所述固化的光刻胶衬层上表面的贵金属膜层;所述固化的光刻胶衬层的上表面和所附着的贵金属膜层呈现二维正弦光栅结构的分布形式,用以在任意偏振方向的入射激光激励情况下产生稳定的增强电场强度。

2. 根据权利要求1所述的二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底,其特征是,在所述固化的光刻胶衬层的上表面形成的二维正弦光栅结构,是用两个相干光干涉光刻系统在固化的光刻胶衬层的上表面的两个相互垂直方向同时曝光生成的,其深度是通过调整曝光时间来控制的。

3. 根据权利要求2所述的二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底,其特征是,所述相干光干涉光刻系统的激光波长为266nm。

4. 根据权利要求1所述的二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底,其特征是,所述贵金属膜层是通过热蒸镀方法将金或银均匀、致密地附着在所述固化的光刻胶衬层的上表面,其厚度是通过调整蒸镀时间来控制的。

5. 一种二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底的加工方法,其特征是,包括以下步骤:

a、制作SiO<sub>2</sub>基层,将其上表面制成为平面;

b、用紫外固化光学胶NOA-63在SiO<sub>2</sub>基层的上表面固化一层光刻胶,形成固化的光刻胶衬层;

c、用两个相干光干涉光刻系统在所述固化的光刻胶衬层的上表面的两个相互垂直方向同时曝光,使所述固化的光刻胶衬层的上表面形成二维正弦光栅结构;

d、通过热蒸镀方法将金或银均匀、致密地附着在所述固化的光刻胶衬层的上表面,以形成贵金属膜层。

6. 根据权利要求5所述的二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底的加工方法,其特征是,在所述固化的光刻胶衬层的上表面所形成的二维正弦光栅结构的深度是通过调整曝光时间来控制的。

7. 根据权利要求5所述的二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底的加工方法,其特征是,贵金属层的厚度是通过调整蒸镀时间来控制的。

8. 根据权利要求5所述的二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底的加工方法,其特征是,所述相干光干涉光刻系统的激光波长为266nm。

## 二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底及其加工方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种表面增强拉曼散射检测技术,具体地说是一种二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底及其加工方法。

### 背景技术

[0002] 在表面增强拉曼散射(Surface Enhanced Raman Scattering,SERS)检测技术中,广泛使用的是纳米结构的SERS基底,这种纳米结构的SERS基底包括纳米球状结构、纳米片状结构、纳米柱状结构和纳米线状结构等,但是,在实际SERS检测使用过程中,这类纳米结构的SERS基底都存在一个共同的问题,就是只有在一个最佳的入射激光偏振方向下,才能检测到最强的拉曼信号。这说明,基于这类纳米结构的SERS基底对入射激光的偏振方向是十分敏感的,即只有当入射激光的偏振方向与SERS基底的固有响应激发方向相一致时,才能产生最强的拉曼信号;而当这两个方向的偏差过大时,就无法检测到拉曼信号。

[0003] 由此可知,在非实验室环境的实际工作的SERS检测过程中,这些SERS基底所检测到的拉曼信号的强度,存在有很大的不确定性和不可重现性,因此,无法满足SERS检测技术领域所需的高可靠性的要求。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的就是提供一种二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底及其加工方法,以解决现有SERS基底对入射激光偏振方向敏感的问题。

[0005] 本发明的目的是这样实现的:一种二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底,由三层结构组成,包括位于底部的SiO<sub>2</sub>基层、位于所述SiO<sub>2</sub>基层上表面的固化的光刻胶衬层以及附着在所述固化的光刻胶衬层上表面的贵金属膜层;所述固化的光刻胶衬层的上表面和所附着的贵金属膜层呈现二维正弦光栅结构的分布形式,用以在任意偏振方向的入射激光激励情况下产生稳定的增强电场强度。

[0006] 在本发明SERS基底中,在所述固化的光刻胶衬层的上表面形成的二维正弦光栅结构,是用两个相干光干涉光刻系统在固化的光刻胶衬层的上表面的两个相互垂直方向同时曝光生成的,其深度是通过调整曝光时间来控制的。

[0007] 在本发明SERS基底中,所述相干光干涉光刻系统的激光波长为266nm。

[0008] 在本发明SERS基底中,所述贵金属膜层是通过热蒸镀方法将金或银均匀、致密地附着在所述固化的光刻胶衬层的上表面,其厚度是通过调整蒸镀时间来控制的。

[0009] 本发明通过两个相互垂直的方向上设置正弦光栅的方法形成二维正弦光栅结构,可在任意偏振方向的入射激光的激励作用下,使两个方向上的正弦光栅表面所产生的增强电场相互叠加,从而能够形成稳定的增强电场强度,由此解决了现有各类纳米结构的SERS基底所存在的对入射激光偏振方向敏感的问题。

[0010] 本发明可以通过调整二维正弦光栅的周期大小来满足当前SERS检测领域所有的入射激光工作波长的要求,能够适用于多种场合的SERS检测。

[0011] 本发明还可这样实现：一种二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底的加工方法，包括以下步骤：

a、制作SiO<sub>2</sub>基层，将其上表面制成为平面；

b、用紫外固化光学胶NOA-63在SiO<sub>2</sub>基层的上表面固化一层光刻胶，形成固化的光刻胶衬层；

c、用两个相干光干涉光刻系统在所述固化的光刻胶衬层的上表面的两个相互垂直方向同时曝光，使所述固化的光刻胶衬层的上表面形成二维正弦光栅结构；

d、通过热蒸镀方法将金或银均匀、致密地附着在所述固化的光刻胶衬层的上表面，以形成贵金属膜层。

[0012] 在本发明加工方法中，在所述固化的光刻胶衬层的上表面所形成的二维正弦光栅结构的深度是通过调整曝光时间来控制的。

[0013] 在本发明加工方法中，贵金属层的厚度是通过调整蒸镀时间来控制的。

[0014] 在本发明加工方法中，所述相干光干涉光刻系统的激光波长为266nm。

[0015] 本发明加工方法利用相干光干涉光刻技术可以实现一次性较大面积的二维正弦光栅SERS基底加工，且表面结构的周期性非常好，容易实现SERS基底的可重现性要求。由此使得本发明SERS基底具有抗偏振敏感、适用性广和可重现性好的特点。

[0016] 本发明二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底的使用，可使得在实际SERS应用检测中无须调整入射激光偏振方向，由此简化了SERS检测过程，提高了实际工作中SERS检测的可靠性。

## 附图说明

[0017] 图1是本发明SERS基底的结构示意图。

[0018] 图2是本发明中相干光干涉光刻系统的结构示意图。

[0019] 图3是在偏振角为45°、波长为785nm的入射激光的激励作用下，在本发明SERS基底的表面所产生的增强电场强度分布示意图。

[0020] 图4是在波长为785nm、偏振角分别为0°、15°、45°、75°和90°时的入射激光的激励作用下，在本发明SERS基底的表面对应所产生的增强电场强度分布示意图。

[0021] 图5是在波长为785nm、偏振角分别为0°、15°、45°、75°和90°时的入射激光的激励作用下，在本发明SERS基底表面对应产生的有效增强电场强度 $E \geq 10$  (arbitrary unit) 的面积与SERS基底表面积的比例示意图。

[0022] 图6是在波长为785nm的入射激光的激励作用下，在本发明SERS基底的表面所产生的增强电场强度最大值随偏振角变化的关系曲线示意图。

[0023] 图7是在波长为785nm的入射激光的激励作用下，本发明SERS基底上的SERS增强因子EF (enhancement factor) 随偏振角变化的关系曲线示意图。

## 具体实施方式

[0024] 如图1所示，本发明二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底由三层结构组成，三层结构包括位于底部的SiO<sub>2</sub>基层3、位于SiO<sub>2</sub>基层上表面的固化的光刻胶衬层2以及附着在固化的光刻胶衬层2上表面的贵金属膜层1。固化的光刻胶衬层2的上表面和所附着的贵金属膜层1

呈现二维正弦光栅结构的分布形式,用以在任意偏振方向的入射激光激励情况下产生稳定的增强电场强度。

[0025] 在本发明SERS基底中,在固化的光刻胶衬层2的上表面所形成的二维正弦光栅结构是用图2所示的两个相干光干涉光刻系统,在固化的光刻胶衬层的上表面的两个相互垂直方向同时曝光生成的,且表面二维正弦光栅结构的深度是通过调整曝光时间来控制的。

[0026] 相干光干涉光刻系统的激光光源的波长为266nm。

[0027] 固化的光刻胶衬层2上面的贵金属膜层1是通过热蒸镀方法将金或银均匀、致密地附着在固化的光刻胶衬层2的上表面,且贵金属银层的厚度是通过调整蒸镀时间来控制的。

[0028] 在入射激光偏振角为 $45^\circ$ (入射角为偏振方向与图1中X轴正方向的夹角),波长785nm激励作用下,在本发明二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底的表面产生的增强电场强度的最大值大约为20(如图3所示)。当入射激光的偏振角发生改变(分别为 $0^\circ$ 、 $15^\circ$ 、 $45^\circ$ 、 $75^\circ$ 和 $90^\circ$ )时,在本发明二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底表面的增强电场强度的分布形式会发生改变(如图4所示),但是,增强电场强度的最大值都能保持在20左右。

[0029] 另外,如图5所示,随着入射激光的偏振角的改变,本发明二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底表面的有效增强电场强度 $E \geq 10$ (arbitrary unit)的面积,与SERS基底表面积的比例值保持较为稳定。

[0030] 如图6所示,在入射激光的偏振角整个 $360^\circ$ 的变化范围内,本发明二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底表面的增强电场强度的最大值一直在20左右。如图7所示,在偏振角整个 $360^\circ$ 变化范围内,本发明二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底的SERS增强因子EF较为稳定,能保持在 $1.5 \times 10^5$ 左右。因此,本发明二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底对入射激光的偏振方向不敏感,具有很好的抗偏振敏感特性。

[0031] 如图2所示,相干光干涉光刻系统是由激光光源4发出波长为266nm的激光,经多级透镜反射、汇聚和发散后形成两束相干光光束7和8,再利用光衰减器5和6保证相干光光束7和8的光强相同。相干光干涉光刻系统的光栅周期 $P = \lambda/2\sin(\theta/2)$ , $\lambda$ 是入射激光的波长, $\theta$ 是相干光干涉光刻系统中相干光光束7和8的夹角,可以通过改变相干光干涉光刻系统中相干光光束7和8的夹角 $\theta$ 来调整二维正弦光栅的周期大小,以满足目前SERS检测领域所有的入射激光工作波长的要求,使得本发明二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底能够适用于多种场合的SERS检测。这里当入射激光波长为785nm时,对应的光栅周期为570nm,因此, $\theta$ 应调整为 $27^\circ$ 。另外,利用相干光干涉光刻技术可以实现一次性较大面积的二维正弦光栅SERS基底加工,且表面结构的周期性非常好,容易实现SERS基底的可重现性要求。因此,本发明具有抗偏振敏感、适用性广、可重现性好等优点。

[0032] 本发明二维正弦光栅抗偏振敏感SERS基底的加工方法包括以下步骤:

一、制作 $\text{SiO}_2$ 基层3,将其上表面制成为平面。

[0033] 二、用紫外固化光学胶NOA-63在 $\text{SiO}_2$ 基层3的上表面固化一层光刻胶,形成固化的光刻胶衬层2。

[0034] 三、用两个相干光干涉光刻系统在固化的光刻胶衬层2的上表面的两个相互垂直方向同时曝光,使所述固化的光刻胶衬层2的上表面形成二维正弦光栅结构。

[0035] 四、通过热蒸镀方法将金或银均匀、致密地蒸镀在固化的光刻胶衬层2的上表面,以形成贵金属膜层1。

[0036] 在本发明加工方法中,在所述固化的光刻胶衬层的上表面所形成的二维正弦光栅结构的深度是通过调整曝光时间来控制的;贵金属层的厚度是通过调整蒸镀时间来控制的;相干光干涉光刻系统的激光光源4的波长为266nm。

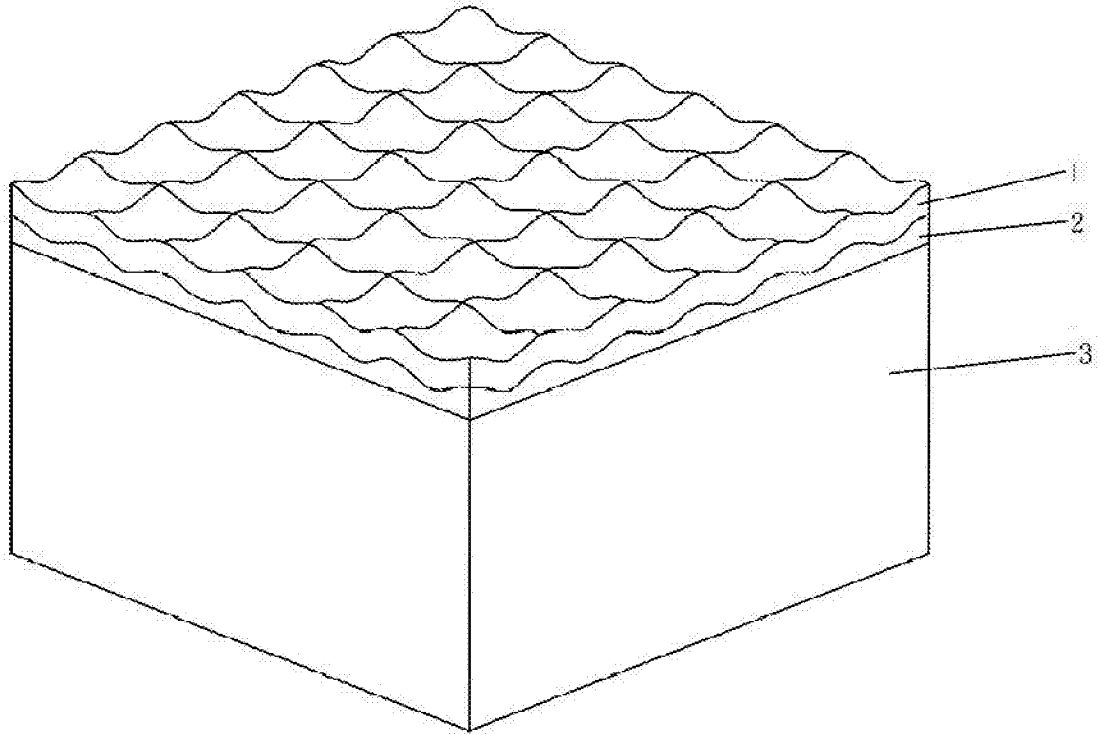


图1

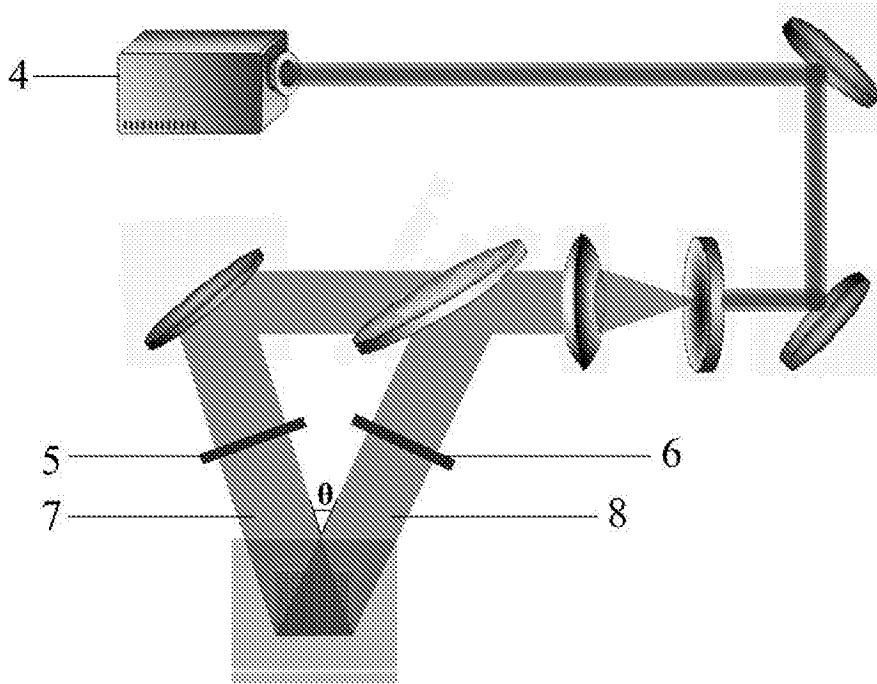


图2

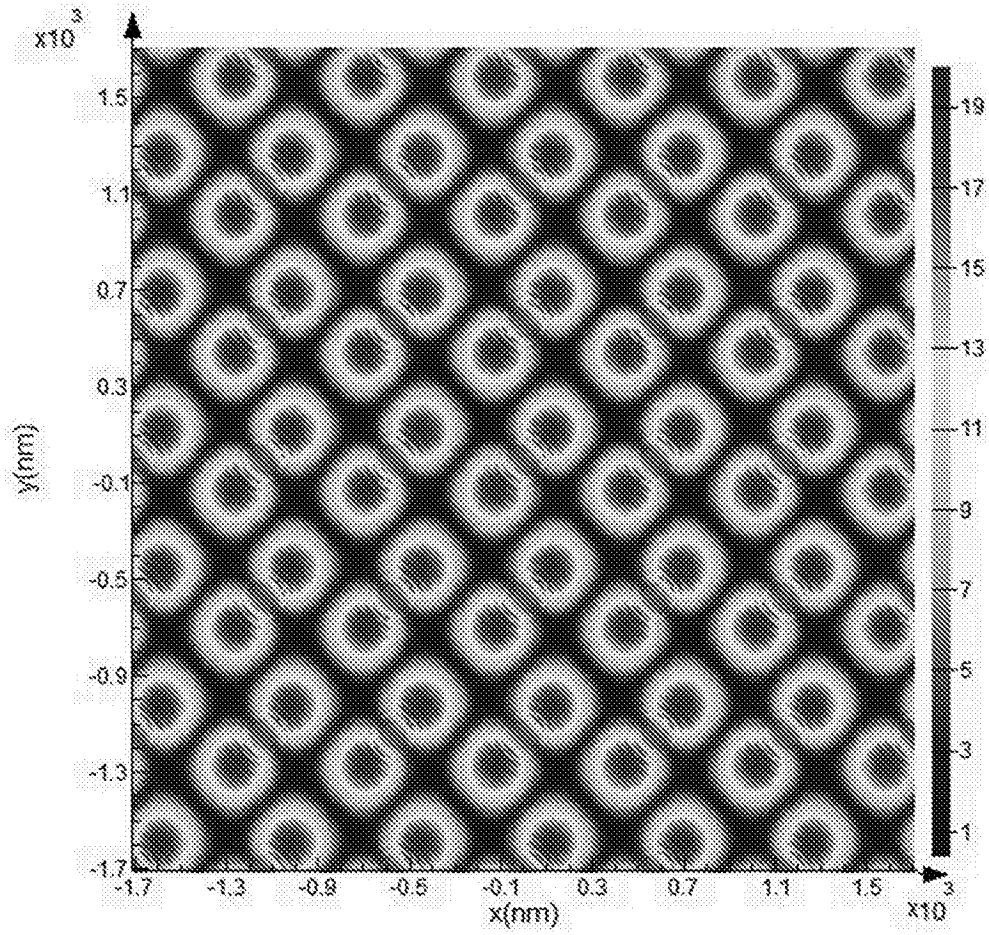


图3

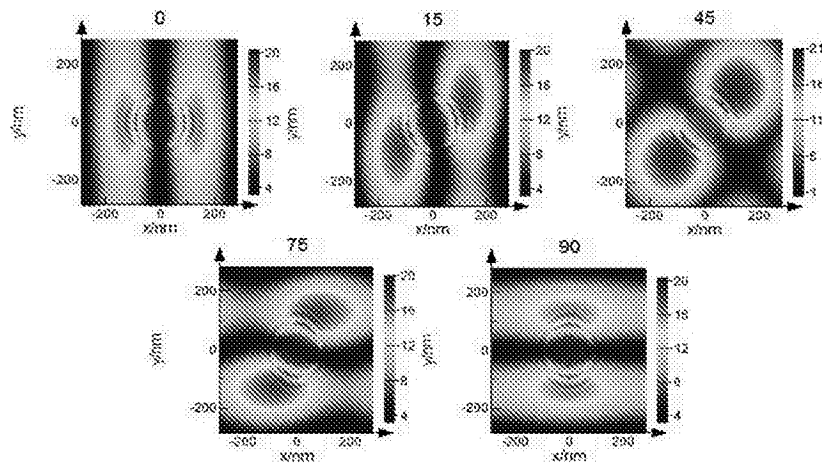


图4



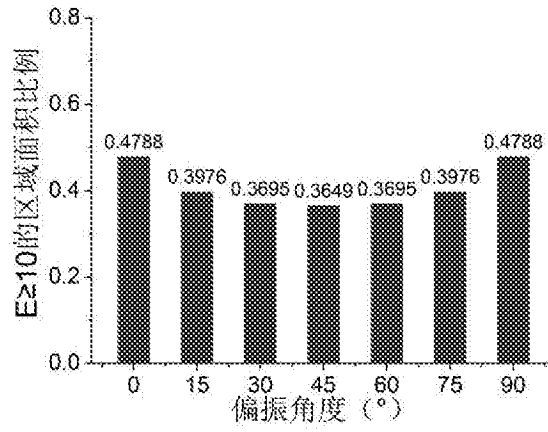


图5

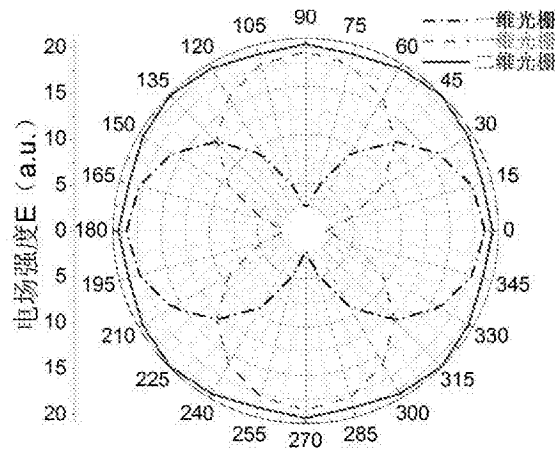


图6

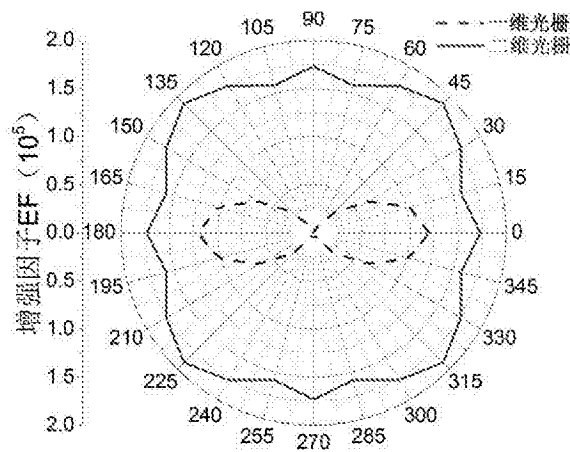


图7