Bakalářská práce



České vysoké učení technické v Praze



Fakulta elektrotechnická Katedra mikroelektroniky

Polymerní mnohavidové optické kanálkové vlnovody a jejich výroba novými technologiemi

Matej Latečka

Vedoucí bakalářské práce: doc. Ing. Václav Prajzler, Ph.D. Studijní program: Elektronika a komunikace Květen 2022



ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení:

Název bakalářské práce:

Jméno: Matej

Osobní číslo: 483602

Latečka Fakulta elektrotechnická Fakulta/ústav:

Zadávající katedra/ústav: Katedra mikroelektroniky

Studijní program: Elektronika a komunikace

II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

wazev bakalarske prace anglicky:		
Polymer Multimode Optical Cha	nnel Waveguides and Their Fabricatio	n by Using New Technologies
Pokyny pro vypracování:		
 Seznamte se s teoretickými princip Seznamte se s množnostmi přípravy technologií. Podílejte se na výrobě optických ka Změřte vlastnosti vyrobených vlnov Dosažené výsledky shrňte do zprá 	y optických planárních vlnovodů. y polymerních optických kanálkových vlnovod análkových vlnovodů. /odů. vy v rozsahu 15-20 stran.	ů pomocí mikrodávkovače a aditivníc
Seznam doporučené literatury:		
 V. Chlupatý: Příprava a měření vlast práce. J.C. Dingeldein, K.A. Walczak, B. V characterization for direct dispense fal Article Number: 075015 (2013). 	ností optických polymerních vlnovodů pro foto V. Swatowski, C.R. Friedrich, C.T. Middlebroo prication of polymer optical multi-mode wavegi	nické aplikace, ČVUT 2021, diplomova k, M.C. Roggemann: Process uides. J. Micromech. Microeng. 23(17
4. K. Soma, T. Ishigure, Fabrication of a for a high-density optical printed circu (2013).	graded-index circular-core polymer parallel op it board. IEEE Journal of Selected Topics in C	ical waveguide using a microdispense Quantum Electronics. 19(2), 3600310
 4. K. Soma, T. Ishigure, Fabrication of a for a high-density optical printed circu (2013). Jméno a pracoviště vedoucí(ho) ba 	graded-index circular-core polymer parallel op it board. IEEE Journal of Selected Topics in G akalářské práce:	ical waveguide using a microdispense Quantum Electronics. 19(2), 3600310
 4. K. Soma, T. Ishigure, Fabrication of a for a high-density optical printed circu (2013). Jméno a pracoviště vedoucí(ho) ba doc. Ing. Václav Prajzler, Ph.D. 	graded-index circular-core polymer parallel op it board. IEEE Journal of Selected Topics in G akalářské práce: katedra mikroelektroniky FEL	ical waveguide using a microdispense Quantum Electronics. 19(2), 3600310
 4. K. Soma, T. Ishigure, Fabrication of a for a high-density optical printed circu (2013). Jméno a pracoviště vedoucí(ho) ba doc. Ing. Václav Prajzler, Ph.D. Jméno a pracoviště druhé(ho) vedo 	i graded-index circular-core polymer parallel op it board. IEEE Journal of Selected Topics in G akalářské práce: katedra mikroelektroniky FEL oucí(ho) nebo konzultanta(ky) bakalářské	ical waveguide using a microdispense Quantum Electronics. 19(2), 3600310
 4. K. Soma, T. Ishigure, Fabrication of a for a high-density optical printed circu (2013). Jméno a pracoviště vedoucí(ho) ba doc. Ing. Václav Prajzler, Ph.D. Jméno a pracoviště druhé(ho) vedo Datum zadání bakalářské práce: Platnost zadání bakalářské práce: 	a graded-index circular-core polymer parallel op it board. IEEE Journal of Selected Topics in G akalářské práce: katedra mikroelektroniky FEL oucí(ho) nebo konzultanta(ky) bakalářské 21.09.2021 Termín odevzdání b : 30.09.2023	ical waveguide using a microdispense Quantum Electronics. 19(2), 3600310 e práce: akalářské práce: 20.05.2022

Student bere na vědomí, že je povinen vypracovat bakalářskou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v bakalářské práci.

Datum převzetí zadání

Podpis studenta

Poděkování

Především bych rád poděkoval panu doc. Ing. Václavu Prajzlerovi, Ph.D. za čas a pomoc při řešení bakalářské práce a konzultacích. Velké díky také patří panu Ing. Václavu Chlupatému za trpělivost a čas, který věnoval mému seznámení s technologií mikrodávkování. Děkuji také paní Ing. Daně Mikolášové, Ph.D. za dotaci polymerů aktivními ionty, paní doc. Ing. Pavle Nekvindové, Ph.D. za přístup k měření luminiscencí a panu Ing. Petru Vařákovi za poskytnutné informace ohledně principu měření luminiscencí. Dále děkuji své rodině za finanční i psychickou podporu během mých studií na ČVUT v Praze a pedagogickému sboru Fakulty elektrotechnické za skvělé zprostředkování distanční výuky, a za trpělivost při komunikaci v těchto těžkých pandemických časech.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracoval samostatně a že jsem uvedl veškeré použité informační zdroje v souladu s metodickým pokynem o dodržování etických principů při přípravě vysokoškolských závěrečných prací.

V Praze dne20.5.2022

Podpis

Abstrakt

Bakalářská práce se zabývá výrobou optických kanálkových vlnovodů pomocí nových technologických postupů. První část práce se věnuje additní technologii, při které jsou pomocí 3D tisku vytvořeny formy pro výrobu optických vlnovodů. Druhá část práce se zabývá výrobou optických vlnovodů metodou mikrodávkování z nových biokompatibilních materiálů jako jsou polymery MED-6210 a MED-6215. V poslední řadě se tato práce věnuje studiu vlastností polymeru LS-6943 dotovaného aktivním barvivem Lumogen F Yellow 086 a následnému zkoumání vlastností optických vlnovodů vyrobených z toho materiálu pomocí metody mikrodávkování. U všech zmíněných materálů jsou provedena měření transmisních spekter a u dotovaných materiálů bylo navíc provedeno měření luminiscenčních spekter a měření indexů lomu. V rámci následné realizace optických vlnovodů byla provedena optimalizace geometrických rozměrů vlnovodného jádra, měření optického útlumu a měření tvaru výstupního optického svazku. Výsledkem bakalářské práce je zhodnocení možností obou zmiňovaných metod výroby optických vlnovodů a vlastností realizovaných vlnovodných struktur za použití polymerů na bázi polydimethylsiloxanů.

Klíčová slova:

optické kanálkové vlnovody, polymery, polydimethylsiloxan, dotace aktivním barvivem, mikrodávkování, aditivní technologie

Vedoucí bakalářské práce:

doc. Ing. Václav Prajzler, Ph.D. Katedra mikroelektroniky Technická 1902/2 160 00 Praha 6

Abstract

This bachelor thesis deals with the fabrication of optical channel waveguides using new technological processes. The first part of the thesis is devoted to additive technology, in which form for the production of optical waveguides are made by 3D printing. The second part of the thesis deals with the fabrication of optical waveguides by the microdosing method from new biocompatible materials such as the polymers MED-6210 and MED-6215. Finally, this thesis deals with the properties of the polymer LS-6943 subsidized with the active dye Lumogen F Yellow 086 and the subsequent researching of the actual optical waveguides fabricated from this material by the microdosing method. Transmission spectra measurements were performed for all the materials mentioned and additionally luminescence spectra and refractive index measurements were performed for the subsidized materials. As part of the subsequent realization of the optical waveguides, the geometrical dimensions of the waveguide core were optimized, optical attenuation measurements and measurements of the shape of the output optical beam were performed. The result of the bachelor thesis is the evaluation of the possibilities of both mentioned methods of optical waveguides fabrication and the properties of the realized waveguide structures using polydimethylsiloxane-based polymers.

Keywords:

optical channel waveguides, polymers, polydimethylsiloxane, active dye subsidy, microdosing, additive technology

Title translation:

Polymer multimode optical channel waveguides and their fabrication by using new technologies

Obsah

1 Úvod	1
2 Optické planární vlnovody	3
3 Polymerní materiály	5
4 Výroba a příprava optických polymerních vlnovodných struktur	9
4.1 Additní technologie	9
4.2 Mikrodávkování	10
5 Měřící metody	15
5.1 Optická kontrola - optická	
mikroskopie	15
5.2 Měření tloušťky	16
5.3 Měření transmisních spekter \ldots	16
5.4 Měření indexu lomu	17
5.5 Měření optického útlumu	17
5.6 Měření výstupního optického	
svazku	19
5.7 Měření spektrálních charakteristik	19
5.8 Měření luminiscenčních spekter .	20
6 Naměřené výsledky	21
6.1 Aditní technologie	21
6.2 Mnohavidové optické vlnovody .	23
6.3 Polymery s aktivní dotací	33
7 Závěr	47
Literatura	49

Obrázky

 2.1 Model optického planárního vlnovodu: (a) konstrukce 2D planárního vlnovodu, (b) šíření vlny v planárním vlnovodu [1]
 4.1 Formy pro 3D tisk: (a) válcová 2×2 sloupečky (2 mm rozteč mezi sloupečky a 2 mm průměr sloupečků), (b) válcová 3×3 sloupečky (2 mm rozteč mezi sloupečky a 2 mm průměr sloupečků), (c) hranatá 4 sloupečky (2 mm rozteč mezi sloupečků), (d) hranatá 4 sloupečky (2 mm rozteč mezi sloupečků), (d) hranatá 4 sloupečky (2 mm rozteč mezi sloupečky a 2 mm průměr sloupečků). 9 4.2 (a) Mikrodávkovač - zařízení vyrobené v rámci řešení diplomové práce V. Chlupatý ČVUT FEL 2021 [3] doplněné o digitální dávkovač řízený tlakem vzduchu, (b) schéma mikrodávkovače s tlakem řízeným dávkovačem, (c) schéma
 mikrodávkovače s čerpadlem 11 4.3 Princip mikrodávkování: (a) nalití pláštového polymeru do formy, (b) dávkování jádrového polymeru jehlou, (c) vytvrzování v peci [4] 12 4.4 Simulace toku monomeru při kolmém injekování k podkladu (a) a simulace tvaru jádra při kolmém injekování, (b) ve středu jehly, (c) u zadního okraje jehly, (d) 0,1 mm za jehlou, (e) 9 mm za jehlou [4] 13
 5.1 Sestava pro optickou kontrolu vzorků

5.4 Sestava pro měření optického	
útlumu	18
5.5 Sestava pro měření výstupního	
optického svazku	19
6.1 Výroba optických vlnovodů pomocí	I
additní technologie v různých	
stádiích: (a) vyhlazená forma s	
rozteklými sloupečky, (b) vyhlazená	
forma zalitá plášťovým materiálem	
Sylgard 184 po vytvrzení s	
rozteklými sloupečky, (c) vyhlazená	
forma s jedním sloupečkem, (d)	
vytištěný polymerní motiv zalitý	
plášťovým polymerem Sylgard 184 po)
vytvrzení materiálu a rozpuštění	
formy vyfocený shora, (e) vyfocený ze	;
strany, (f) vyfocený zespodu	22
6.2 Trasmisní spektra PDMS	
materiálů.	24
6.3 Absorpční koeficient použitých	
PDMS materiálů v závislosti na	
vlnové délce.	25
6.4 (a) Vytvrzený optický vlnovod se	
šesti kanálky o průměru přibližně 500	
µm MED-6210 (jádro)/Sylgard 184	
(plášť), (b) čela vlnovodů MED-6210	
(jádro), Sylgard 184 (plášť)	
optimalizované na průměr jádra 500	
μ m - první kanálek, (c) druhý	
kanálek, (d) třetí kanálek, (e) čtvrtý	
kanálek, (f) pátý kanálek, (g) šestý	
kanálek.	28
6.5 (a) Čela vlnovodů MED-6215	
(plášť)/MED-6210 (jádro)	
optimalizované na průměr jádra 500	
μ m - první kanálek, (b) druhý	
kanálek, (c) třetí kanálek, (d) čtvrtý	
kanálek, (e) pátý kanálek, (f) šestý	
kanálek.	29
6.6 Rozložení výstupních optických	
svazků v optickém vlnovodu na	
vlnové délce (a) 650 nm, (b) 850 nm,	
(c) 1300 nm, (d) 1550 nm	32

6.7 První emise objemových vzorků	
$\operatorname{LS-6943}$ s dotací barviva BASF o	
koncetraci (a) 0 hm. $\%$ (referenční	
vzorek bez barviva), (b) $0,01$ hm. %,	
(c) 0.02 hm. %, (d) 0.05 hm. %, (e)	
$0,1 \text{ hm. } \%, (f) 0,5 \text{ hm. } \%. \dots \dots$	33
6.8 Druhá emise objemových vzorků	
LS-6943 s dotací barviva BASF o	
koncetraci (a) 0 hm. % (referenční	
vzorek bez barviva), (b) 0,03 hm. %,	
(c) 0,04 hm. %, (d) 0,05 hm. %, (e)	
0,06 hm. %, (f) 0,07 hm. %	34
6.9 Třetí emise objemových vzorků	
LS-6943 s dotací barviva BASF o	
koncetraci (a) 0 hm. % (referenční	
vzorek bez barviva), (b) 0,045 hm. %,	
(c) 0,055 hm. %	34
6.10 Luminiscenční spektra první	
emise dotovaných PDMS vzorků.	35
6.11 Luminiscenční spektra druhé	
emise dotovaných PDMS materiálů.	36
6.12 Transmisní spektra první emise	
dotovaných PDMS vzorků	36
6.13 Transmisní spektra druhé emise	
dotovaných PDMS vzorků	37
6.14 Transmisní spektra třetí emise	
dotovaných PDMS vzorků	37
6.15 Absorpční koeficient první emise	
dotovaných PDMS vzorků v	
závislosti na vlnové délce	38
6.16 Absorpční koeficient druhé emise	
dotovaných PDMS vzorků v	
závislosti na vlnové délce	39
6.17 Absorpční koeficient třetí emise	
dotovaných PDMS vzorků v	
závislosti na vlnové délce	39
6.18 Indexy lomu materiálu LS-6943 s	
různými dotacemi barviva BASF	40
6.19 Vytvrzený vlnovod se šesti	
kanálky o průměru přibližně 500 $\mu\mathrm{m}$	
Sylgard 184 (plášť), LS-6943 + 0.01	
hm. % BASF (jádro).	40

6.20 Vytvrzený vlnovod se šesti kanálky o průměru přibližně 500 µm Sylgard 184 plášť, (a) LS-6943 + 0,045 hm. % BASF jádro, (b) LS-6943 + 0,055 hm. % BASF6.21 Spetra vyzařovaná optickými vlnovody za použití širokopásmového halogenového zdroje světla. 42 6.22 Vyzařovaná spektra za použití různých barev světla (a) bez vzorku, (b) jádro LS-6943, (c) jádro LS-6943 + 0,045 hm. % BASF, (d) jádro LS-6943 + 0,055 hm. % BASF.) . . 43 6.23 Vyzařovaná spektra za použití různých barev světla (a) bez vzorku, (b) jádro LS-6943 + 0,01 hm. %BASF. 44 6.24 Rozložení výstupních optických svazků v optickém vlnovodu na vlnové délce (a) 650 nm, (b) 850 nm, (c) 1300 nm, (d) 1550 nm. 45

Tabulky

3.1 Závislost doby vytvrzování
materiálu Sylgard 182 na teplotě [5]. 6
3.2 Závislost indexu lomu materiálu
Sylgard 184 na vlnové délce [6] 6
3.3 Závislost doby vytvrzování
materiálu Sylgard 184 na teplotě [6]. 6
3.4 Závislost indexu lomu materiálu
LS-6943 na vlnové délce při
vytyrzování po dobu 60 minut při
teplotě $100^{\circ}C$ [7] 6
357 2 5 7 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2
5.5 Zavisiost doby vytvizovalii matoriály OSil 216 na toplată [8] 7
materialu QSII 210 na teplote $[6]$
6.1 Parametry použité pro
mikrodávkování při optimalizaci
průměru jádra vlnovodu pro
materiály MED-6210 (jádro) a
Sylgard 184 ($plášť$) 26
6.2 Průměry jeder jednotlivých vzorků
z matoriálů MED 6210/Sulgard 184
z materialu MED-0210/Sylgaru 104
6.2 Drůměny jeden jednotljuých vzerlu
a materiálů MED 6210/MED 6215 za
z materialu MED-0210/MED-0215 za
urcite rychlosti mikrodavkovani 29
6.4 Opticke utiumy jednotlivych
kanalku dopocitane metodou dvou
délek pro optické vlnovody z
materiálů LS-6943 (jádro) a Sylgard
$184 \text{ (plášť)}. \dots 30$
6.5 Optické útlumy jednotlivých
kanálků dopočítané metodou dvou
délek pro optické vlnovody z
materiálů MED-6210 (jádro), Sylgard
$184 \text{ (plášť)}. \dots 31$
6.6 Tloušťky objemových vzorků z
materiálu LS-6943 s různou dotací
barviva BASF v hmotnostních
procentech 38
6.7 Optické útlumy jednotlivých
kanálků dopočítané metodou dvou
délek pro optické vlnovody z
materiálů Sylgard 184 (plášť),
LS-6943 + 0.01 hm. % BASF
(jádro)
(Janar 2)

Kapitola 1 Úvod

Bakalářská práce se zabývá výrobou optických kanálkových vlnovodů s velkým průměrem vlnovodného jádra (500 µm). Důvodem ke zvolení toho průměru je, aby vlnovody bylo možno připojit na optická vlákna s průměrem jádra 500 μm. Práce navazuje na diplomovou práci Ing. Václava Chlupatého [3]. V bakalářské práci se zabývám dvěma postupy výroby optických kanálkových vlnovodů. První postup výroby je pomocí additní technologie. Jedná se o technologii při které je 3D tiskárnou vytištěna forma z vodou rozpustného materiálu, která je následně zalita polymerními materiály a nakonec se forma nechá rozpustit ve vodě. Druhý postup využívá technologii mikrodávkování, která byla popsána v již zmíněné diplomové práci Ing. Václava Chlupatého. Tato práce se zabývá možností použití metody mikrodávkování na výrobu optických vlnovodů z biokompatibilních materiálů vhodných k implantaci do lidské tkáně. Na rozdíl od postupu výroby optických vlnovodů popsaných v diplomové práci Václava Chlupatého [3] jsem používal materiály s vyšší viskozitou a musel jsem mikrodávkovací zařízení doplnit o tlakem řízený dávkovač.

Posledním tématem této práce je výroba optických vlnovodů z polymerního materiálu dotovaného barvivem, kde jsem kanálkové vlnovody opět připravoval pomocí technologie mikrodávkování.

Kapitola 2

Optické planární vlnovody

Optický vlnovod je definován jako prostorové a materiálové uspořádání, které umožňuje vedení vln elektromagnetického záření. Optické vlnovody je možné rozdělit podle tvaru na planární a vláknové vlnovody, a následně podle počtů vidů na jednovidové a vícevidové vlnovody. Přenosové vlastnosti optických vlnovodů závisí hlavně na materiálu a na geometrickém uspořádání. Každý optický vlnovod obsahuje jádro, které se vyznačuje vyšším indexem lomu než okolí [1].

Optické planární vlnovody jsou využívány k přenosu vln na vzdálenost maximálně několika centimetrů. Nejčastěji se používaji k ovládání a distribuci optických vln. Jako příklady využití optických planárních vlnovodů lze zmínit modulátory, vazební členy a děliče[1].

Planární vlnovody mohou být dále rozdělit na dva typy. Prvním typem jsou dvourozměrné - 2D, ty se vyznačují tím, že jeden z příčných rozměrů vlnovodné struktury je co do velikosti neomezen (obrázek 2.1(a)). Tento typ vlnovodů se skládá z krycí vrstvy, jádra a podkladu. Pro docílení požadovaného šíření vlny optickým planárním vlnovodem, musí tyto tři segmenty splňovat následující podmínku:

$$n_2 < n_1 \iff n_1 > n_3, \tag{2.1}$$

kde n_1 je index lomu jádra vlnovodu, n_2 je index lomu podkladu a n_3 je index lomu krycí vrstvy.



Obrázek 2.1: Model optického planárního vlnovodu: (a) konstrukce 2D planárního vlnovodu, (b) šíření vlny v planárním vlnovodu [1].

2. Optické planární vlnovody

Druhým typem planárních vlnovodů jsou vlnovody trojrozměrné - 3D. Typickými zástupci trojrozměrných vlnovodů jsou vlnovody páskové (obrázek 2.2(a)), žebrové (obrázek 2.2(b)), kanálkové (obrázek 2.2(c)), difuzní kanálkové (obrázek 2.2(d)) a zanořené difuzní kanálkové (obrázek 2.2(e)).



Obrázek 2.2: Typy 3D optických planárních vlnovodů: (a) páskový vlnovod, (b) žebrový vlnovod, (c) kanálkový vlnovod, (d) difuzní kanálkový vlnovod, (e) zanořený difuzní kanálkový vlnovod [2].

Kapitola 3

Polymerní materiály

V této práci se zabývám výrobou flexibilních optických vlnovodů z polymerních materiálů. Hlavními důvody využívání polymerních materiálů pro výrobu flexibilních vlnovodů je oproti ostatním typům materiálů jejich ohebnost, možná biokompatibilita a dobré optické a mechanické vlastnosti. Dalšími výhodami jsou nízká cena, kompatibilita se stávajícími polovodičovými technologiemi a minimální dopad na životní prostředí. Příklady optických materiálů pro optické planární vlnovody a fotonické struktury jsou PolyguideTM (Du-Pont), TruemodeTM (Exxelis), Ultradel 9120D (Amoco chemicals), silicon resins FX-W712, FX-W713 (ADEKA Co.), CYCLOTENETM 4000 Series Advanced Electronics Resins (The Dow Chemical Company) nebo mnou používaný polydimethylsiloxan (PDMS) [9].

PDMS je organický polymer na bázi křemíku, který je nejčastěji používaným materiálem pro výrobu mikrofluidních zařízení. Mezi hlavní výhody PDMS materiálů patří nízká absorpce, vysoká teplotní odolnost, výborná optická průhlednost, flexibilita, snadná výroba a biokompatibilita [10]. Všechny materiály zmíněné v této práci patří do skupiny silikonových elastomerů. Silikon elastomery jsou pružné polymery s nízkou tuhostí. Lze je poměrně malou silou snadno deformovat a tato deformace je převážně vratná [11].

PDMS materiály se dodávají jako dvě rozdělené složky, ty je třeba pro výrobu smíchat v poměru daném výrobcem. Míchání je nutné provést pro dosáhnutí homogenity materiálu, a to buď manuálně nebo automatickým míchácím přístrojem. Dále je potřeba již smíchaný vzorek odvzdušnit pomocí exsikátoru. Vzorek lze obvykle vytvrzovat při pokojové teplotě, popřípadě lze tvrzení urychlit teplem.

Podstatnou vlastnostní PDMS materiálů je jejich biokompatibilita s lidskou tkání. Některé z těchto polymerů lze implantovat do lidského těla. Níže uvádím přehled dostupných PDMS materiálů a jejich vlastnosti.

Sylgard 182TM Silicone Elastomer

Sylgard 182 je bezbarvý silikon elastomer, balení se skládá ze dvou složek. Viskozita základní složky je 5475 cP a smíchaného produktu 4575 cP. Životnost materiálu je přibližně 8 hodin. Index lomu materiálu uvedený výrobcem je 1,410 na vlnové délce 589 nm [5]. Pro přípravu vzorků je potřeba smíchat 3. Polymerní materiály

obě složky v poměru 10:1. Doba vytvrzování uvedená výrobcem [5] při určité teplotě je uvedena v tabulce 3.1.

Tabulka 3.1: Závislost doby vytvrzování materiálu Sylgard 182 na teplotě [5].

Teplota [°C]	25	100	125	150
Čas	336 h	$75 \min$	$30 \min$	$20 \min$

Sylgard 184TM Silicone Elastomer

Sylgard 184 je bezbarvý elastomer, balení se skládá ze dvou složek. Viskozita základní složky je 5100 cP a smíchaného produktu 3500 cP. Životnost nevytvrzeného materiálu je přibližně 1,5 hodiny. Důležitým parametrem materiálu je také index lomu, tyto hodnoty dané výrobcem [6] jsou uvedené v tabulce 3.2.

Tabulka 3.2: Závislost indexu lomu materiálu Sylgard 184 na vlnové délce [6].

Vlnová délka [nm]	589	632	1321	1554
Index lomu	1,4418	1,4225	$1,\!4028$	$1,\!3997$

Pro přípravu vzorků je potřeba smíchat obě složky v poměru 10:1. Doba vytvrzování uvedená v datasheetu výrobce [6] při určité teplotě je ukázána v tabulce 3.3.

Tabulka 3.3: Závislost doby vytvrzování materiálu Sylgard 184 na teplotě [6].

Teplota [°C]	25	100	125	150
Čas	48 h	$35 \min$	$20 \min$	10 min

LS-6943

LS-6943 je optický reaktoplast, balení se skládá ze dvou složek. Viskozita smíchaného produktu je 5400 cP. Životnost nevytvrzeného materiálu je přibližně 1 hodina. Hodnoty indexu lomu uvedené výrobcem [7] lze nálezt v tabulce 3.4.

Tabulka 3.4: Závislost indexu lomu materiálu LS-6943 na vlnové délce při vytvrzování po dobu 60 minut při teplotě 100° C [7].

Vlnová délka [nm]	411	589	833	1306	1550
Index lomu	1,4440	$1,\!4269$	1,4220	1,4172	1,4157

Pro přípravu vzorků je potřeba smíchat obě složky v poměru 10:1. Vzorek se vytvrzuje při teplotě 100°C po dobu 60 minut, popřípadě při teplotě 150°C po dobu 15 minut [7].

QSil 216

QSil 216 je bezbarvý silikon elastomer, balení se skládá ze dvou složek. Viskozita první složky (QSil 216A) je 5000 cP a druhé složky (QSil 216B) je 1000 cP. Viskozita smíchaného produktu je 4500 cP. Po smíchání je životnost materiálu pro zpracování přibližně 4 hodiny. Index lomu materiálu na vlnové délce 589 nm uvedený výrobcem je 1,405 [12]. Pro přípravu vzorků je potřeba smíchat obě složky v poměru 10:1 (QSil 216A : QSil 216B). Doba vytvrzování uvedená výrobcem [8] je uvedena v tabulce 3.5.

Fabulka 3.5: Závislost dob	v vytvrzování materiálu	QSil 216 na teplotě	[8].
----------------------------	-------------------------	---------------------	------

Teplota [°C]	25	100
Čas	20 h	$60 \min$

NuSilTM MED-6215

NuSil MED-6215 je bezbarvý silikon elastomer. Narozdíl od materiálů Sylgard 184 a QSil 216 je tento materiál certifikovaný k implantaci do lidského těla na dobu delší než 29 dní. Balení se skládá ze dvou složek, viskozita první složky (part A) je 5500 cP a druhé složky (part B) je 95 cP. Životnost materiálu pro zpracování po smíchání je přibližně 5 hodin. Index lomu materiálu udávaný výrobcem je 1,410. Pro přípravu vzorků je potřeba smíchat obě složky v poměru 10:1 (part A : part B). Vzorek se vytvrzuje při teplotě 150°C po dobu 15 minut [13].

NuSilTM MED-6210

NuSil MED-6210 je bezbarvý silikon elastomer. Stejně jako Nusil MED-6215 je tento materiál certifikovaný k implantaci do lidského těla na dobu delší než 29 dní. Balení se skládá ze dvou složek. Viskozita první složky (part A) je 19000 cP a druhé složky (part B) je 13000 cP. Životnost materiálu pro zpracování dosahuje přibližně 4 hodin. Index lomu udávaný výrobcem je 1,430. Pro přípravu vzorků je potřeba smíchat obě složky v poměru 1:1 (part A : part B). Vzorek se vytvrzuje při teplotě 150°C po dobu 30 minut [14].

Dotace barvivem

Dalším typem materiálů, kterým se v této práci zabývám jsou polymery s aktivní dotací. Pro účely této práce jsem zvolil výše zmiňovaný polymer LS-6943. Do tohoto materiálu bylo na Vysoké škole chemicko-technologické v Praze přimícháno barvivo BASF (Lumogen F Yellow 086) v různých poměrech, čímž vznikaly materiály s různou dotací. Děkuji VŠCHT v Praze za výrobu potřebných materiálů. Konkrétně jsme nechali namýchat materiály s dotací v rozmezí 0,01 až 0,5 hmotnostního % (dále jen hm. %) BASF. 3. Polymerní materiály

Postup přípravy barvivem dotovaného materiálu je následující: nejprve se do kádinky navážilo různé množství barviva BASF. Množství použitého barviva se odvíjelo od požadované koncentrace dotace a bylo vypočítáno pomocí vztahu

$m_{BASF} = m_{polymer} \cdot w_{BASF}, \tag{3.1}$

kde m_{BASF} je množství barviva BASF v hm. %, $m_{polymer}$ je množství použitého polymeru v gramech a w_{BASF} je množství barviva BASF v gramech. Následně se přidalo 10 dílů LS 6943 Part A a 1 díl LS 6943 Part B. Takto připravený polymer se ručně míchal 5 minut. Poté se navážily 3 g polymeru do předem vystříknuté formy pomocí separátoru Formula 10. Forma s polymerem se umístila do exikátoru s vývodem, na který se připojila vakuová pumpa, pomocí které se z polymeru odstraňovaly vzduchové bubliny vzniklé během míchání. Poté se forma s polymerem umístila na 10 minut do předem vyhřáté sušárny na 150°C. Po vychladnutí byl polymer vyjmut z formy.

Kapitola 4

Výroba a příprava optických polymerních vlnovodných struktur

4.1 Additní technologie

V rámci mé bakalářské práce jsem prováděl testy výroby optických vlnovodů pomocí 3D tiskárny. Postup výroby je následující: nejdříve jsem pomocí programu Autodesk Fusion 360 navrhnul 3D formy. Testoval jsem dva tvary forem. První je ukázán na obrázku 4.1(a), (b) a má tvar válce. Druhý je ukázána na obrázku 4.1(c), (d) a má tvar hranolu.



Obrázek 4.1: Formy pro 3D tisk: (a) válcová 2×2 sloupečky (2 mm rozteč mezi sloupečky a 2 mm průměr sloupečků), (b) válcová 3×3 sloupečky (2 mm rozteč mezi sloupečky a 2 mm průměr sloupečků), (c) hranatá 4 sloupečky (2 mm rozteč mezi sloupečky a 1 mm průměr sloupečků), (d) hranatá 4 sloupečky (2 mm rozteč mezi sloupečky a 2 mm průměr sloupečků).

Formy jsou vytisknuty z materiálu polyvinylalkohol (PLA - Polylactic Acid), vodourozpustného polymeru. Tento materiál se musí skladovat v suchém prostředí, jinak hrozí navlhnutí. Tisk byl proveden při teplotě trysky 195°C a teplotě podložky 60° C [15].

3D tisk jsem prováděl pomocí tiskárny Prusa i3 MK3. Testoval jsem tisk forem s následujícími parametry: rozteč mezi sloupečky 1 mm a 2 mm a průměr sloupečků 1 mm a 2 mm. V případě formy ve tvaru hranolu, tiskárna nebyla schopna kvůli vlastnímu minimálnímu rozlišení vytisknout sloupečky v žádném z testovaných případů. U válcové formy se podařilo vytisknout formy se všemi testovanými parametry.

Pro odstranění nedokonalostí povrchu jako jsou výčnělky a tenká vlákna materiálu mezi stěnami je nejprve potřeba formu vyhladit vodou. Tyto nedokonalosti jsou způsobeny tím, že tiskneme na hranici minimálního rozlišení tiskárny. Vyhlazování je prováděno krátkým potápěním forem do vody, dokud se přebytečný materiál nerozpustí.

V posledním kroku se forma naplní optickým elastomerem PDMS, který slouží jako plášť vlnovodu. Následně se naplněná forma vloží do vody a vytištěná část se nechá uplně rozpustit. Nakonec se vzniklé kanálky vyplní polymerem sloužícím jako jádro vlnovodu a celá struktura se dá vytvrdit.

4.2 Mikrodávkování

Mikrodávkování je způsob výroby optických vlnovodů. Do materiálu, který slouží jako plášť vlnovodu je injekován materiál sloužící jako jádro vlnovodu. Injekování materiálu probíhá pomocí injekční stříkačky. Výroba optických vlnovodů pomocí této metody nabízí výrazné zlepšení účinnosti využití materiálu oproti ostatním metodám [16]. Metoda mikrodávkování se později dočkala vylepšení z japonské Yokohamy pod názvem Mosquito method [17], což lze do češtiny přeložit jako "komáří metoda". Tento název vznikl na základě podobnosti injekování jehlou s komářím orgánem, který slouží k sání krve, zvaným proboscis.

Metoda mikrodávkování

Výrobu vlnovodů metodou mikrodávkování neboli Mosquito method jsem realizoval pomocí mikrodávkovače, který je zobrazen na obrázku 4.2(a). Toto zařízení bylo vyrobeno na Katedře mikroelektroniky FEL, ČVUT v Praze v rámci řešení diplomové práce pana Ing. Václava Chlupatého v roce 2021 [3].

Zářízení je ovládáno mikrokontrolerem, který posouvá hlavici s mikrodávkovačem ve všech třech osách. Toto zářízení využívá pro dávkování materiálu šroubové čerpadlo a schéma tohoto zapojení s detailem na čerpadlo je zobrazeno na obrázku 4.2(c). Použití čerpadla bylo možné pouze v případě mikrodávkování méně viskózních materiálů jako je LS-6943, který má viskozitu přibližně 5400 cP. Při pokusech mikrodávkovat materiál NuSil MED-6210, který má viskozitu přibližně 16000 cP (třikrát více než materiál LS-6943) již výkon čerpadla nestačil a bylo nutné zařízení pro mikrodávkování doplnit o digitální tlakem řízený dávkovač PACE SODRTEK ST 600. Schéma tohoto zapojení s detailem na dávkovací hlavici, ke které je přivedena hadice z tlakem řízeného dávkovače, je zobrazeno na obrázku 4.2(b).



Obrázek 4.2: (a) Mikrodávkovač - zařízení vyrobené v rámci řešení diplomové práce V. Chlupatý ČVUT FEL 2021 [3] doplněné o digitální dávkovač řízený tlakem vzduchu, (b) schéma mikrodávkovače s tlakem řízeným dávkovačem, (c) schéma mikrodávkovače s čerpadlem.

Princip metody mikrodávkování je znázorněn na obrázku 4.3. Nejdříve se na podklad nanese tenká vrstva kapalného polymeru s indexem lomu n_2 sloužící jako plášt vlnovodu 4.3(a). Následně je do nanesené vrstvy injekován polymer s indexem lomu n_1 , pro který platí, že $n_1 > n_2$, sloužící jako jádro

vlnovodu 4.3(b). Injekování se provádí pomocí jehly, do které polymer vtéká pomocí čerpadla, popřípadě pomocí tlakem řízeného dávkovače. Nakonec je po injekování potřeba vzorek vytvrdit teplem v peci 4.3(c). Průměr jádra vlnovodu lze optimalizovat pomocí různých průměrů otvorů jehel, rychlostí posuvu jehly a tlakem jakým je polymer vytlačován [4].

V této práci jsem testoval rychlosti posuvu jehly od 100 mm/min do 600 mm/min, jehly o průměrech 0,41 mm, 0,51 mm a 0,58 mm. Poslední parametr, který jsem z důvodu optimalizace testoval, byl tlak dávkovače, kde se testované hodnoty nacházely v rozmezí 1,5 až 2,5 bar.



Obrázek 4.3: Princip mikrodávkování: (a) nalití plášťového polymeru do formy, (b) dávkování jádrového polymeru jehlou, (c) vytvrzování v peci [4].

Optimalizace tvaru jádra vlnovodu

Za účelem co nejnižšího optického útlumu při navázání optického signálu do vláknového vlnovodu s kruhovým jádrem je potřeba, aby jádro vlnovodu mělo kruhový tvar, nikoliv eliptický nebo obdelníkový (planární vlnovody, vyráběné litografickými metodami). Technologie mikrodávkování umožňuje optimalizovat proces výroby tak, aby výsledný kanálkový vlnovod měl kruhový tvar. Autoři článku [4] provedli simulace proudění monomeru při injekování v různých úhlech. Konkrétně simulovali injekování jádra kolmo k podkladu (znázorněno na obrázku 4.4)(a), ve 20° náklonu od kolmice k podkladu ve směru injekování a nakonec ve 20° náklonu od kolmice k podkladu v protisměru injekování.

Z obrázků 4.4(c), (d), (e) je patrné, že při injekování jádra kolmo k podkladu dochází k propadu vrchní stěny, a to má za následek srdcovitý tvar jádra vlnovodu. Z obrázku 4.4(c) je zřejmé, že srdcovitý tvar jádra vzniká hned za zadním okrajem jehly a tento tvar se víceméně nemění ani ve vzdálenosti 9 mm za jehlou, jak je zobrazeno na obrázku 4.4(e). Srdcovitý tvar vznikal při výrobě vlnovodů o průměru jádra 10 µm. Vzhledem k tomu, že jsem neměl k dispozici ohlé jehly a mým cílem bylo vyrobit vlnovody s jádrem o průměru 500 µm (50× větší než autoři článku [4]), tak jsem se rozhodl využít jehly rovné. Při výrobě vlnovodů s takto velkými jádry už srdcovitý tvar injekovaného jádra nevzniká a kanálky mají kulatý tvar i při injekování směrem kolmo k podkladu.



Obrázek 4.4: Simulace toku monomeru při kolmém injekování k podkladu (a) a simulace tvaru jádra při kolmém injekování, (b) ve středu jehly, (c) u zadního okraje jehly, (d) 0,1 mm za jehlou, (e) 9 mm za jehlou [4].

Kapitola 5



5.1 Optická kontrola - optická mikroskopie

V rámci optimalizace rozměrů optických vlnovodů jsem vyhodnocoval vzorky pomocí mikroskopu Olympus BX60 s kamerou připojenou k počítači. Tato sestava je zobrazena na obrázku 5.1. V příslušném softwaru jsem pořídil fotografie vzorků a po zadání použitého objektivu jsem změřil šířky vyrobených optických vlnovodů.



Obrázek 5.1: Sestava pro optickou kontrolu vzorků.

5.2 Měření tloušťky

Pro výpočet absorpčního koeficientu z transmisí jsem potřeboval znát tloušťku objemových vzorků. Tloušťku vzorků jsem měřil pomocí digitálního úchylkoměru KINEX s přesností 0,001 mm a rozsahem 0 až 12,7 mm. Sestava na měření tloušťky je zobrazena na obrázku 5.2.



Obrázek 5.2: Sestava pro měření tloušťky vzorku.

Digitální úchylkoměr jsem připevnil na rameno s držákem. Pod měřící píst jsem vložil vzorek, jehož tloušťku jsem chtěl změřit a z displeje úchylkometru jsem odečítal naměřené hodnoty.

5.3 Měření transmisních spekter

K měření transmisních spekter jsem použil přístroj UV-VIS-NIR spectrometer (UV 3600 Shimadzu). Měření jsem prováděl na Fakultě jaderné a fyzikálně inženýrské na ČVUT v Praze. Princip fungování přístroje je následující: světlo ze širokopásmového zdroje v přístroji prochází monochromátorem a nastavitelnou štěrbinou, kde vzniká kolimovaný monochromatický svazek. Ten prochází skrz umístěný vzorek na fotodetektor. Vzhledem k širokému měřícímu rozsahu 185 až 3300 nm, je světelených zdrojů i detektorů několik a v průběhu měření dochází k jejich přepínání.

Měření probíhá postupným přelaďováním monochromátoru a zaznamenáváním intenzity dopadající na detektor na každé měřené vlnové délce. Před samotným měřením je potřeba provést referenční měření, kdy přístroj změří spektrum bez vloženého vzorku. Z referenčních a naměřených dat řídící software určí průběh transmisního spektra měřeného vzorku [3].

5.4 Měření indexu lomu

Pro měření indexu lomu jsem použil metodu jednohranolové spektroskopie. Tato metoda je někdy označována jako tmavá vidová spektroskopie nebo mline spektroskopie. Měření jsem prováděl na zařízení Metricon 2010/M Prism Coupler. Princip zařízení je zobrazen na obrázku 5.3. Optický kontakt mezi měřeným vzorkem a vazebním hranolem je proveden pomocí pneumaticky ovládaného přítlačného pístu, čímž se mezi vzorkem a hranolem vytvoří malá vzduchová mezera. Laserový paprsek dopadá na základnu hranolu a obvykle se zcela odráží od základny hranolu na fotodetektor. Při určitých diskrétních hodnotách úhlu dopadu, které se nazývají módové úhly, mohou fotony pronikat přes vzduchovou mezeru do vzorku a vstoupit do režimu řízeného optického šíření, což způsobí prudký pokles intenzity světla dopadajícího na detektor [18].



Obrázek 5.3: Princip přístroje Metricon 2010/M Prism Coupler [3].

V rámci mého měření jsem používal vazební hranol typu Metricon Prism #200-P-4a vhodný pro měření indexů lomu v rozsahu od 1,20 do 2,02. Měření jsem prováděl na 6 vlnových délkách. Konkrétně šlo o vlnové délky 532,0 nm, 654,2 nm, 846,4 nm, 1308,2 nm, 1549,1 nm a 1652,1 nm.

5.5 Měření optického útlumu

Měření optického útlumu jsem prováděl pomocí metody dvou délek. Jedná se o metodu velice přesnou, ale vzorek je při měření zničen. Do měřeného optického vlnovodu o délce l_1 je navázán paprsek přivedený optickým vláknem ze zdroje. Na druhém konci měřeného vzorku je optický vlnovod navázán na optické vlákno vedoucí do fotodetektoru. Vzhledem k tomu, že mnou vyrobené vlnovody mají průměr jádra přibližně 500 µm, tak vstupní i výstupní optické vlákno má také průměr jádra 500 µm. Fotodetektor měří výstupní výkon P_1 paprsku, který prochází přes měřený vzorek. Následně je vzorek zkrácen na

5. Měřící metody

délku l_2 a navázán na zdroj záření a fotodetektor. Na výstupu změříme výkon P_2 . Z těchto naměřených hodnot vypočítáme měrný optický útlum A podle vztahu

$$A = \frac{P_{1_{dB}} - P_{2_{dB}}}{l_1 - l_2}.$$
(5.1)

Sestava pro měření optického útlumu je uvedena na obrázku 5.4. Měření jsem prováděl pomocí čtyř laserů pracujících na vlnových délkách 650 nm, 850 nm, 1300 nm a 1550 nm. Zdroj je připojen na vstupní vlákno, na výstupní vlákno je připojen fotodetektor, který je připojen na řídící konzoli. V rámci mého měření jsem používal dva fotodetektory. První (Si detektor) je určen pro měření optického útlumu v rozsahnu vlnových délek 400 až 1100 nm a druhý (InGaAs detektor) 800 až 1700 nm. Součástí sestavy jsou tři tříosé mikrometrické posuvníky. Na těchto mikroposuvech je umístěn měřený vzorek a vstupní a výstupní vlákno.



Obrázek 5.4: Sestava pro měření optického útlumu.

Pomocí mikroposuvů jsem nastavil pozici vstupního a výstupního vlákna vůči vzorku tak, aby vlákna navazovala na měřený vlnovod. K optimalizaci optické vazby jsem používal zdroj o vlnové délce 650 nm, protože tato vlnová délka je pozorovatelná lidským zrakem, a dále kamerou připojenou k počítači, abych viděl, kam mám vstupní a výstupní vlákno směřovat. Naměřené hodnoty optického útlumu jsem odečítal z řídící konzole.

Každý měřený vzorek obsahoval šest vlnovodů. Z důvodu přesnosti měření optického útlumu bylo potřeba změřit všechny tyto vlnovody. Všechny mé vzorky měly průměr jádra vlnovodu přibližně 500 μ m. Z tohoto důvodu jsem na vstupu a výstupu používal optická vlákna o průměru 500 μ m.

5.6 Měření výstupního optického svazku

Pro ověření možnosti navazování signálu mezi připravenými vlnovody a optickými vlákny jsem měřil tvar a rozměry výstupního optického svazku na výstupu optických vláken i připravených vlnovodů. Pokud jsou rozložení a průměr obou polí podobná, vazební ztráty při navazování vlákna a vlnovodu budou nízké.

K měření jsem využíval měřící sestavu zobrazenou na obrázku 5.5. Vstupní vlákno přivádí záření o vlnové délce 650 nm, 850 nm, 1300 nm a 1550 nm a pomocí mikroposuvů se vzorkem a se vstupním vláknem, je podle sesazovacího mikroskopu s kamerou připojenou k počítači navázán signál ze vstupního vlákna vlnovodu. Následně je pomocí mikroposuvů zaostřena měřící kamera na čelo vlnovodu a zaznamenané rozložení optického svazku je zobrazeno na počítači.



Obrázek 5.5: Sestava pro měření výstupního optického svazku.

V soustavě je použita kamera Owl 640 II, která je založena na InGaAs čipu, díky kterému je umožněn měřící rozsah pro vlnové délky 400-1700 nm. Součástí sestavy jsou vyměnitelné objektivy $10 \times$, $40 \times$ a $60 \times$ zvětšením. Pro mé měření jsem použil objektiv s $10 \times$ zvětšením.

5.7 Měření spektrálních charakteristik

Pro měření spektrálních charakteristik jsem použil spektrální analyzátor Ocean Optics USB 2000. Pro měření jsem používal dva optické zdroje. Prvním je širokopásmový halogenový zdroj Ocean Optics HALOGEN LIGHT SOURCE HL-2000-FHSA. Tento zdroj vyzařuje světlo na vlnových délkách v rozmezí 360 až 2400 nm. Měření spekter jsem však prováděl pouze na vlnových délkách ve spektru záření viditelném lidským okem (380 až 740 nm). Druhý zdroj vyzařoval světlo o určité vlnové délce. Konkrétně šlo o vlnové délky 470 nm (modrá), 525 nm (zelená), 589 nm (oranžová), 625 nm (červená) a nakonec bílé světlo bez definované vlnové délky.

Měřící sestava bylo podobná jako při měření optického útlumu. Vstupní optické vlákno s průměrem jádra 500 µm napojené na jeden ze dvou typů zdrojů záření jsem navázal na měřený vlnovod a na druhém konci vlnovodu bylo navázáno výstupní optické vlákno vedoucí do spektrálního analyzátoru, který byl připojen k počítači. Naměřené hodnoty jsem odečítal pomocí příslušného softwaru z počítače.

5.8 Měření luminiscenčních spekter

Měření luminiscenčních spekter materiálů jsem prováděl na Vysoké škole chemicko-technologické v Praze. K měření jsem použil přístroj Agilent Cary eclipse G9800AA v uspořádání na odraz, vybavený xenonovou lampou, emisním a excitačním monochromátorem, a R928 fotonásobičem s multialkalickou fotokatodou (Hamamatsu photonics) jako detektorem. Excitační vlnová délka byla nastavena na 480 nm a emisní vlnová délka byla měřena s krokem 1 nm v rozmezí 300 až 800 nm. Tyto spektra jsem měřil na objemových vzorcích materiálu LS-6943 s dotací barviva.

Kapitola **6**

Naměřené výsledky

6.1 Aditní technologie

První metodou výroby optických vlnovodů, kterou jsem se v této práci zabýval je použití additní technologie. Cílem bylo vytisknout pomocí vodou rozpustného polymeru tvar kruhového vlnovodu, který bude zalit polymerní pláštovou vrstvou. Pak bude vodou rozpustný polymer rozpuštěn a vytvořená dutina bude zalita optickým polymerem s vyšší hodnotou indexu lomu, tento polymer bude tvořit jádro vlnovodu. Mým cílem bylo vyrobit optické vlnovody s průměrem jádra přibližne 500 μ m. Vzhledem k faktu, že 3D tiskárna Original Prusa i3 MK3 nebyla schopna vytisknout hranaté formy se sloupečky v jedné řadě, se tato kapitola věnuje pouze oválným formám. V rámci mých pokusů jsem se pokoušel tisknout formy s různými parametry. Mezi tyto paremtry patří:

- rozteč mezi sloupečky (1 a 2 mm),
- průměr sloupečků (1 a 2 mm),
- počet sloupečků $(2 \times 2 \text{ a } 3 \times 3 \text{ sloupečky}).$

Hned z prvních vytištěných forem bylo jasné, že nebude možné vyrobit formy se sloupečky o průměru 1 mm. Ve většině případů 3D tiskárna nebyla vůbec schopna sloupečky vytisknout, pokud se tisk povedl, při vyhlazování vodou se sloupečky začali deformovat dřív, než byla forma vyhlazena. Vzhledem k časové náročnosti tisku forem, které mají 9 (3×3) sloupečků, jsem se rozhodl, že první experimenty provedu na formách, které mají pouze 4 (2×2) sloupečky. Dalším zkoumaným parametrem výroby byla rozteč mezi sloupečky. Formy s roztečí sloupečků 1 mm opět tiskárna nebyla schopna vyrobit dostatečně kvalitně. Často se nevytiskly všechny sloupečky, a pokud ano, při vyhlazování docházelo k ohybu sloupečků a k jejich následnému spojení. Z těchto důvodů jsem se tedy rozhodl testovat pouze formy, které mají 4 sloupečky a průměr i rozteč sloupečků 2 mm.

Při prvním experimentu jsem tuto formu nechal ve vodě vyhlazovat příliš dlouho, jak lze vidět na obrázku 6.1(a), sloupečky se roztekly. Na druhý pokus se už podařilo vyhladit formu správně. Vyhlazenou formu jsem však nenechal

6. Naměřené výsledky

vysušit a rovnou jsem ji zalil materiálem Sylgard 184 (plášť vlnovodu) a dal vvtvrdit do pece na teplotu 150°C po dobu 10 minut. Nevysušení formy však vedlo k tomu, že se vlivem vysoké teploty sloupečky opět roztekly i přestože již byly zalité polymerem (obrázek 6.1(b)). V rámci třetího pokusu se při vyhlazování formy vodou poškodily tři ze čtyř sloupečků (obrázek 6.1(c)). Přesto jsem se kvůli časové náročnosti výroby nové formy rozhodl, že zkusím formu vysušit v exsikátoru a následně zalít materiálem Sylgard 184 a vytvrdit. Tentokrát se sloupeček neroztekl a byl rovný. Vložil jsem tedy formu s vytvrzeným polymerem do vody, aby se forma kompletně rozpustila a vytvořené kanálky jsem mohl zalít materiálem LS-6943. Bohužel ani po třech týdnech ve vodě se kanálky nepodařilo rozpustit. Průměr sloupečků je pravděpodobně přílíš malý na to, aby se k nim dostalo dostatečné množství vody potřebné k rozpuštění. Na obrázcích 6.1(d), (e), (f) lze vidět výsledný stav vlnovodu. Stěna i podstava formy se rozpustila, sloupečky zůstaly celé. Z tohoto důvody bohužel nelze tuto metodu využít pro výrobu optických vlnovodů s průměry jáder menší než 2 mm, což je zásadně více než mnou požadovaných 500 µm.



Obrázek 6.1: Výroba optických vlnovodů pomocí additní technologie v různých stádiích: (a) vyhlazená forma s rozteklými sloupečky, (b) vyhlazená forma zalitá pláštovým materiálem Sylgard 184 po vytvrzení s rozteklými sloupečky, (c) vyhlazená forma s jedním sloupečkem, (d) vytištěný polymerní motiv zalitý pláštovým polymerem Sylgard 184 po vytvrzení materiálu a rozpuštění formy vyfocený shora, (e) vyfocený ze strany, (f) vyfocený zespodu.

6.2 Mnohavidové optické vlnovody

Tato kapitola se věnuje nedotovaným PDMS materiálům pro výrobu optických vlnovodů s velkým průměrem (500 μ m) a s kruhovým tvarem jádra. V této práci jsem pracoval s materiály Sylgard 184TM, LS-6943, NuSilTM MED-6210 a NuSilTM MED-6215. Ze všech uvedených materiálů jsem vytvořil objemové vzorky, na kterých jsem měřil transmisní spektra, z těch jsem dopočítal absorpční koeficienty. Následně jsem tyto materiály použil k výrobě optických vlnovodů metodou mikrodávkování. V rámci této metody jsem vyráběl a testoval optické vlnovody, jejichž plášť byl vytvořen z materiálu Sylgard 184 a jádro z LS-6943. Následovaly vlnovody jejichž plášť opět tvořil materiál Sylgard 184 a jádro MED-6210. Nakonec jsem vyráběl optické vlnovody jejíchž plášť tvořil polymer MED-6215 a jádro MED-6210. Nejdříve bylo potřeba optimalizovat geometrické rozměry (průměr a tvar jádra) optických vlnovodů, následně jsem měřil jejich optický útlum a tvar výstupního optického svazku.

Transmisní spektra

K měření transmisních spekter bylo potřeba vyrobit objemové vzorky všech materiálů, které jsem používal jako jádra optických vlnovodů. Při výrobě vzorků jsem vycházel z informací udávaných výrobcem a ze zkušeností z předešlých bakalářských a diplomových prací řešených na Katedře mikroelektroniky ČVUT FEL v Praze. Vzhledem k více možnostem vytvrzování materiálů, je potřeba zmínit za jakých teplot a jak dlouho byly materiály vytvrzovány. Všechny objemové vzorky materiálů jsem vytvrzoval v peci při teplotě 150°C, lišil se pouze čas vytvrzování. Materiály LS-6943 a MED-6215 jsem vytvrzoval po dobu 15 minut a MED-6210 jsem vytvrzoval 30 minut. Následně jsem změřil transmisní spektra všech vzorků na přístroji UV 3600 Shimadzu. Naměřená data transmisních spekter jsou uvedena v grafu na obrázku 6.2.

Z tohoto grafu vyplývá, že všechny měřené vzorky vykazují nízkou transmisi na vlnových délkách v okolí 1200 nm, 1400 nm a v rozmezí 1650 až 1850 nm. Až na tyto vyjímky mají všechny testované materiály transmisi vysokou.



Obrázek 6.2: Trasmisní spektra PDMS materiálů.

Absorpční koeficient

Z naměřených transmisních spekter jsem následně pomocí scriptu v Matlabu dopočítal absorpční koeficienty. Vzorec pro výpočet absorpčních koeficientů α je

$$\alpha(\lambda) = -\ln\left(\frac{T(\lambda)}{100}\right) \cdot \frac{1}{t},\tag{6.1}$$

kdetje tloušťka objemového vzorku, Tjsou transmisní spektra v%a λ je vlnová délka. Tloušťku objemových vzorků jsem měřil pomocí digitálního úchylkoměru. Objemový vzorek materiálu LS-6943 měl tloušťku 4,024 mm, MED-6210 měl tloušťku 2,175 mm a MED-6215 měl tloušťku 1,771 mm. Závislost absorpčního koeficientu na vlnové délce je uvedena v grafu na obrázku 6.3.

Z grafu vyplývá že všechny měřené materiály mají vysokou absorpci na vlnových délkách pod 350 nm a v okolí 1200 nm a 1400 nm. Nejvyšší naměřené hodnoty absorpcí všech testovaných materiálů jsou na vlnových délkách mezi 1600 a 1850 nm. Kromě těchto jmenovaných vlnových délek je absorpce všech materiálů nízká.



Obrázek 6.3: Absorpční koeficient použitých PDMS materiálů v závislosti na vlnové délce.

Optimalizace geometrických rozměrů

Z výše zmíněných PDMS materiálů jsem následně začal vyrábět optické vlnovody. Mým cílem bylo vytvořit vlnovody, které mají průměr jádra (d_v) 500 µm. Důvodem ke zvolení tohoto průměru, byla kompatibilita s velkoprůměrovými optickými vlákny, které mají také průměr 500 µm. Toho jsem docílil pomocí testování různých kombinací proměnných mezi které patří rychlost posunu dávkovací hlavice (F), průměr jehly (d_j) a otáčky čerpadla (E), respektive tlak vzduchem řízeného tlakovače (p).

Výrobu optických vlnovodů, při kterých jsem použil materiál Sylgard 184 jako plášť a LS-6943 jako jádro vlnovodu, jsem uskutečnil pomocí sestavy mikrodávkovače s čerpadlem. Tento postup je umožněn díky nízké viskozitě materiálu LS-6943. Proměnné pro výrobu vlnovodů pomocí sestavy mikrodávkovače s čerpadlem tedy jsou rychlost pohybu jehly, šířka jehly a rychlost otáček čerpadla.

Při výrobě vlnovodů, které využívaly jako jádro vlnovodu materiál MED-6210 už bylo potřeba místo čerpadla použít vzduchem řízený tlakovač. Viskozita tohoto materiálu byla tak vysoká, že nebylo možné pomocí čerpadla protlačit polymer jehlou. Proměnné pro výrobu vlnovodů pomocí sestavy mikrodávkovače s tlakovačem tedy jsou rychlost pohybu jehly, šířka jehly a tlak vzduchem řízeného tlakovače. 6. Naměřené výsledky

V této práci se nevěnuji optimalizaci výroby optického vlnovodu z kombinace materiálů Sylgard 184 a LS-6943, protože tento proces už byl optimalizovaný v rámci řešení diplomové práce Ing. Václava Chlupatého [3]. Pro dosažení požadovaného průměru jsem použil následující parametry:

- rozestup kanálků 2 mm,
- průměr jehly 0,33 mm,
- rychlost posunu dávkovací hlavice 200 mm/min,
- otáčky čerpadla 5 otáček na centimetr vzorku.

Doba vytvrzování vzorků byla 15 minut při teplotě 150°C.

Za účelem nalezení optimální kombinace parametrů pro vlnovod o průměru jádra 500 μ m z kombinace materiálů Sylgard 184 a MED-6210 jsem vytvořil celkem pět 5 cm dlouhých vzorků každý se šesti kanálky, které byly od sebe vzdáleny 2 mm. Hodnoty tlaku vzduchu dávkovače jsem testoval v rozmezí 1,5 až 2,5 bar a používal jsem jehly o průměru 0,41 mm, 0,51 mm a 0,58 mm. Konkrétní kombinace použitých paramterů jsou shrnuty v tabulce 6.1.

Tabulka 6.1: Parametry použité pro mikrodávkování při optimalizaci průměru jádra vlnovodu pro materiály MED-6210 (jádro) a Sylgard 184 (plášť).

	$d_j [\mathrm{mm}]$	p [bar]
1. vzorek	0,51	2,0
2. vzorek	0,41	2,5
3. vzorek	$0,\!58$	1,5
4. vzorek	$0,\!58$	2,0
5. vzorek	$0,\!58$	2,5

 d_j - průměr jehly.

p - tlak dávkovače

V rámci každého vzorku jsem testoval rychlost pohybu dávkovací hlavice v rozmezí 100 až 600 mm/min. Rozdíl rychlosti pohybu byl mezi jednotlivými kanálky vždy 100 mm/min. Všechny vzorky jsem vytvrzoval v peci při teplotě 150°C po dobu 30 minut. Vytvrzené vlnovody jsem rozřízl skalpelem a mikroskopem s kamerou jsem změřil průměry jednotlivých kanálků. Naměřené hodnoty průměrů kanálků jsou shrnuty v tabulce 6.2.

	$d_v \; [\mu \mathrm{m}]$						
F [mm/min]	1. vzorek	2. vzorek	3. vzorek	4. vzorek	5. vzorek		
100	377	304	1089	1262	1538		
200	292	224	820	898	1017		
300	216	178	642	712	833		
400	183	160	546	615	712		
500	165	147	540	534	596		
600	155	143	503	520	546		

Tabulka 6.2: Průměry jader jednotlivých vzorků z materiálů MED-6210/Sylgard 184 za určité rychlosti mikrodávkování.

 d_v - průměr jádra.

 ${\cal F}$ - rychlost posunu dávkovací hlavice.

Na základě tohoto měření jsem určil, že nejvhodnější parametry pro výrobu optických vlnovodů o průměru 500 μm jsou tyto:

- průměr jehly 0,58 mm,
- tlak dávkovače 1,5 bar,
- rychlost posunu dávkovací hlavy 600 mm/min.

Tyto hodnoty proměnných jsem použil k výrobě 10 cm dlouhých vzorků pro měření optického útlumu. Vytvrzený vzorek je zobrazen na obrázku 6.4(a). Fotografie čel vlnovodů jsou ukázány na obrázcích 6.4(b), (c), (d), (e), (f), (g). Na těchto obrázcích lze vidět, že kanálky mají kulatý tvar a průměry jader se pohybují v rozmezí 499 až 511 μ m, což přibližně odpovídá mnou požadovanému rozměru 500 μ m. Vlnovody těchto rozměrů je vhodné použít pro měření optického útlumu.







Obrázek 6.4: (a) Vytvrzený optický vlnovod se šesti kanálky o průměru přibližně 500 μ m MED-6210 (jádro)/Sylgard 184 (plášť), (b) čela vlnovodů MED-6210 (jádro), Sylgard 184 (plášť) optimalizované na průměr jádra 500 μ m - první kanálek, (c) druhý kanálek, (d) třetí kanálek, (e) čtvrtý kanálek, (f) pátý kanálek, (g) šestý kanálek.

Po optimalizaci výroby optických vlnovodů z kombinace materiálů Sylgard 184 a MED-6210 jsem začal s optimalizací výrobního procesu vlnovodů z materiálu MED-6215 použitého jako plášť vlnovodu a MED-6210 použitého jako jádro vlnovodu. Vzhledem k vysoké ceně a malému dostupnému množství materiálu jsem na základě předchozích experimentů s kombinací materiálů Sylgard 184 a MED-6210 vytvořil jeden 5 cm dlouhý testovací vzorek. K výrobě tohoto vzorku jsem použil jehlu o průměru 0,58 mm a tlak dávkovače 2 bar. Vzorek obsahoval 6 vlnovodů s rozestupy 2 mm. Rychlost posunu dávkovací hlavy jsem zvolil v rozmezí 300 až 600 mm/min. Vytvrzování probíhalo při teplotě 150°C po dobu 30 minut. Vytvrzené vzorky jsem opět rozřízl skalpelem a mikroskopem s kamerou jsem změřil průměry jednotlivých kanálků. Naměřené hodnoty průměrů kanálků jsou uvedeny v tabulce 6.3.

Tabulka 6.3: Průměry jader jednotlivých vzorků z materiálů MED-6210/MED-6215 za určité rychlosti mikrodávkování.

$F [\rm mm/min]$	300	400	500	500	600	600
$d_v \; [\mu { m m}]$	668	589	552	555	504	512

 ${\cal F}$ - rychlost posunu dávkovací hlavice.

 d_v - průměr jádra.

Z těchto naměřených hodnot jsem určil, že nejvhodnější parametry pro výrobu optických vlnovodů o průměru 500 μ m jsou tyto:

- průměr jehly 0,58 mm,
- tlak dávkovače 2 bar,
- rychlost posunu dávkovací hlavy 600 mm/min.

Tyto parametry jsem použil pro výrobu kontrolního vzorku, který byl dlouhý 10 cm, tento vzorek byl použit pro měření optického útlumu. Fotografie čel vlnovodů jsou na obrázku 6.5. Na těchto obrázcích lze vidět, že kanálky mají kulatý tvar a průměry jader se pohybují v rozmezí 496 až 514 μ m, což přibližně odpovídá mnou požadovanému rozměru 500 μ m.



Obrázek 6.5: (a) Čela vlnovodů MED-6215 (plášť)/MED-6210 (jádro) optimalizované na průměr jádra 500 μ m - první kanálek, (b) druhý kanálek, (c) třetí kanálek, (d) čtvrtý kanálek, (e) pátý kanálek, (f) šestý kanálek.

Optický útlum

Po vyrobení a zhodnocení 10 cm dlouhých vzorků jsem začal s měřením optického útlumu (*u*). Jako první měřený vzorek posloužil optický vlnovod z kombinací materiálů Sylgard 184 (plášť) a LS-6943 (jádro). Aby čela byla čistá a nedocházelo ke zvýšenému optickému útlumu, tak jsem ze vzorku skalpelem uříznul na obou stranách konce. Výsledný měřený vzorek měl délku 8,9 cm. Ve všech šesti kanálcích jsem změřil výkon v jednotkách dBm ze všech čtyř dostupných zdrojů světla o vlnových délkách 650 nm, 850 nm, 1300 nm a 1550 nm. Následně jsem vlnovod rozřízl přibližně ve dvou třetinách. Měřená část měla délku 5,4 cm. Postup měření byl stejný jako u nerozříznutého vlnovodu. Následně jsem naměřené hodnoty převedl z dBm na μ W a dále na dB. Nakonec jsem pro každý kanálek pomocí vzorce pro metodu dvou délek (vzorec 5.1 v kapitole 5.5) vypočetl útlum na centimetr vzdálosti v dB/cm. Vypočítané hodnoty optických útlumů jsou shrnuty v tabulce 6.4.

Tabulka 6.4: Optické útlumy jednotlivých kanálků dopočítané metodou dvou délek pro optické vlnovody z materiálů LS-6943 (jádro) a Sylgard 184 (plášť).

	$u [\mathrm{dB/cm}]$						
λ [nm]	1. kanál	2. kanál	3. kanál	4. kanál	5. kanál	6. kanál	
650	1,01	0,73	$0,\!65$	$0,\!17$	0,32	0,38	
850	0,97	0,75	0,61	$0,\!18$	0,50	0,20	
1300	1,16	$0,\!52$	0,46	$0,\!50$	0,16	0,16	
1550	2,63	2,40	2,33	2,39	1,91	2,06	

u - optický útlum.

 λ - vlnová délka.

Z této tabulku lze vypozorovat, že první tři kanálky mají oproti ostatním třem poměrně vysoký optický útlum na všech vlnových délkách kromě 1550 nm, na které mají výsoký útlum všechny kanálky. Vysoké útlumy na této vlnové délce byly očekávatelné už z naměřených transmisních spekter. Vysoké hodnoty útlumů prvních třech kanálků mohou být způsobeny nedokonalostmi při výrobě vlnovodu. Kanálky číslo 4, 5 a 6 už nicméně vykazují přijatelné hodnoty optického útlumu, až na již zmíněnou vlnovou délku 1550 nm.

Postup měření optického útlumu vzorku vyrobeného z kombinace materiálů Sylgard 184 plášť a MED-6210 jádro byl totožný s předchozím vzorkem. Dlouhý optický vlnovod s uřízlými konci měřil 8,3 cm a po rozříznuti ve dvou třetinách měl vzorek délku 5,3 cm. Vypočítané hodnoty útlumů na centimetr jsou v tabulce 6.5.

	$u [\mathrm{dB/cm}]$						
λ [nm]	1. kanál	2. kanál	3. kanál	4. kanál	5. kanál	6. kanál	
650	1,84	1,85	0,61	1,67	0,38	0,47	
850	2,01	2,09	0,56	1,61	0,23	0,76	
1300	2,34	2,19	1,26	1,97	0,75	0,12	
1550	3,06	2,20	3,39	3,33	2,99	2,03	

Tabulka 6.5: Optické útlumy jednotlivých kanálků dopočítané metodou dvou délek pro optické vlnovody z materiálů MED-6210 (jádro), Sylgard 184 (plášť).

u - optický útlum.

 λ - vlnová délka.

Z této tabulky je jasné, že hodnoty optického útlumu pro kombinaci materiálů Sylgard 184 plášť a MED-6210 jsou vyšší než v případě předchozí kombinace materiálů. Na vlnové délce 1550 nm jde opět vidět vysoký optický útlum ve všech kanálcích. To bylo opět v souladu s naměřenými transmisními spektry, kde na vlnové délce 1550 nm lze pozorovat nižší transmisi. Hodnoty útlumů všech kanálků jsou poměrně nekonzistentní. To může být způsobeno nedokonalostmi při výrobě, jako je například nestálý tlak dávkovače nebo přítomnost nečistot. Poslední dva kanálky však již vykazují přijatelné hodnoty optického útlumu. Po optimalizaci procesu bude možno vyrobit kvalitní optické vlnovody pro vlnové délky 650 nm, 850 nm a 1300 nm.

Tvar výstupního optického svazku

Na již rozřízlých vzorcích Sylgard 184/LS-6943 a Sylgard 184/MED-6210 jsem změřil tvar a průměr výstupních optických svazků na vlnových délkách 650 nm, 850 nm, 1300 nm a 1550 nm. Spolu s těmito vzorky jsem toto měření provedl i na optickém vlákně o průměru 500 μ m. Výstupem z měření byly fotografie zobrazující rozložení výstupních optických svazků optického vlnovodu. Z těchto fotografií bylo dále potřeba naměřit šířky svazků z důvodu ověření možnosti navazování signálu mezi připravovanými vlnovody a optickými vlákny. K tomu jsem použil software Fiji, ve kterém jsem zadal jakou vzdálenost představuje jeden pixel (1,53 μ m na jeden pixel) a následně jsem změřil šířky výstupních svazků. Výsledky měření jsou uvedeny na obrázku 6.6.

Na všech vlnových délkách je ve vlákně podobné rozložení výstupního svazku. Ve středu vlákna je intenzita nejvyšší a směrem ke krajům klesá. V případě mnou vyrobených vlnovodů je však výstupní svazek rozložen rovnoměrněji a místa s nejvyšší intenzitou se nacházejí spíše mimo střed jádra. To může být způsobeno špatným odříznutím čela vlnovodu. Dále lze z obrázku 6.6 pozorovat, že průřez výstupních optických svazků je kulatý a rozměrově je podobný měřenému optickému vláknu. Na základě těchto dat lze vyvodit, že vazební ztráty vlnovodu na optické vlákno budou nízké.



6. Naměřené výsledky 🔹 🔹 🔹

Obrázek 6.6: Rozložení výstupních optických svazků v optickém vlnovodu na vlnové délce (a) 650 nm, (b) 850 nm, (c) 1300 nm, (d) 1550 nm.

6.3 Polymery s aktivní dotací

Dalším typem materiálů, kterým jsem se v této práci zabýval jsou polymery s aktivní dotací barvivem BASF (Lumogen F Yellow 086). K mým experimentům jsem použil materiál LS-6943 dotovaný tímto barvivem. Nejdříve byly vytvořeny objemové vzorky s různou dotací barviva. Všechny vzorky popisované v této kapitole namíchala paní Ing. Dana Mikolášová, Ph.D. na Vysoké škole chemicko-technologické v Praze. Dohromady jsem měl k dispozici tři sady tohoto materiálu s různými dotacemi barviva. První emise vzorků obsahovala materiál LS-6943 bez dotace a LS-6943 dotované barvivem BASF o koncentracích 0,01 hm. %, 0,02 hm. %, 0,05 hm. %, 0,1 hm. % a 0,5 hm. %. Fotografie vzorků z této emise jsou na obrázku 6.7. Z těchto obrázků je patrné, že se vzrůstající dotací vzorky mění barvu z čiré (vzorek bez dotace, obrázek 6.7(a)) do červena až po vzorek s nejvyšší dotací (vzorek s dotací 0,5 hm. % BASF, obrázek 6.7(f)), který je neprůhledný.





Obrázek 6.7: První emise objemových vzorků LS-6943 s dotací barviva BASF o koncetraci (a) 0 hm. % (referenční vzorek bez barviva), (b) 0,01 hm. %, (c) 0,02 hm. %, (d) 0,05 hm. %, (e) 0,1 hm. %, (f) 0,5 hm. %.

Druhá emise vzorků obsahovala materiál LS-6943 bez dotace a LS-6943 dotované barvivem BASF o koncentracích 0,03 hm. %, 0,04 hm. %, 0,05 hm. %, 0,06 hm. % a 0,07 hm. %. Fotografie vzorků jsou na obrázku 6.8. Z obrázků je opět vidět, že se vzrůstající dotací vzorky mění barvu z čiré do červena.





Obrázek 6.8: Druhá emise objemových vzorků LS-6943 s dotací barviva BASF o koncetraci (a) 0 hm. % (referenční vzorek bez barviva), (b) 0,03 hm. %, (c) 0,04 hm. %, (d) 0,05 hm. %, (e) 0,06 hm. %, (f) 0,07 hm. %.

Třetí emise vzorků obsahovala materiál LS-6943 bez dotace a LS-6943 dotované barvivem BASF o koncentracích 0,045 hm. % a 0,055 hm. %. Fotografie vzorků jsou na obrázku 6.9.



Obrázek 6.9: Třetí emise objemových vzorků LS-6943 s dotací barviva BASF o koncetraci (a) 0 hm. % (referenční vzorek bez barviva), (b) 0,045 hm. %, (c) 0,055 hm. %.

Luminiscenční spektra

U vzorků LS-6943 dotovaných aktivním barvivem bylo provedeno měření luminiscenčních spekter. Výstupem z těchto dat je porovnání schopnosti vzorků vykazovat luminiscenci na určité vlnové délce oproti ostatním materiálům v dané emisi. Pro první experimenty byly připraveny objemové vzorky s dotacemi aktivním barvivem BASF v rozmezí 0,01 až 0,5 hm. %. Naměřené hodnoty luminiscenčních spekter vzorků z první emise jsou uvedeny na obrázku 6.10.



Obrázek 6.10: Luminiscenční spektra první emise dotovaných PDMS vzorků.

Z obrázku 6.10 je patrné, že nejvyšší intenzita luminiscence byla pozorována u vzorku LS-6943 + 0,05 hm. % BASF. Na základě těchto výsledků byly připraveny vzorky polymeru LS-6943 s dotací barviva BASF 0,045 hm. % a 0,055 hm. %, kde polymer byl určen pro výrobu vlnovodů pomocí metody mikrodávkování.

Na základě dat luminiscenčních spekter z první emise byla ještě vyrobena ověřovací sada objemových vzorků LS-6943 s dotacemi v rozmezí 0,03 a 0,07 hm. % BASF. Naměřené hodnoty luminiscenčních spekter vzorků z druhé emise jsou uvedeny na obrázku 6.11.



Obrázek 6.11: Luminiscenční spektra druhé emise dotovaných PDMS materiálů.

Z tohoto grafu vyplývá, že nejvyšší fotoluminiscence bylo dosaženo u vzorků LS-6943 s dotací 0,03 a 0,04 hm. % BASF.

Transmisní spektra

Stejně jako v případě nedotovaných materiálů jsem u všech dodaných vzorků meřil transmisní spektra a výsledky jsou uvedeny na obrázcích 6.12, 6.13 a 6.14.

Ze všech grafů vyplývá, že s rostoucí dotací barviva zásadně klesá transmise materiálu a tedy lze předpokládat, že vzroste optický útlum v případě výroby kanálkových vlnovodů. Při dalších experimentech je tedy potřeba používat materiály s co nejnižší dotací barviva BASF.



Obrázek 6.12: Transmisní spektra první emise dotovaných PDMS vzorků.

6.3. Polymery s aktivní dotací



Obrázek 6.13: Transmisní spektra druhé emise dotovaných PDMS vzorků.



Obrázek 6.14: Transmisní spektra třetí emise dotovaných PDMS vzorků.

Absorpční koeficient

Z důvodu výpočtu absorpcí bylo nejdříve nutné naměřit tloušťky (h) všech měřených objemových vzorků. Tyto tloušťky jsou shrnuty v tabulce 6.6. Stejně jako v případě nedotovaných materiálů jsem využil script v Matlabu, který přepočítává transmisní spektra doplněná o informaci o tloušťce vzorku na absorpční koeficienty (vzorec 6.1 v kapitole 6.2). Výsledné grafy absorpčních koeficientů jsou uvedeny na obrázcích 6.15, 6.16 a 6.17.

1.em	ise	2.emise		3.emise	
S [hm. %]	$h \; [mm]$	S [hm. %]	$h \; [mm]$	S [hm. %]	$h \; [mm]$
0	4,0235	0	4,0550	0	4,1195
0,01	$3,\!6665$	0,03	4,0665	0,045	4,0250
0,02	4,2470	0,04	4,0630	0,055	4,0055
0,05	3,6205	0,05	3,9660	-	-
0,1	4,1440	0,06	3,8920	-	-
0,5	4,0860	0,07	4,1610	-	-

Tabulka 6.6: Tloušťky objemových vzorků z materiálu LS-6943 s různou dotací barviva BASF v hmotnostních procentech.

S - dotace barvivem BASF.

h- tloušťka objemového vzorku.

Z těchto grafů vyplývá, že s rostoucí dotací barviva BASF (S) roste také absorpce materiálů. Nejvyšší absorpce dosahuje materiál LS-6943 s nejvyšší mírou dotace 0,5 hm. % BASF. Z naměřených dat, stejně jako při měření transmisních spekter vyplývá, že je nevhodné používat vysoce dotovaný materiál k výrobě optických vlnovodů a k dosažení nízkých optických útlumů je potřeba používat dotace co možná nejnižší. Zároveň je zde vidět, že vzorek s dotací barviva 0,03 hm. % BASF, který měl na všech měřených vlnových délkách nejvyšší intenzitu luminiscence má také velmi nízký absorpční koeficient. Naopak vzorek s dotací 0,5 hm. % BASF, který dosahoval zdaleka nejnižších hodnot intenzity luminiscencí na všech měřených vlnových délkách, dosahoval také nejvyšších hodnot absorpčních koeficientů.



Obrázek 6.15: Absorpční koeficient první emise dotovaných PDMS vzorků v závislosti na vlnové délce.



÷.

Obrázek 6.16: Absorpční koeficient druhé emise dotovaných PDMS vzorků v závislosti na vlnové délce.



Obrázek 6.17: Absorpční koeficient třetí emise dotovaných PDMS vzorků v závislosti na vlnové délce.

Index lomu

Pro výrobu optických vlnovodů je také důležitý parametr index lomu. Proto jsem provedl měření indexu lomu na vlnových délkách 532 nm, 654 nm, 846 nm, 1308 nm, 1549 nm a 1652 nm. Změna indexu lomu by mohla způsobit porušení podmínky pro vedení světla optickým vlnovodem, a proto bylo potřeba zjistit zda má i dotovaný materiál určený pro výrobu jádra vlnovodu vyšší index lomu než materiály používané jako plášť vlnovodu. Nejdříve jsem změřil index lomu materiálu LS-6943 bez dotace, abych měl refereční hodnoty. Následně jsem změřil objemový vzorek s nejvyšší a nejnižší dotací. Z grafu

na obrázku 6.18 vyplývá, že index lomu se s rostoucí dotací barviva nemění, respektive přesnost měření je 0,0005 a změna indexu lomu u dotovaných vzorků byla nižší. Polymer LS-6943 s dotací barvivem tedy lze použít jako jádro vlnovodu při použití pláštové vrstvy z elastomeru Sylgard 184.



Obrázek 6.18: Indexy lomu materiálu LS-6943 s různými dotacemi barviva BASF.

Optický útlum

V rámci první sady barvivem dotovaných vzorků jsem k dispozici i namíchaný materiál LS-6943 + 0,01 hm. % BASF. Tento materiál jsem použil jako jádro při výrobě optických vlnovodů a jako plášť jsem použil Sylgard 184. Vzorek obsahoval 6 kanálků o průměru 500 μ m a byl dlouhý 10 cm. Vzorek je zobrazen na obrázku 6.19. Postup přípravy byl stejný jako v případě použití barvivem nedotované LS-6943. Ze vzorku jsem skalpelem odříznul oba konce, aby čela byla čistá a nedocházelo k optickému útlumu. Stejně jako u nedotovaných vlnovodů jsem optický útlum měřil metodou dvou délek. Po odřezání konců měřil vzorek 8,6 cm a zkrácený vzorek měřil 5,4 cm. Naměřené hodnoty útlumu na centimetr délky pro jednotlivé kanálky a vlnové délky zdrojů světla jsou v tabulce 6.7.



Obrázek 6.19: Vytvrzený vlnovod se šesti kanálky o průměru přibližně 500 μ m Sylgard 184 (plášť), LS-6943 + 0,01 hm. % BASF (jádro).

Tabulka 6.7: Optické útlumy jednotlivých kanálků dopočítané metodou dvou délek pro optické vlnovody z materiálů Sylgard 184 (plášť), LS-6943 + 0,01 hm. % BASF (jádro).

	$u [\mathrm{dB/cm}]$						
λ [nm]	1. kanál	2. kanál	3. kanál	4. kanál	5. kanál	6. kanál	
650	-0,82	-1,22	-1,56	-1,43	-1,05	-1,72	
850	-0,74	-1,08	-1,41	-1,42	-0,87	-1,54	
1300	-0,76	-0,98	-1,34	-1,21	-0,94	-1,14	
1550	-2,41	-2,67	-2,86	-2,89	-2,55	-2,72	

u - optický útlum.

 λ - vlnová délka.

Z naměřených hodnot vyplývá, že i nízká dotace barvivem způsobila značné zvýšení optického útlumu. Velikost útlumu materiálu s dotací barviva 0,01 hm. % BASF je vyšší o 0,5 až 1 dB/cm než pro vlnovody nedotované. Tyto hodnoty jsou příliš vysoké pro vedení světla na delší vzdálenosti. To mohlo zapříčinit více faktorů. Mohlo dojít k nedokonalému namíchaní materiálu nebo k nedokonalostem při výrobě vlnovodu.

Dále jsem z naměřených luminiscenčních spekter vyhodnotil, že nejvhodnější dotace barvivem pro výrobu optických vlnovodů se pohybuje kolem 0,05 hm. % BASF. Z toho důvodu byla vyrobena kontrolní sada vzorků s dotací 0,045 (obrázek 6.20(a)) a 0,055 hm% BASF (obrázek 6.20(b)) a následně jsem z nich vyrobil vzorky se šesti kanálky vlnovodů.



Obrázek 6.20: Vytvrzený vlnovod se šesti kanálky o průměru přibližně 500 μ m Sylgard 184 plášt, (a) LS-6943 + 0,045 hm. % BASF jádro, (b) LS-6943 + 0,055 hm. % BASF jádro.

6. Naměřené výsledky

Optický útlum všech kanálků u obou dotací překračoval hodnotu 15 dB/cm, a tudíž takto vysoká dotace barvivem BASF není použitelná pro výrobu optických vlnovodů.

Spektrální charakteristiky kanálkových dotovaných vlnovodů

U vyrobených optických vlnovodů jsem chtěl zjistit, jaké je jejich vyzařované spektrum. K prvnímu experimentu jsem použil širokopásmový halogenový zdroj světla a pomocí spektrálního analyzátoru jsem změřil vyzařované spektrum optického vlákna o průměru jádra 500 μ m a nedotovaného optického vlnovodu s jádrem z materiálu LS-6943, tyto hodnoty sloužily jako reference. Dále jsem změřil spektrální charakteristiku vlnovodu s jádrem z materiálu LS-6943 + 0,01 hm. % BASF. Naměřené výsledky jsou v grafu na obrázku 6.21.



Obrázek 6.21: Spetra vyzařovaná optickými vlnovody za použití širokopásmového halogenového zdroje světla.

Z tohoto grafu vyplývá, že vlivem dotace barvivem došlo k posunu absorpční hrany a největší intenzitu má světlo o vlnové délce 600 až 650 nm, což odpovídá oranžové, respektive červené barvě.

V další části experimentu jsem místo širokopásmového halogenového zdroje použil zdroj světla jenž vyzařoval modré (470 nm), zelené (525 nm), oranžové (589 nm), červené (625 nm) a bílé světlo. Nejdříve jsem změřil spektrum všech barev světla bez vloženého vzorku (6.22(a)) a vzorku s jádrem z materiálu LS-6943 bez dotace barvivem (6.22(b)). Tato data slouží jako reference. Následně jsem provedl měření spekter na optickém vlnovodu s jádrem LS-6943 s dotací barviva BASF 0,045 hm. % (obrázek 6.22(c)) a 0,055 hm. % (obrázek 6.22(d)).

6.3. Polymery s aktivní dotací



Obrázek 6.22: Vyzařovaná spektra za použití různých barev světla (a) bez vzorku, (b) jádro LS-6943, (c) jádro LS-6943 + 0,045 hm. % BASF, (d) jádro LS-6943 + 0,055 hm. % BASF.)

Z naměřených dat vyplývá, že vyzařované spektrum obou barvivem dotovaných optických vlnovodů je v případě použití zdroje červeného, oranžového a zeleného světla stejné jako v případech bez vzorku nebo se vzorkem s jádrem bez dotace barvivem. Dále u obou dotovaných vzorků lze pozorovat, že v případě buzení bílým světlem je intenzita záření na vlnových délkách 500 až 600 nm o dost vyšší než v případě referencí. Vlnová délka v rozmezí 500 až 600 nm odpovídá zelené, respektive žluté barvě. Žlutá barva odpovídá barvě barviva použitého k dotování materiálu LS-6943. Dále v případě vlnovodu s jádrem s dotací barviva 0,055 hm. % lze při buzení bílým světlem pozorovat zásadně nižší intezitu záření na vlnových délkách v okolí 450 nm než u ostatních měření. Tato vlnová délka odpovídá modré barvě a barvivo BASF v koncentraci 0,055 hm. % ji zásadně potlačuje. Posledním rozdílem, který lze pozorovat u vlnovodu s barvivem dotovaným jádrem oproti referenci je v případě buzení modrým světlem. Vidíme, že narozdíl od refernčních měření mají dotované vlnovody jedno maximum navíc v okolí vlnové délky 480 nm. To mohlo být způsobeno právě dotací aktivního žlutého barviva.

Nakonec jsem provedl měření spektrálních charakteristik, při buzení barevnými zdroji světla, vzorku s jádrem vyrobeným z materiálu LS-6943 + 0,01 hm. % BASF. Naměřené hodnoty jsou zobrazeny v grafu na obrázku 6.23(b), tyto hodnoty jsem porovnal se spektry zdrojů barevných světel, které jsou zobrazeny v grafu na obrázku 6.23(a).



Obrázek 6.23: Vyzařovaná spektra za použití různých barev světla (a) bez vzorku, (b) jádro LS-6943 + 0,01 hm. % BASF.

Z naměřených dat vyplývá, že optický vlnovod, jehož jádro je vyrobeno z polymeru s dotací barviva 0,01 hm. % BASF vyzařuje prakticky totožné spektrum jako vlnovod s jádrem dotovaným barvivem o koncentraci 0,045 hm. % BASF.

Tvar výstupního optického svazku

U vzorku optického vlnovodu, kde jádro je tvořeno z polymeru LS-6943 s obsahem barviva 0,01 hm. % a plášť je z elastomeru Sylgard 184 jsem změřil tvar a průměr výstupních optických svazků. Na obrázku 6.24 je pro porovnání uveden výstupní svazek z vláknového vlnovodu s jádrem 500 μ m (obrázek 6.24 první sloupec), výstupní svazek z kanálkového vlnovodu bez barviva (obrázek 6.24 druhý sloupec) a výstupní svazek z kanálkového vlnovodu s obsahem barviva 0,01 hm. % (obrázek 6.24 třetí sloupec).

Na rozdíl od nedotovaného vzorku, který má nejvyšší intenzitu mimo střed jádra vlnovodu, má vzorek s dotací barviva nejvyšší intezitu ve středu jádra, stejně jako optické vlákno. Zaroveň samotná intezita výstupního svazku je po celém obsahu čela vlnovodu vyšší než ve ostatních ukázaných případech. Dále lze z obrázku 6.24 pozorovat, že výstupní optické svazky mají požadovaný kruhový tvar a rozměr. Uvedené geometrické rozměry svazku jsou přibližně shodné s výstupem z optického vlákna. Na základě těchto výsledků lze očekávat, že výstupní optický svazek z optického vlákna bude dobře přizpůsoben na kanálkové vlnovody.



Obrázek 6.24: Rozložení výstupních optických svazků v optickém vlnovodu na vlnové délce (a) 650 nm, (b) 850 nm, (c) 1300 nm, (d) 1550 nm.

Kapitola 7

Závěr

V práci jsem se věnoval výrobě optických kanálkových vlnovodů o průměru jádra přibližně 500 µm pomocí additní technologie a metody mikrodávkování. V rámci realizace optických vlnovodů pomocí additní technologie jsem testoval 3D tisk vodou rozpustných forem různých tvarů a rozměrů. Z důvodu nízkého rozlišení 3D tiskárny bylo možné vytisknout pouze oválnou formu se sloupečky o průměru 2 mm a roztečí sloupečků 2 mm. Po zalití formy elastomerem Sylgard 184 a následném vytvrzení, se nicméně nepodařilo rozpustit sloupečky, které měly být následně zality polymerem vhodným pro jádro optického vlnovodu. Vzhledem k tomu, že se nepodařilo rozpustit sloupečky zalité plášťovým polymerem, nepovažuji tuto metodu za vhodnou pro výrobu optických vlnovodů s takto malým průměrem jádra.

Dále jsem se v této práci věnoval výrobě optických vlnovodů pomocí metody mikrodávkování z kombinace polymerů MED-6210 (jádro)/Sylgard 184 (plášť) a MED-6210 (jádro)/MED-6215 (plášť). U polymerů určených pro výrobu jádra vlnovodu jsem nejdříve změřil jejich transmisní spektra a následně dopočítal absorpční spektra v závislosti na vlnové délce. Z těchto dat vyplynulo, že tyto materiály jsou vhodné pro výroby optických vlnovodů pro pracovní vlnové délky 650 nm, 850 nm a 1300 nm. Na vlnové délce 1550 nm dochází ke značnému snížení transmisí, a tudíž je nevhodné používat tyto materiály pro výrobu optických vlnovodů s touto pracovní vlnovou délkou. Následně jsem provedl optimalizaci výrobního procesu tak, aby jádra vlnovodů měla kruhový tvar kompatibilní s rozměry optického vlákna s průměrem jádra 500 µm. Poté jsem u vlnovodů vyrobených z kombinace materiálů MED-6210 (jádro)/Sylgard 184 (plášť) změřil optický útlum a tvar optického svazku. Podařilo se připravit optické kanálkové vlnovody s nízkým optickým útlumem v rozmezí 0,16 až 0,5 dB/cm na vlnových délkách 650 nm, 850 nm a 1300 nm. Z toho vyplývá, že po optimalizaci výrobního procesu bude možné tuto kombinaci materiálů použít pro výrobu optických vlnovodů. Tvar a průměr optického svazku tohoto vlnovodu byl velmi podobný jako v případě optického vlákna s průměrem 500 µm, a tudíž je možné optické vlákno připojit na vlnovod s nízkými vazebními ztrátami.

Posledním tématem, kterým jsem se v této práci zabýval byl materiál LS-6943 dotovaný aktivním barvivem a výrobou optických vlnovodů ze stejného materiálu pomocí metody mikrodávkování. Nejdříve jsem u objemových

vzorků z polymeru LS-6943 dotovaného barvivem o koncentracích v rozmezí 0,01 až 0,5 hm. % BASF změřil indexy lomu, luminiscenční a transmisní spektra a následně jsem dopočítal absorpční koeficienty v závislosti na vlnové délce. Na základě těchto dat jsem vyrobil optické vlnovody s průměry jader přibližně 500 μ m z kombinace materiálů LS-6943 + 0,01 hm.% BASF (jádro)/Sylgard 184 (plášt), LS-6943 + 0,45 hm.% BASF (jádro)/Sylgard 184 (plášť) a LS-6943 + 0,55 hm.% BASF (jádro)/Sylgard 184 (plášť). Na těchto vzorcích jsem změřil optické útlumy. Vlnovody s jádrem z materiálu LS-6943 + 0,45 hm.% BASF a LS-6943 + 0,55 hm.% BASF vykazovaly optický útlum přesahující hodnotu 15 dB/cm. Takto vysoká dotace barvivem způsobuje vysoký optický útlum a není ji tedy vhodné použít na výrobu optických vlnovodů. Naměřené hodnoty optického útlumu vlnovodů s jádrem z materiálu LS-6943 + 0,01 hm.% BASF byly vyšší, ale přesto se podařilo připravit optický kanálkový vlnovod, který dosahoval na vlnových délkách 650 nm, 850 nm a 1300 nm hodnot optického útlumu v rozmezí 0,74 až 0,82 dB/cm. Z toho vyplývá, že po optimalizaci výrobního procesu bude možné tuto kombinaci materiálů použít pro výrobu optických vlnovodů. Tvar a průměr optického svazku tohoto vlnovodu byl opět podobný jako v případě optického vlákna s průměrem 500 µm, a tudíž je možné optické vlákno připojit na vlnovod s nízkými vazebními ztrátami.

Literatura

- Karel Novotný. Optická komunikační technika. České vysoké učení technické v Praze, Nakladatelství ČVUT, 2007. skripta, ISBN 978-80-01-03920-5.
- [2] Václav Dvořák. Návrh planárního vlnovodu. Master's thesis, Vysoké učení technické v Brně, fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2016.
- [3] Václav Chlupatý. Příprava a měření vlastností optických polymerních vlnovodů pro fotonické aplikace. Master's thesis, České vysoké učení technické v Praze, fakulta elektrotechnická, 2021.
- [4] Sho Yakabe, Hitomi Matsui, Yui Kobayashi, Yuki Saito, Ken Manabe, and Takaaki Ishigure. Multi-channel single-mode polymer waveguide fabricated using the mosquito method. *Journal of Lightwave Technology*, 39(2):547–556, 2021.
- [5] Sylgard 182 datasheet [Online]. Available: https://www.dow.com/ en-us/document-viewer.html?ramdomVar=7158641140143298958& docPath=/content/dam/dcc/documents/en-us/productdatasheet/ 11/11-12/11-1251-01-sylgard-182-silicone-elastomer.pdf.
- [6] Sylgard 184 datasheet [Online]. Available: https://www.dow.com/ content/dam/dcc/documents/en-us/productdatasheet/11/11-31/ 11-3184-sylgard-184-elastomer.pdf?iframe=true.
- [7] LS-6943 datasheet [Online]. Available: https://www.avantorsciences. com/assetsvc/asset/en_US/id/29018084/contents/en_us_tds_ nusils-6943.pdf.
- [8] QSil 216 datasheet [Online]. Available: http://www.farnell.com/ datasheets/2041211.pdf.
- [9] Václav Prajzler, Miloš Neruda, and Pavla Nekvindová. Flexible multimode polydimethyl-diphenylsiloxane optical planar waveguides. *Journal* of Materials Science: Materials in Electronics, 2018.

- [10] uFluidix, Materials for microfabrication [Online]. Available: https: //www.ufluidix.com/microfluidic-technical-knowledgebase/ materials-for-microfabrication/.
- [11] Luboš Běhálek. Polymery. Code Creator, s.r.o., 2016. [Online]. Available: https://publi.cz/books/180/04.html. ISBN 80-85867-35-4.
- [12] QSil 216 datasheet [Online]. Available: http://americansolarsupply. com/uploads/3/4/7/9/34791736/qsil-216_data.pdf.
- [13] Med-6215 datasheet [Online]. Available: https://www. avantorsciences.com/assetsvc/asset/en_US/id/29019912/ contents/en_us_tds_nusimed-6215.pdf.
- [14] Med-6210 datasheet [Online]. Available: https://www. avantorsciences.com/assetsvc/asset/en_US/id/29019905/ contents/en_us_tds_nusimed-6210.pdf.
- [15] Prusa filaments [Online]. Available: https://help.prusa3d.com/cs/ article/vodou-rozpustne-bvoh-pva_167012.
- [16] Joseph C Dingeldein, Karl A Walczak, Brandon W Swatowski, Craig R Friedrich, Christopher T Middlebrook, and Michael C Roggemann. Process characterization for direct dispense fabrication of polymer optical multi-mode waveguides. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 23(7):075015, jun 2013.
- [17] Hitomi Matsui, Sho Yakabe, and Takaaki Ishigure. Fabrication for singlemode core fan-in/out polymer optical waveguide using the mosquito method. In 2019 IEEE 2nd British and Irish Conference on Optics and Photonics (BICOP), pages 1–4, 2019.
- [18] Metricon [Online]. Available: https://www.metricon.com/ model-2010-m-overview.