

Bakalárska práca



**České
vysoké
učení technické
v Praze**

F3

**Fakulta elektrotechnická
Katedra mikroelektroniky**

Výroba optických struktur pomocí laserové litografie

Jana Zimanová

**Školitel: doc. Ing. Václav Prajzler, Ph.D.
Máj 2022**

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Zimanová** Jméno: **Jana** Osobní číslo: **492041**
Fakulta/ústav: **Fakulta elektrotechnická**
Zadávací katedra/ústav: **Katedra mikroelektroniky**
Studijní program: **Elektronika a komunikace**

II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

Název bakalářské práce:

Výroba optických struktur pomocí laserové litografie

Název bakalářské práce anglicky:

Fabrication of the Optical Structures Using Laser Lithography

Pokyny pro vypracování:

- 1) Seznamte se s teoretickými principy polymerních optických planárních vlnodů a technologiemi používanými pro výrobu optických polymerních vlnodů.
- 2) Seznamte se s metodami laserové litografie (LDW - Laser Direct Writing) a hlubokého reaktivního leptání (DRIE - Deep Reactive-Ion Etching).
- 3) Navrhněte polymerní optické vlnovody a podílejte se na výrobě navržených optických vlnodných struktur.
- 4) Změřte vlastnosti realizovaných optických vlnodů a struktur.
- 5) Dosažené výsledky shrňte do zprávy o rozsahu cca 15-20 stran.

Seznam doporučené literatury:

1. K. Novotný: Optická Komunikační Technika, skripta ČVUT 1998.
2. J. Zavřel: Návrh a realizace polymerních struktur pro fotonické aplikace. Diplomová práce FEL, ČVUT v Praze 2022.
3. A. Elmogi, E. Bosman, J. Missinne, G. van Steenberge: Comparison of epoxy- and siloxane-based single-mode optical waveguides defined by direct-write lithography. Opt. Mat. 52: 26–31, 2016
4. V.M. Donnelly, A. Kornblit: Plasma etching: Yesterday, today, and tomorrow. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 31(5), 050825, 2013.

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:

doc. Ing. Václav Prajzler, Ph.D. katedra mikroelektroniky FEL

Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) bakalářské práce:

Datum zadání bakalářské práce: **14.02.2022**

Termín odevzdání bakalářské práce: **20.05.2022**

Platnost zadání bakalářské práce: **19.02.2024**

doc. Ing. Václav Prajzler, Ph.D.
podpis vedoucí(ho) práce

prof. Ing. Pavel Hazdra, CSc.
podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry

prof. Mgr. Petr Páta, Ph.D.
podpis děkana(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Studentka bere na vědomí, že je povinna 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 studentky

PodĎakovanie

Chcela by som poĎakovať najmä vedúcemu práce, pánovi doc. Ing. Václavovi Prajzlerovi, Ph.D., za cenné rady pri návrhu a realizácii optických vlnovodov a za čas, ktorý mi venoval pri konzultáciách. Rada by som poĎakovala aj pánovi doc. RNDr. Janu Vovsovi, CSc. za pomoc s použitím procesu hlbokého reaktívneho iónového leptania (Deep Reactive Ion Etching – DRIE) a pánovi Ing. Denisovi Frošovi za pomoc pri meraní vzoriek konfokálnym mikroskopom.

Prehlásenie

I declare that this work is all my own work and I have cited all sources I have used in the bibliography.

Prehlasujem, že som predloženú prácu vypracovala samostatne a že som uviedla všetku použitú literatúru.

Abstrakt

Táto bakalárska práca je zameraná na optimalizáciu technologického postupu pre realizáciu jednovodových optických planárnych vlnovodov. V prvej časti sú popísané fundamentálne fyzikálne javy potrebné pre šírenie svetla v planárnom optickom vlnovode. Ďalej sú popísané vlastnosti používaných polymérových materiálov pri výrobe optických vlnovodov. V nasledujúcej časti sú opísané základné princípy technológií použitých pri výrobe optických planárnych vlnovodov: priamy zápis pomocou laserovej litografie (Laser Beam Writing – LBW), proces mokrého leptania a proces hlbokého reaktívneho iónového leptania (Deep Reactive Ion Etching – DRIE). Nasleduje návrh rozmerov jednovodových planárnych vlnovodov z epoxidových živíc EpoCore 2 a EpoCore 10 a z hybridných polymérov OrmoClear®FX alebo OrmoCore v kombinácii s UV fotopolymérom OVD Lumogen BASF (311). Technologický postup je zhrnutý do troch častí. V prvej časti je opísaný postup výroby kremíkovej predlohy kombináciou pozitívneho fotorezistu MICROPOSIT™ S1818™G2 s technológiou LBW a DRIE Bosch proces. Druhá časť spresňuje odlievanie pečiatky z PDMS, ktorá je v tretej časti použitá na výrobu jednotlivých kanálikových vlnovodov z polymérových materiálov. V poslednej časti sú optimalizačné kroky procesu.

Rozmery vlnovodnej vrstvy vzoriek vyrobených optimalizovaným technologickým postupom boli takmer v pomere 1:1 pre šírku a hrúbku. Najmenšia dosiahnutá šírka vlnovodnej vrstvy bola 3,1 μm a najmenšia dosiahnutá hrúbka vlnovodnej vrstvy bola 3,2 μm .

Kľúčové slová: planárne optické vlnovody, suché leptanie, polymérové vlnovody, mokré leptanie

Školiteľ: doc. Ing. Václav Prajzler, Ph.D.

Abstract

This bachelor thesis is focused on the optimization of the technological process for the realization of single-mode optical planar waveguides. The first part describes the fundamental physical phenomena required for the propagation of light in a planar optical waveguide. Next are described the properties of polymer materials used in the production of optical waveguides. The following section describes the basic principles of the technologies used in the production of optical planar waveguides: Laser Beam Writing (LBW), wet etching and Deep Reactive Ion Etching (DRIE). A design of the dimensions of single-mode planar waveguides from EpoCore 2 and EpoCore 10 epoxy resins and from OrmoClear@FX or OrmoCore hybrid polymers in combination with UV photopolymer OVD Lumogen BASF (311) follows. The technological process is summarized in three parts. The first part describes the process of production of a silicon master wafer by combining a positive photoresist MICROPOSIT™ S1818™G2 with LBW technology and DRIE Bosch process. The second part specifies the casting of a stamp from PDMS, which is used in the third part for the production of individual channel waveguides from polymeric materials. In the last part are the optimization steps of the process.

The dimensions of the waveguide layer of the samples produced by the optimized technological process were almost 1:1 for width and thickness. The smallest achieved waveguide layer width was 3,1 μm and the smallest achieved waveguide layer thickness was 3,2 μm .

Keywords: planar optical waveguides, dry etching, polymer waveguides, wet etching

Title translation: Fabrication of the Optical Structures Using Laser Lithography

Obsah

Zoznam použitých symbolov a skratiek	
1 Úvod	1
2 Princíp optických planárnych vlnovodov	3
2.1 Štruktúra	3
2.2 Vedenie vlny	4
3 Materiály na báze polymérov používané na výrobu optických vlnovodov	7
4 Technológie použité pri výrobe vlnovodov	9
4.1 Optická litografia	9
4.2 Mokré leptanie	10
4.3 Suché leptanie	10
5 Návrh vlnovodov	13
5.1 Teoretický návrh optického planárneho vlnovodu	13
5.2 Návrh rozmerov jednovidového kanálikového vlnovodu	14
6 Postup výroby kanálikových optických vlnovodov	17
6.1 Výroba kremíkovej predlohy	17
6.2 Odlievanie pečiatky z PDMS	20
6.3 Výroba kanálikových vlnovodov	21
7 Metódy merania	23
7.1 Meranie indexu lomu	23
7.2 Optická kontrola	24
8 Výsledky meraní	25
8.1 Meranie indexov lomu jednotlivých použitých materiálov	25
8.2 Optická kontrola vzoriek	27
9 Záver	33
Literatúra	35

Obrázky

2.1 Štruktúra optického planárneho vlnovodu: a) dvojrozmerný planárny vlnovod, b) trojrozmerný planárny vlnovod.	4
2.2 Snellov zákon odrazu a lomu: a) odraz, b) lom ku kolmici, c) lom od kolmice.(Prevzaté z [1])	4
2.3 Evanescentná vlna a úplný odraz.	5
4.1 Ilustračná fotografia pracoviska s laserovým litografom MicroWriter ML®3 Pro (prevzaté z [15]).....	10
4.2 Prístroj SENTECH ICP-RIE plasma etcher SI 500, a) fotografia prístroja SENTECH ICP-RIE plasma etcher SI 500 (prevzaté z [18]), b) schematický diagram RIE prístroja.	11
5.1 Grafické znázornenie 3D kanálikového vlnovodu.	13
6.1 Príprava vzorky na expozíciu: a) nanášanie fotorezistu na kremíkovú dosku, b) vytvrdenie fotorezistu na ohrievacej platni.	18
6.2 Vytvorenie motívu v pozitívnom fotoreziste: a) expozícia vzorky, b) vyvolanie motívu.	18
6.3 Vyleptanie štruktúry do kremíkovej dosky procesom DRIE: a) leptanie kremíkovej dosky procesom DRIE, b) odstránenie prebytočného fotorezistu, c) hotová kremíková predloha.	19
6.4 Fotografia tvarovacej formy umiestnenej na kremíkovej predlohe.	20
6.5 Odlievanie pečiatky z PDMS: a) nanosená vrstva PDMS na kremíkovej predlohe, b) hotová pečiatka z PDMS.	21
6.6 Technologický postup výroby optického vlnovodu: a) plášťová vrstva nanosená na sklenenej podložke, b) odtlačenie motívu do plášťovej vrstvy pomocou pečiatky z PDMS a vytvrdenie plášťovej vrstvy UV žiarením, c) vyplnenie motívu v plášťovej vrstve vlnovodným materiálom, d) vytvrdenie nanosenej plášťovej vrstvy UV žiarením, e) hotový optický vlnovod oddelený od sklenenej podložky.	22
7.1 Princíp metódy jednohranolovej vidovej spektrometrie, a) grafické znázornenie princípu merania, b) určenie kritického uhla zo závislosti intenzity žiarenia dopadajúceho na fotodetektor na uhle dopadu.	23
7.2 Ilustračná fotografia meracieho pracoviska s konfokálnym mikroskopom KEYENCE rady VK-X1000 (prevzaté z [17])......	24
8.1 Zmerané indexy lomu materiálov EpoClad 10 a EpoCore 2.	26
8.2 Zmerané indexy lomu materiálov OrmoClear®FX, OrmoCore a UV fotopolyméru OVD Lumogen BASF (311).	26
8.3 Príklad vzorky s exponovaným fotorezistom S1818 pri použití dávky 75 mJ/cm ² . Okraje štruktúry sú príliš osvietené a štruktúra má niekoľkonásobne väčšie rozmery oproti návrhu 1 μm.	27
8.4 Ukážka výsledkov mokrého leptania po procese LBW, a) vhodne odleptaná štruktúra, ktorej rozmer je približne 2 μm, b) štruktúra, ktorá bola ponechaná vo vývoji príliš dlhú dobu, c) nedostatočne odleptaná štruktúra – v motíve zostali nežiaduce zvyšky fotorezistu.	28

8.5 Príklady merania vyleptaných motívov do Si podložky pomocou technológie DRIE Bosch proces pri použití rôzneho počtu cyklov: a) priečny profil motívu pri 15 cykloch, b) priečny profil motívu pri 10 cykloch, c) priečny profil motívu pri 5 cykloch.	29
8.6 Porovnanie drsnosti okrajov vyleptaného motívu, a) nerovnomerné okraje drážky, b) hladké okraje drážky, c) nedostatočne odstránené zvyšky fotorezistu. . . .	30
8.7 Profily vzoriek s motívom širokým 1 µm pri použití 8 alebo 6 cyklov, a) profil motívu vyleptaného do kremíkovej predlohy – vzorka 1336, b) 3D model kremíkovej predlohy – vzorka 1336, c) profil motívu vyleptaného do kremíkovej predlohy – vzorka 1337, d) 3D model kremíkovej predlohy – vzorka 1337.	31
8.8 Porovnanie profilu kremíkovej predlohy a jej PDMS odliatku: a) profil kremíkovej predlohy 1336, b) profil odliatku PDMS z kremíkovej predlohy 1336, c) profil kremíkovej predlohy 1337, d) profil odliatku PDMS z kremíkovej predlohy 1337.	32
8.9 Porovnanie profilu kremíkovej predlohy a plášťovej vrstvy z UV fotopolyméru Lumogen OVD Varnish 311 (BASF): a) profil kremíkovej predlohy 1336, b) profil plášťovej vrstvy podľa kremíkovej predlohy 1336, c) profil kremíkovej predlohy 1337, d) profil plášťovej vrstvy podľa kremíkovej predlohy 1337.	32

Tabuľky

5.1 Zoznam navrhnutých hrúbok jednovidových vlnododov s ich operačnou vlnovou dĺžkou a indexmi lomu materiálu jadra a plášťa. . . .	14
8.1 Čísla testovaných vzoriek spolu s použitou dávkou žiarenia a počtom cyklov DRIE Bosch procesu.	30

Zoznam použitých symbolov a skratiek

Symbol	Veličina
--------	----------

n_f	index lomu vlnovodnej vrstvy
n_s	index lomu substrátu
n_c	index lomu krycej vrstvy
n_1	index lomu prvého materiálu na rozhraní
n_2	index lomu druhého materiálu na rozhraní
n_{ef}	efektívny index lomu
ϑ_r	uhol odrazenej vlny
ϑ_i	uhol dopadajúcej vlny
ϑ_t	uhol prechádzajúcej vlny
ϑ_c	kritický uhol lomu
h	hrúbka vlnovodnej vrstvy
w	šírka vlnovodnej vrstvy
β	pozdĺžna zložka vlnového vektoru
p_{fc}	parameter disperznej rovnice
λ	vlnová dĺžka

Skratka	Význam skratky
---------	----------------

LBW	Laser Beam Writing – priamy laserový zápis
DRIE	Deep Reactive Ion Etching – hlboké reaktívne iónové leptanie
PDMS	Polydimetylsiloxán
UV	Ultraviolet Light – ultrafialové svetlo
ENR	Epoxy Novolak Resin – epoxidová novolak živica
ICP	Inductively Coupled Plasma – indukčne viazaná plazma

Kapitola 1

Úvod

Rozšírením internetových služieb vzrástli aj požiadavky na prenosovú rýchlosť dát. Dôsledkom sú vyššie nároky na telekomunikačné siete, ktoré zabezpečujú prenos signálu. v moderných komunikačných systémoch sa na vedenie signálu na veľké vzdialenosti používajú kremenné optické vlákna, pretože sú spoľahlivejšie a poskytujú vyššie rýchlosti než metalické vedenie. Telekomunikačné siete využívajú druhé a tretie komunikačné okno v prípade jednovidových vlákien (ich operačná vlnová dĺžka je 1310 a 1550 nm). V prípade viacvidových vlákien využívajú operačné vlnové dĺžky 850 a 1300 nm. [1]. Pri malých vzdialenostiach (do niekoľko cm) sú v optických komunikačných systémoch využívané optické planárne vlnovody.

Na výrobu planárnych kanálikových vlnovodov je výhodné použitie materiálov na báze polymérov. Polymérové materiály sa ľahko spracovávajú a ich integrácia s inými materiálmi nie je náročná. Polyméry sú taktiež vysoko transparentné a vykazujú nízke straty na vlnových dĺžkach troch hlavných komunikačných okien (850, 1310 a 1550 nm) [4].

Nové moderné postupy, ktoré sa pre tieto aplikácie testujú sú kombinácia optickej litografie a mokrého a suchého leptania. Bežne sa vykonáva expozícia UV žiarením umiestnením fyzickej masky nad fotosenzitívny materiál (fotorezist) [4]. Pri vyrábaní prototypov je ale jednoduchšie použiť technológiu priameho laserového zápisu (Laser Beam Writing – LBW), ktorá umožňuje priamy zápis požadovaného motívu do fotorezistu a tak je vynechaná časovo náročná a drahá výroba chrómových masiek.

Predložená bakalárska práca priamo nadväzuje na druhú časť diplomovej práce *J. Zavřel, Návrh a realizace polymerních struktur pro fotonické aplikace, 2021 ČVUT* [14], v ktorej boli navrhnuté a realizované jednovidové optické kanálikové vlnovody použitím technológie priameho laserového zápisu LBW a procesu hlbokého reaktívneho iónového leptania (Deep Reactive Ion Etching – DRIE) Bosch proces.

V práci popísaný návrh jednovidových optických kanálikových vlnovodov z polymérových materiálov. Ďalej popísaný technologický postup výroby navrhnutých vlnovodov. Technologický postup obsahuje tri časti. Prvou je výroba hlavnej kremikovej predlohy, pri ktorej bola použitá technológia LBW a DRIE Bosch proces.

V druhej časti je vytvorený odliatok kremíkovej predlohy z materiálu PDMS, ktorý je v tretej časti použitý ako pečiatka na výrobu jednotlivých optických vlnovodov. Plášťová vrstva vlnovodu bola tvorená UV fotopolymérom OVD Lumogen BASF (311). Vlnovodná vrstva bola tvorená hybridnými polymérmi OrmoClear®FX alebo OrmoCore. Navrhnutá hrúbka vlnovodnej vrstvy jednojádrových vlnovodov z týchto materiálov bola 1,9-2,2 μm pre operačné vlnové dĺžky 1310 a 1550 nm.

Kapitola 2

Princíp optických planárnych vlnovodov

2.1 Štruktúra

Optický vlnovod je geometrické a materiálové usporiadanie umožňujúce vedenie elektromagnetických vln v žiadanom smere a s minimálnymi stratami [1].

Roslišujeme dva základné typy optických vlnovodov používaných v optických komunikačných systémoch [1]: optické vlákna a planárne vlnovody. Planárne vlnovody majú vlnovodnú štruktúru vytvorenú na rovinnej podložke. Sú používané na prenos signálu iba na krátku vzdialenosť – najviac niekoľko centimetrov. Majú využitie v integrovanej optike (napríklad v podobe deličov, modulátorov a pod.).

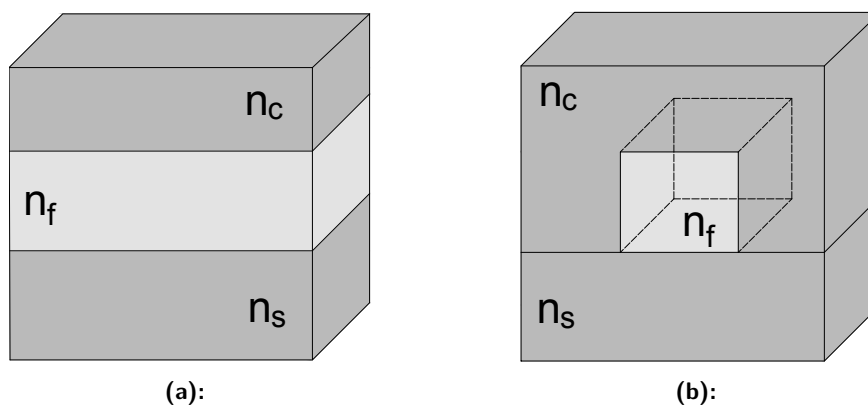
Štruktúra optického planárneho vlnovodu je tvorená tromi časťami – substrát, jadro a krycia vrstva. Na substrát v podobe rovinnej podložky je nanosená vlnovodná vrstva (jadro), na ktorú väčšinou býva nanosená krycia vrstva. Krycia vrstva môže byť ochranná alebo môže mať špecifické vlastnosti pre vytvorenie požadovanej vlnovodnej štruktúry [1].

Planárne vlnovody delíme na dvojrozmerné a trojrozmerné. Vlnovod je dvojrozmerný (2D), pokiaľ je jeden z priečných rozmerov z hľadiska veľkosti neobmedzený. Ak vlnovodná štruktúra obmedzuje šírenie vlny v oboch priečných smeroch, tak hovoríme o trojrozmernom vlnovode (3D). Dvojrozmerné vlnovody nie sú realizovateľné, ale značne napomáhajú utvoriť základnú predstavu o šírení vlny vo vlnovode. Typickými trojrozmernými vlnovodmi sú pásikový (nanosený na povrchu substrátu) alebo kanálikový (vytvorený priamo v substráte) [1].

Príklad rozloženia indexov lomu v štruktúre 2D a 3D vlnovodu je znázornený na obrázku 2.1. Indexy lomu musia spĺňať podmienku:

$$n_f > n_s \geq n_c, \quad (2.1)$$

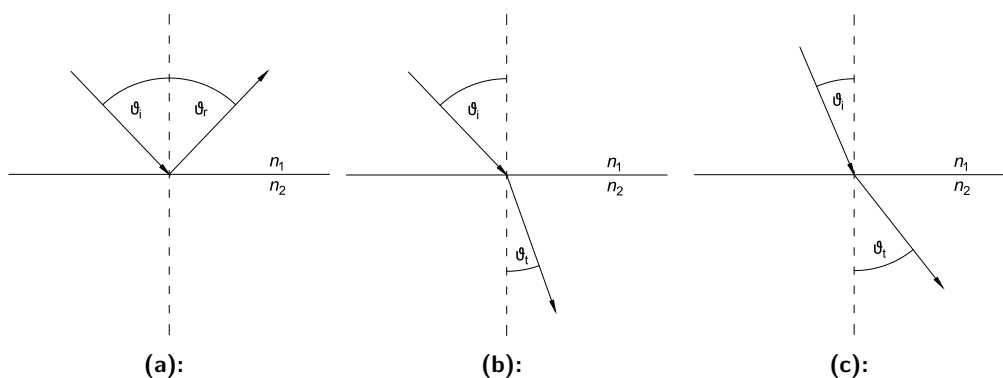
pričom n_f je index lomu vlnovodného jadra, n_s je index lomu substrátu a n_c je index lomu krycej vrstvy [1].



Obrázok 2.1: Štruktúra optického planárneho vlnovodu: a) dvojrozmerný planárny vlnovod, b) trojrozmerný planárny vlnovod.

2.2 Vedenie vlny

Fundamentálny jav potrebný pre šírenie vlny v optickom planárnom vlnovode je totálny odraz. Možno ho vyjadriť pomocou Snellových zákonov, ktoré popisujú odraz a lom vlny na rozhraní dvoch prostredí. Ako rozhranie budeme uvažovať idealizovaný dvojrozmerný planárny vlnovod. Prostredia na rozhraní majú rôzny index lomu. Vlna sa odrazí pod rovnakým uhlom akým dopadla (2.2a). k lomu ku kolmici (2.2b) dochádza, ak vlna prechádza z opticky redšieho (s nižším indexom lomu) do opticky hustejšieho prostredia (s vyšším indexom lomu) a k lomu od kolmice (2.2c) v prípade, že vlna prechádza z hustejšieho prostredia do redšieho [2].



Obrázok 2.2: Snellov zákon odrazu a lomu: a) odraz, b) lom ku kolmici, c) lom od kolmice. (Prevzaté z [1])

Pre Snellov zákon odrazu platí:

$$\vartheta_r = \vartheta_i, \quad (2.2)$$

kde ϑ_r je uhol odrazenej vlny a ϑ_i je uhol dopadajúcej vlny. Pre Snellov zákon

lomú platí:

$$\frac{\sin \vartheta_i}{\sin \vartheta_t} = \frac{n_2}{n_1}, \quad (2.3)$$

kde ϑ_t je uhol prechádzajúcej vlny, ϑ_i je uhol dopadajúcej vlny a n_1 a n_2 sú indexy lomu prostredia. Existuje špeciálny prípad lomu od kolmice, kedy $\vartheta_t = \frac{\pi}{2}$. Nastáva totálny (úplný) odraz a pozdĺž rozhrania sa šíri vlna, ktorá sa nazýva evanescentná (obrázok 2.3).



Obrázok 2.3: Evanescentná vlna a úplný odraz.

Najmenší uhol dopadajúcej vlny ϑ_i , pre ktorý nastáva tento jav sa nazýva kritický (medzný) uhol ϑ_c [1], [2]. Je určený vzťahom:

$$\sin \vartheta_c = \frac{n_2}{n_1}. \quad (2.4)$$

Keďže úplný odraz nastáva iba v prípade lomu od kolmice, tak je zjavná základná podmienka šírenia lúču vo vlnovode popísaná rovnicou 2.1. Táto podmienka nie je dostačujúca - je potrebné aby bola splnená aj tzv. fázová podmienka, ktorá vychádza z princípu priečnej rezonancie.

Kapitola 3

Materiály na báze polymérov používané na výrobu optických vlnododov

Epoxidové živice

Epoxidové živice sú syntetické materiály obsahujúce epoxidovú väzbu, vďaka ktorej je možné tieto materiály vytvrdiť. Sú rozdelené do viacerých skupín s odlišnými vlastnosťami, ktoré sú závislé na ich zložení. Jednou z týchto skupín sú novolaky (ENR - Epoxy Novolac Resins). Novolaky sú po vytvrdení charakteristické vysokou tepelnou a chemickou odolnosťou. Ďalšou ich priaznivou vlastnosťou je rýchlejšie vytvrdzovanie. Epoxidové živice sa všeobecne vyznačujú taktiež vynikajúcou priľnavosťou a dobrými mechanickými vlastnosťami [5].

V tejto práci boli používané epoxidové živice *EpoCore* a *EpoClad* od firmy micro resist technology GmbH. Sú k dispozícii v niekoľkých variantách s rozdielnym indexom lomu a viskozitou. Vďaka tomu je možné vyrobiť vlnododov požadovaných rozmerov pri vhodnom použití metódy rotačného liatia. Z dostupných variant boli použité varianty *EpoCore 2* a *EpoClad 10*. Majú vysokú tepelnú odolnosť až do 230°C [9]. Sú to negatívne fotorezisty, vytvrdzujú sa tepelne a UV žiarením.

Hybridné polyméry

Jednými z najnovších polymérov sú tzv. hybridné polyméry. Obsahujú anorganickú a organickú časť a tak môžu mať priaznivé vlastnosti oboch týchto typov materiálu naraz a je vďaka tomu možné prispôbiť mechanické aj chemické vlastnosti výslednej štruktúry. Anorganická časť poskytuje vynikajúcu optickú transparentnosť a tepelnú a chemickú stabilitu. Tieto polyméry spĺňajú mnoho požiadaviek pre ich použitie v oblasti optiky: majú vhodné dielektrické vlastnosti, pri ich spracovaní nie sú potrebné vysoké teploty pri ich spracovaní (do 180°C), sú kompatibilné s rôznymi procesmi metalizácie a majú veľký potenciál pre výrobu optických vlnododov s nízkymi stratami pomocou optickej litografie [6].

V tejto práci boli pre návrh použité polyméry *OrmoClear@FX* a *OrmoCore* od výrobcu micro resist technology GmbH. Vytvrdzujú sa UV žiarením. Po vytvrdení

majú vlastnosti podobné sklu, sú stabilné až do 270°C [10], [11].

■ UV laky, akryláty

Akryláty sú druhom opticky transparentných polymérov, ktoré je možné vytvrdiť pomocou UV žiarenia. Po vytvrdení akryláty vykazujú nízku absorpciu v rozsahu vlnových dĺžok od 400 nm do 1600 nm, čo je výhodné pre aplikácie v telekomunikačných systémoch. V tejto práci je konkrétne používaný UV fotopolymér Lumogen OVD Varnish 311 (BASF).

■ Polydimetylsiloxán (PDMS)

PDMS je lineárny polymér označovaný aj ako silikónový elastomér. V dnešnej dobe je už bežným materiálom v mnohých odvetviach medzi ktoré patrí aj výroba optických prvkov. Pre využitie v tejto oblasti má PDMS ideálne vlastnosti: vysokú transparentnosť a priepustnosť, jednoducho sa s ním manipuluje, nie je toxický a je lacný [7].

V tejto práci bol používaný PDMS od dvoch výrobcov. Prvým je QSil 216 od výrobcu CHT Germany GmbH. Je dodávaný v dvoch zložkách, ktoré boli pred použitím zmiešané v pomere 10:1 a vytvrdené v peci pri teplote 65°C počas 4 hodín [12]. Druhý polymér je predávaný pod označením Sylgard 184 od výrobcu Dow Corning. Tiež je dodávaný v dvoch zložkách, ktoré boli pred použitím zmiešané v pomere 10:1 [13] a vytvrdené v peci pri teplote 150°C počas 15 minút.

Kapitola 4

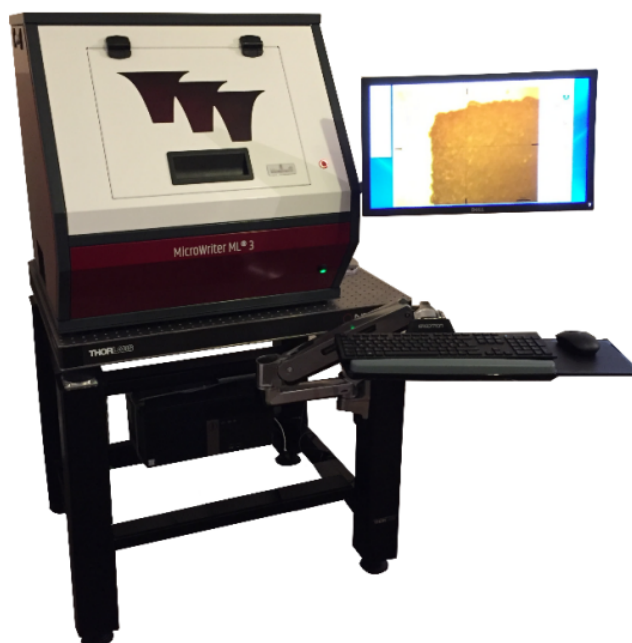
Technológie použité pri výrobe vlnovodov

4.1 Optická litografia

Najpoužívanější metóda vytvárania požadovaných motívov je v súčasnosti optická litografia. Jej princíp spočíva vo využití fotónov pre osvietenie fotosenzitívneho materiálu – fotorezistu. Je to materiál, ktorý mení vlastnosti po interakcii s niektorými druhmi elektromagnetického žiarenia. Existuje negatívny a pozitívny fotorezist. Exponované časti negatívneho fotorezistu sú vytvrdené a mokrým leptaním sa zvyšok odstráni. Pre pozitívny fotorezist platí opak – exponovaním sú chemické väzby polymérových reťazcov vo fotoreziste narušené a mokrým leptaním je ožiarený motív odstránený [4].

Požadovaný motív je obvykle nasvietený cez fyzickú litografickú masku, ktorá je presná a umožňuje rýchlu výrobu. Pri vytváraní prototypov je ale jej použitie nepraktické, zdĺhavé a zbytočne drahé z dôvodu nutnosti výroby chrómovej masky – preto bola v práci zvolená metóda laserovej litografie (Laser Beam Writing – LBW). Tá namiesto fyzickej masky využíva virtuálnu masku, takže motív je do fotorezistu zapisovaný priamo laserom. Rozlíšenie tejto metódy závisí na vlnovej dĺžke laseru [8].

V práci bol použitý laserový litograf MicroWriter ML®3 Pro od firmy Durham Magneto Optics Ltd (obr. 4.1). Zapisovanie prebieha pomocou polovodičového svetelného zdroja s vlnovou dĺžkou 385 nm. Rozlíšenie je možné nastaviť na hodnoty 5, 2, 1 a 0,6 μm . Maximálna veľkosť vzorky, ktorú je možné vložiť do litografu je 230 x 230 x 15 mm pričom maximálna zapisovacia plocha je 195 x 195 mm. Litograf je vybavený zabudovaným mikroskopom, ktorý poskytuje štyri objektívy so zväčšením 3x, 5x, 10x a 20x. Pomocou mikroskopu je tiež možné v dodávanom ovládacom programe mapovať povrch vzorky. Spolu s litografom je dodávaný software CleWin 5, v ktorom je možné navrhovať virtuálne masky. Ďalšie vybavenie litografu zahŕňa optický stôl pre izoláciu vibrácií [15].



Obrázok 4.1: Ilustračná fotografia pracoviska s laserovým litografom MicroWriter ML@3 Pro (prevzaté z [15]).

4.2 Mokré leptanie

Pri použití optickej litografie je nutné nežiadúce časti fotorezistu odstrániť. Pre tento krok sa využíva proces nazývaný leptanie. Rozlišujeme leptanie mokré a suché. Voľba konkrétneho procesu leptania je vysoko závislá na leptanom materiáli. Je dôležité vziať do úvahy najmä smerovosť a selektivitu leptania [4]. Smerovosť môže byť izotropná – rýchlosť leptania je porovnateľná vo vertikálnom aj horizontálnom smere, alebo anizotropná, kedy je rýchlosť vertikálneho leptania značne vyššia. Pod selektivitou sa rozumie pomer rýchlosti leptania leptaného materiálu k rýchlosti leptania inej susediacej vrstvy (napr. vrstvy pozitívneho fotorezistu).

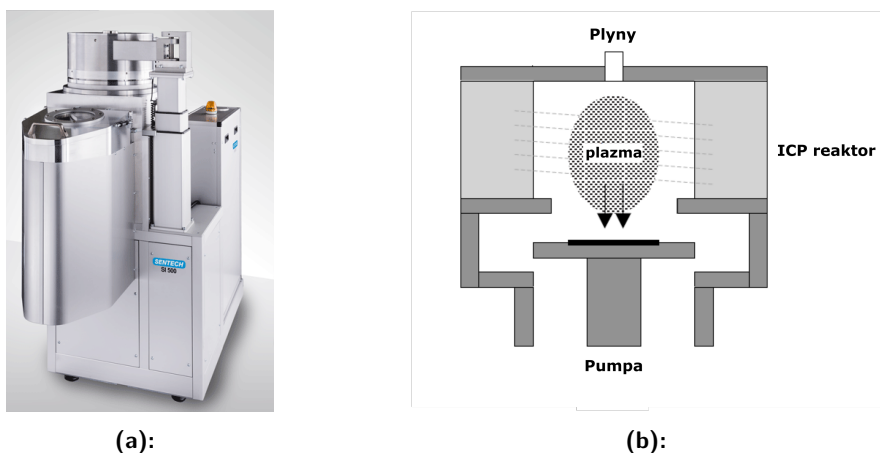
Mokrú leptanie prebieha vo forme kvapalného kúpeľa a obvykle poskytuje kvapalné alebo plynné vedľajšie produkty. Problémom môže byť reprodukovateľnosť procesu nakoľko závisí na čistote a stabilite kvapalného roztoku. V práci bol proces mokrého leptania využitý pri odleptávaní motívu v pozitívnom a negatívnom fotoreziste - inak nazývané aj vývoj fotorezistu.

4.3 Suché leptanie

Suché leptanie odstraňuje materiál v plynnej fáze, čo obvyčajne prebieha za prítomnosti čiastočného vákuua a pomocou plazmy. Takéto systémy sú založené na

veľmi presnej kombinácii chemických a fyzikálnych procesov, medzi ktoré patrí koncentrácia radikálov (reaktívnych častíc) a bombardovanie energetických iónov [4].

V práci bol zvolený systém na leptanie plazmou so zdrojom s indukčne viazanou plazmou (ICP – Inductively Coupled Plasma) a anténou cievkou. ICP zdroj generuje plazmu pomocou rádiofrekvenčnej excitácie, čím sa vytvárajú radikály. V systéme sa nachádza ešte rádiofrekvenčný zdroj (RF, cca 15 MHz) napájajúci elektródu, na ktorej je položená leptaná vzorka. Druhá elektróda je uzemnená. Zdroj RF vytvára elektrické pole, ktoré priťahuje radikály (plazmu) smerom k vzorke. Radikály reagujú s odhaleným materiálom – vyleptávajú do vzorky požadovaný motív. Na obrázku 4.2b je zobrazený princíp funkcie ICP reaktora. Hĺbka leptania je obmedzená hrúbkou vrstvy fotorezistu, pretože plazma pomaly leptá aj daný fotorezist [14].



Obrázok 4.2: Prístroj SENTECH ICP-RIE plasma etcher SI 500, a) fotografia prístroja SENTECH ICP-RIE plasma etcher SI 500 (prevzaté z [18]), b) schematický diagram RIE prístroja.

Pre leptanie Si je obvyčajne využívaný proces hlbokého iónového leptania (DRIE – Deep Reactive Ion Etching), ktoré prebieha pomocou plynu SF_6 . V práci bol testovaný patentovaný Bosch proces využívajúci cykly, v ktorých sa strieda fáza leptania (SF_6) a fáza depozície polyméru. Toto striedanie zabezpečuje kolmost bočných hrán vyleptanej štruktúry. V depozičnej fáze sa na povrchu dosky vytvorí vrstva polyméru rozkladom plynu C_4F_8 , čo vo fáze leptania obmedzí leptanie do strán. Počtom cyklov procesu je možné kontrolovať rozmery vyleptanej štruktúry [14], [4].

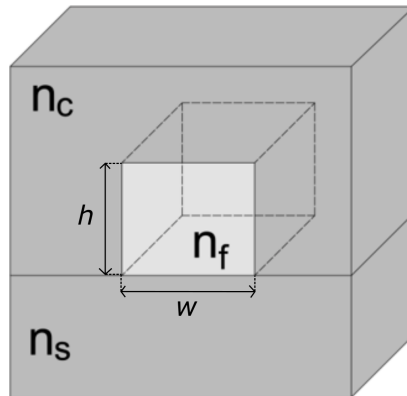
Pre proces DRIE bol v práci použitý prístroj SENTECH ICP-RIE plasma etcher SI 500 (obr. 4.2a). Toto zariadenie pre ionizáciu využíva planárnu trojitú špirálovú anténu (PTSA – The Planar Triple Spiral Antenna) [18].

Kapitola 5

Návrh vlnodov

5.1 Teoretický návrh optického planárneho vlnovodu

Na obrázku 5.1 je znázornený trojrozmerný kanálikový vlnovod, pričom h označuje výška vlnovodného kanálika (hrúbka vlnovodnej vrstvy) a w označuje jeho šírku.



Obrázok 5.1: Grafické znázornenie 3D kanálikového vlnovodu.

Odvođením z disperznej rovnice je možné určiť minimálnu hrúbku vrstvy h_{km} , pri ktorej je uvažovaný m -tý vid vedený [1]:

$$h_{km} = \frac{\lambda_0}{2\pi\sqrt{n_f^2 - n_s^2}} \left(m\pi + \arctan \left[p_{fc} \sqrt{\frac{n_s^2 - n_c^2}{n_f^2 - n_s^2}} \right] \right), \quad (5.1)$$

kde λ_0 je vlnová dĺžka svetla, n_f je index lomu vlnovodného jadra, n_s je index lomu substrátu, n_c je index lomu krycej vrstvy a m je celé číslo určujúce počet vedených vidov [1]. Parameter p_{fc} je daný typom vedeného vidu – TE (transverzálne elektrický) alebo TM (transverzálne magnetický). Pre vid TE je parameter $p_{fc} = 1$ a pre vid TM je parameter $p_{fc} = \left(\frac{n_f}{n_c}\right)^2$.

Pre n_s platí:

$$n_{\text{ef}} = \frac{\beta}{k_0}, \quad (5.2)$$

kde n_{ef} je efektívny index lomu a β je pozdĺžna zložka vlnového vektora. Z rovnice 5.1 je možné určiť podmienku existencie jedného vidu [1]:

$$\arctan \left[p_{fc} \sqrt{\frac{n_s^2 - n_c^2}{n_f^2 - n_s^2}} \right] \leq 2\pi \sqrt{n_f^2 - n_s^2} \frac{h_{km}}{\lambda_0} \leq m\pi + \arctan \left[p_{fc} \sqrt{\frac{n_s^2 - n_c^2}{n_f^2 - n_s^2}} \right]. \quad (5.3)$$

Z tejto podmienky je zjavné, že aby vlnovod viedol iba jeden vid tak musí mať dostatočne malú hrúbku vlnovodnej vrstvy h alebo dostatočne malý rozdiel indexov lomu n_s , n_c a n_f [1].

5.2 Návrh rozmerov jednovidového kanálikového vlnovodu

Všetky testovacie motívy boli navrhnuté tak, aby boli výsledné vlnovody jedno-vidové. Vzhľadom na index lomu použitých materiálov a vlnovú dĺžku pri ktorej mali byť výsledné vlnovody používané boli výpočtom podľa rovnice 5.1 navrhnuté jednotlivé rozmery. Indexy lomu použitých materiálov boli odmerané pomocou metódy jednohranolovej vidovej spektrometrie a sú uvedené taktiež v kapitole 8.1. Kombinácie materiálov jadra a plášťa spolu s ich navrhnutými rozmermi sú uvedené v tabuľke 5.1.

Tabuľka 5.1: Zoznam navrhnutých hrúbok jednovidových vlnovodov s ich operačnou vlnovou dĺžkou a indexmi lomu materiálu jadra a plášťa.

Materiál jadra	Materiál plášťa	Vlnová dĺžka (nm)	n_f (-)	n_s (-)	h_1 pre TE0 (μm)
OrmoClear FX	BASF 311	1308,2	1,5411	1,5013	1,880
OrmoClear FX	BASF 311	1549,1	1,5401	1,5000	2,218
OrmoCore	BASF 311	1308,2	1,5393	1,5013	1,924
OrmoCore	BASF 311	1549,1	1,5378	1,5000	2,286
EpoCore 2	EpoClad 10	1308,2	1,5689	1,5628	4,732
EpoCore 2	EpoClad 10	1549,1	1,5656	1,5607	6,258

Na základe tohto návrhu boli vlnovody vyrobené kombináciou technológie laserovej litografie (LBW – Laser Beam Writing) a hlbokého iónového leptania (DRIE – Deep Reactive Ion Etching), ktoré sú popísané v kapitole 4. Zvolené technologické metódy poskytujú dostatočné rozlíšenie pre výrobu navrhnutých rozmerov pohybujúcich sa v rozmedzí 1,8 až 6,2 μm . Vlnovody z materiálov *EpoCore 2* a *EpoClad 10* zostali z časových dôvodov iba vo fáze návrhu.

Najmenší rozmer má optický vlnovod, ktorého jadro je tvorené hybridným polymérom OrmoClear®FX alebo OrmoCore a plášť je tvorený UV fotopolymérom Lumogen OVD Varnish 311 (BASF). Pre operačnú vlnovú dĺžku 1308,2 nm sa navrhnuté rozmery pohybujú okolo 1,9 μm a pre operačnú vlnovú dĺžku 1549,1 nm

Kapitola 6

Postup výroby kanálikových optických vlnovodov

Zvolený postup výroby je možné rozdeliť do troch fáz. Prvá fáza obnáša vytvorenie hlavnej predlohy vyleptaním požadovaného motívu do kremíkovej dosky. V tejto fáze sa uskutočňuje prevažná časť optimalizácie rozmerov. Následne sa z kremíkovej predlohy vytvorí pečiatka z PDMS. V poslednej fáze sú pečiatky z PDMS použité na výrobu polymérových podložiek, do ktorých je potom nanášaná vlnovodná vrstva. V tejto práci som sa zaoberala prvými tromi depozičnými krokmi. Cieľom práce už nebolo testovať nanosenie optickej vlnovodnej vrstvy.

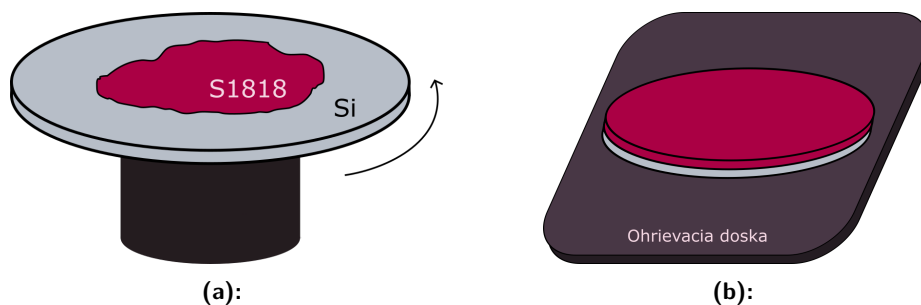
6.1 Výroba kremíkovej predlohy

Výroba motívu v kremíkovej doske je zložená z troch krokov. Najprv je nanosený pozitívny rezist, ktorý je osvietený v laserovom litografe a pomocou mokrého leptania je osvietená časť fotorezistu odleptaná. Nasleduje leptanie pomocou technológie DRIE, konkrétne je použitý Bosch proces. výroba kremíkovej predlohy je zakončená odstránením prebytočného fotorezistu a čistením povrchu pomocou plazmového leptania v kyslíkovej atmosfére s využitím zariadenia DRIE.

Nanášanie fotorezistu

Na kremíkovú dosku bol nanosený fotorezist metódou rotačného liatia (angl. *spin-coating*). Konkrétne bol použitý rotačný prístroj (angl. *spin-coater*) POLOS200. Doska bola vložená na rotačný držiak prístroja, kde bola vystredená. Aby nedošlo k jej utrhnutiu, tak je prístroj vybavený vzduchovým ventilom, ktorý vedie do stredu rotačného držiaka a vytvára podtlak. Následne bol na dosku aplikovaný pozitívny fotorezist MICROPOSIT™ S1818™G2 od dodávateľa micro resist technology GmbH, viď obr. 6.1a. Hrúbka vrstvy fotorezistu je závislá na rýchlosti otáčania – tá bola pre zvolený fotorezist nastavená na 3000 otáčok za minútu po dobu 5 minút. Hrúbka vrstvy sa následne pohybovala v jednotkách μm .

Po nanosení fotorezistu bola vzorka umiestnená na ohrievaciu platničku (obr. 6.1b). Tento proces, inak nazývaný aj *prebake* (predpečenie), zabezpečuje vytvrdenie pozitívneho fotorezistu. Pre rezist MICROPOSIT™ S1818™G2 je doporučené vzorku ohrievať pri teplote 115°C počas 60 sekúnd. Po tomto kroku bola vzorka pripravená na technologický krok laserovej litografie – LBW (obr. 6.1).

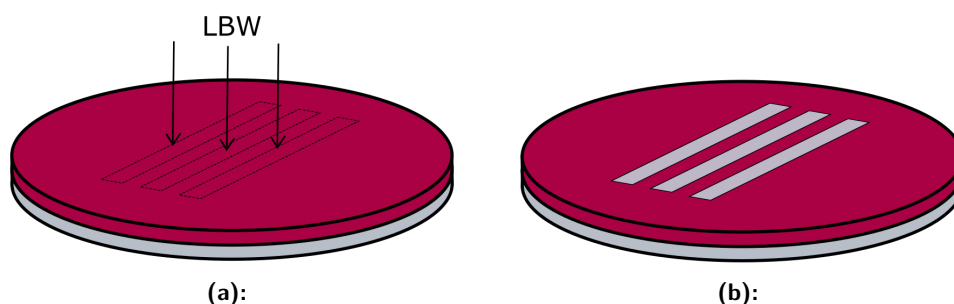


Obrázok 6.1: Príprava vzorky na expozíciu: a) nanášanie fotorezistu na kremíkovú dosku, b) vytvrdenie fotorezistu na ohrievacej platni.

■ Expozícia pomocou technológie LBW

Vzorka bola vložená do laserového litografu na expozičnú plochu a zarovnaná podľa značiek na správne miesto. V ovládacom programe bol zaostrený mikroskop, aby nedošlo k deformácii vykresľovaného motívu. Následne bol zvolený vhodný motív pre expozíciu. Ten bol vytvorený v programe CleWin vo formáte .cif. Pre každý motív je možné nastaviť ďalšie parametre ako rozlíšenie, kvalitu a dávku žiarenia. Tieto parametre značne ovplyvňujú dobu expozície.

Dávka žiarenia sa udáva v mJ/cm^2 a závisí na použítom fotoreziste a rozmeroch motívu, ktoré je potrebné dosiahnuť. Príliš vysoká dávka môže spôsobiť, že exponovaný motív bude väčší, než navrhnuté rozmery. Príliš nízka dávka naopak spôsobuje nedostatočné osvetlenie kedy fotorezist nie je možné v nasledujúcom kroku dostatočne odleptať.



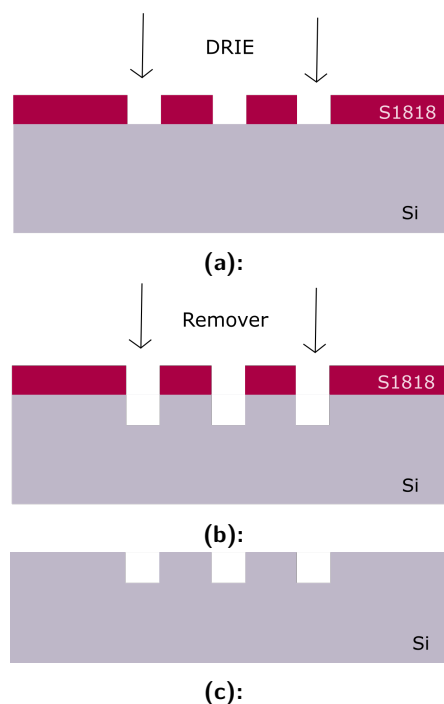
Obrázok 6.2: Vytvorenie motívu v pozitívnom fotoreziste: a) expozícia vzorky, b) vyvolanie motívu.

Po dokončení expozície (obr. 6.2a) bola vzorka vybratá z laserového litografu

a osvietené časti fotorezistu boli odstránené metódou mokrého leptania (obr. 6.2b). Vzorka bola vložená do vyvolávacieho roztoku, ktorý bol pripravený v pomere 1:9 z vývojky MICROPOSIT™ 303A DEVELOPER a demineralizovanej vody (DEMI vody). Vzorka bola vo vývojke po dobu 30-60 sekúnd a následne bola vložená do DEMI vody, čo pozastavilo vývoj. Potom bola dodatočne v rotačnom prístroji pomocou DEMI vody očistená. Po vysušení bola vzorka pripravená na suché leptanie technológiou DRIE – Bosch proces.

■ Proces hlbokého reaktívneho iónového leptania - DRIE

Pre použitie zariadenia bolo potrebné najprv otvoriť nádoby s požadovanými plynmi v plynovom hospodárstve laboratória. Následne bolo zapnuté chladenie, ICP a RF zdroj, turbomolekulárna pumpa a v ovládacej aplikácii boli zapnuté zvyšné potrebné systémy. Do pretlakovej komory bola vložená vzorka, ktorá bola ďalej položená hydraulickým ramenom na elektródu. V ovládacej aplikácii bol zvolený recept zahŕňajúce potrebné informácie pre leptanie DRIE: nastavenie teploty, zapínanie a vypínanie ventilov s reaktívnymi plynmi a prietoky jednotlivých plynov. V recepte pre Bosch proces boli použité plyny SF₆ s prietokom 240 cm³/s a O₂ s prietokom 20 cm³/s. Pre plyn C₄F₈ bol v depozičnej fáze zvolený prietok 150 cm³/s. Po nastavení receptu bol zadaný počet cyklov leptania a depozície, ktorý má priamy vplyv na výsledné rozmery štruktúry.



Obrázok 6.3: Vyleptanie štruktúry do kremíkovej dosky procesom DRIE: a) leptanie kremíkovej dosky procesom DRIE, b) odstránenie prebytočného fotorezistu, c) hotová kremíková predloha.

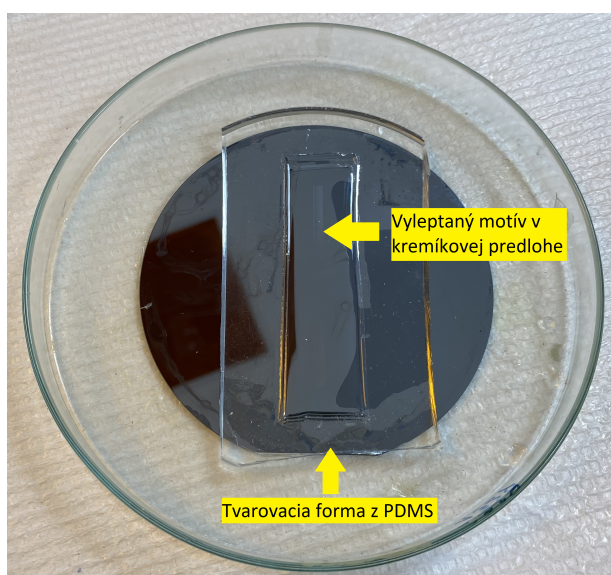
Obrázky 6.3a a 6.3b v poradí graficky zobrazujú priečny prierez vzorky pripravenej

na proces DRIE a vzorky, do ktorej bola pomocou procesu DRIE vyleptaná štruktúra.

Po vyňatí vzorky zo zariadenia DRIE bol odstránený zvyšok fotorezistu z povrchu vzorky pomocou odstraňovača mr-Rem 700 od firmy micro resist technology GmbH. Dodatočne bolo potrebné vyčistiť povrch vzorky pomocou plazmového leptania s využitím kyslíku v zariadení DRIE. Obrázok 6.3c ukazuje kremíkovú dosku po dokončení procesu DRIE Bosch proces a odstránení fotorezistu. Po dôkladnom vyčistení povrchu vzorky bola výsledkom kremíková predloha, ktorá bola pripravená na ďalšiu fázu technologického procesu – prípravu negatívnej formy z PDMS.

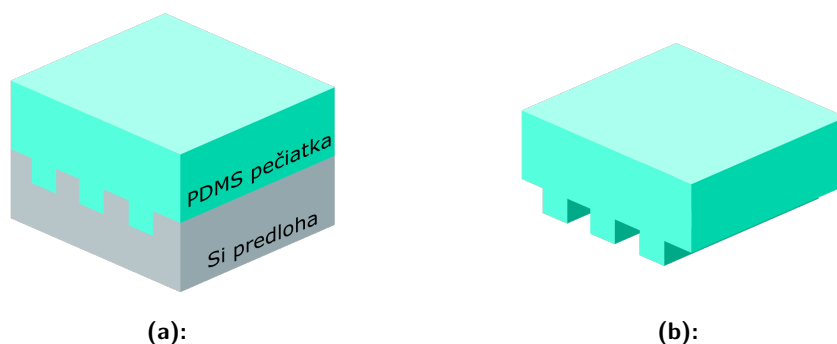
6.2 Odlievanie pečiatky z PDMS

Pripravená kremíková doska slúžila ako predloha pre vytvorenie pečiatky z PDMS. Najprv bola z materiálu PDMS (QSil 216) vyrobená tvarovacia forma, v ktorej bol výrez v tvare obdĺžnika a bola umiestnená na kremíkovú dosku, tak aby sa výrez nachádzal nad vyleptaným motívom (obr. 6.4).



Obrázok 6.4: Fotografia tvarovacej formy umiestnenej na kremíkovej predlohe.

Na dosku bol nanesený separátor SP-3 od firmy ELCHEMCo, ktorý zabezpečil aby v bolo v poslednom technologickom kroku tejto fázy možné jednoducho oddeliť materiál PDMS od predlohy. Do výrezu v tvarovacej forme bola nanosená vrstva PDMS (Sylgard 184). Tento krok je graficky znázornený na obrázku 6.5a. Vzorka bola vložená do exsikátoru pre odstránenie vzduchových bublín vytvorených v materiáli počas nanášania. Následne bola vzorka vložená do pece ohriatej na teplotu 150°C po dobu 15 minút aby došlo k vytvrdeniu PDMS. Po vytvrdení bola vrstva PDMS oddelená od formy a kremíkovej dosky.



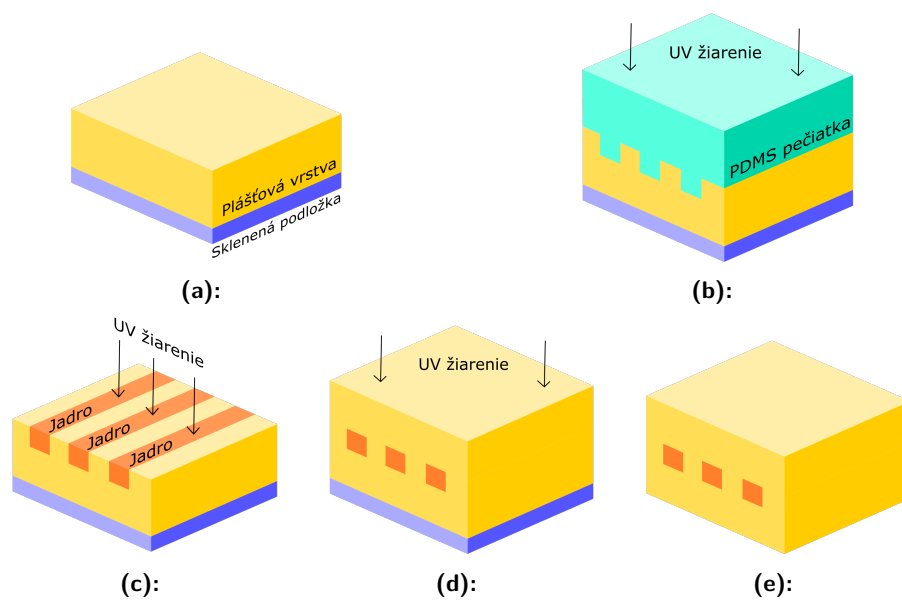
Obrázok 6.5: Odlievanie pečiatky z PDMS: a) nanosená vrstva PDMS na kremíkovej predlohe, b) hotová pečiatka z PDMS.

V PDMS vrstve bol okopírovaný vyleptaný motív z kremíkovej predlohy (obr. 6.5b) a tak slúžil PDMS odliatok ako negatívna forma v ďalšej fáze technologického procesu.

6.3 Výroba kanálikových vlnovodov

Celý technologický postup je graficky znázornený na obrázku 6.6. Najprv bola vyrobená tvarovacia forma v podobe fólie o hrúbke 200 μm , v ktorej bol výrez v tvare obdĺžnika. Táto forma bola umiestnená na sklenenú podložku. Do výrezu bola nanosená vrstva UV fotopolyméru Lumogen OVD Varnish 311 (BASF). Povrch tejto vrstvy bol zarovnaný stierkou (obr. 6.6a). Následne bola na vrstvu v obdĺžnikovom výreze umiestnená pečiatka z PDMS vytvorená v druhej fáze technologického procesu a vzorka bola umiestnená pod UV lampu, kde došlo k vytvrdeniu fotopolyméru (obr. 6.6b). Po vytvrdení bola od vzorky oddelená pečiatka z PDMS a vo vrstve fotopolyméru tak boli vytvorené vlnovodné kanáliky – vrstva fotopolyméru je teda plášťovou vrstvou konkrétneho vlnovodu.

Vlnovodné kanáliky boli následne vyplnené hybridným polymérom OrmoClear®FX alebo hybridným polymérom OrmoCore, ktorý slúžil ako vlnovodná vrstva - jadro vlnovodu. Prebytočný polymér bol odstránený pomocou stierky a vzorka bola znova umiestnená pod UV lampu, kde bol hybridný polymér vytvrdený (obr. 6.6c). Po vytvrdení bola na povrch nanosená ďalšia plášťová vrstva fotopolyméru OVD Varnish 311 (BASF), ktorá bola zarovnaná použitím stierky a vytvrdená UV žiarením (obr. 6.6d). Hotový vlnovod bol nakoniec skalpelom oddelený od sklenenej podložky (obr. 6.6e).



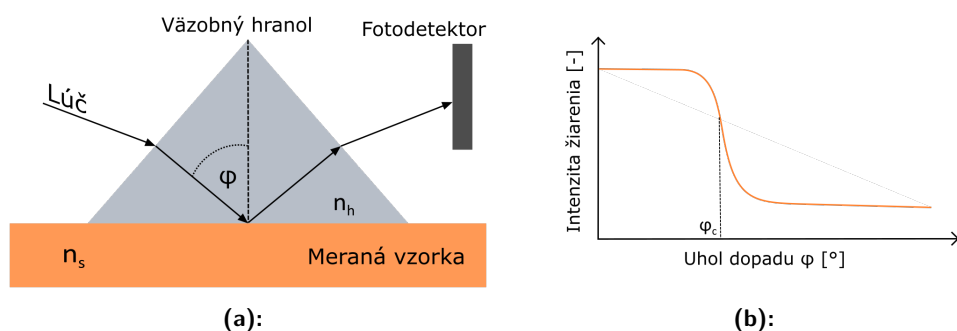
Obrázok 6.6: Technologický postup výroby optického vlnovodu: a) plášťová vrstva nanosená na sklenenej podložke, b) odtlačenie motívu do plášťovej vrstvy pomocou pečiatky z PDMS a vytvrdenie plášťovej vrstvy UV žiarením, c) vyplnenie motívu v plášťovej vrstve vlnovodným materiálom, d) vytvrdenie nanesej plášťovej vrstvy UV žiarením, e) hotový optický vlnovod oddelený od sklenenej podložky.

Kapitola 7

Metódy merania

7.1 Meranie indexu lomu

Na meranie indexu lomu som použila prístroj Metricon 2010/M prism-coupler system, ktorý využíva metódu jednohranolovej vidovej spektrometrie (viď obrázok 7.1a). Tento prístroj je vybavený laserovými zdrojmi s vlnovými dĺžkami 532,0; 654,2; 846,4; 1308,2; 1549,1 a 1652,1 nm. Na meranie bol použitý väzobný hranol #200-P-4a, ktorý má index lomu $n_h = 2,1558$ pre vlnovú dĺžku $\lambda = 632,8$ nm. Tento väzobný hranol umožňuje meranie efektívneho indexu lomu v rozmedzí 1,2 - 2,02 pre vlnovú dĺžku $\lambda = 632,8$ nm [14], [16]. Výrobca udáva presnosť merania indexu lomu $\pm 0,0005$.



Obrázok 7.1: Princíp metódy jednohranolovej vidovej spektrometrie, a) grafické znázornenie princípu merania, b) určenie kritického uhla zo závislosti intenzity žiarenia dopadajúceho na fotodetektor na uhle dopadu.

Princíp metódy je znázornený na obrázku 7.1a. Pri meraní sa vzorka upne na väzobný hranol pomocou pohyblivej spojovacej hlavice. Na hranol dopadá lúč z laserového zdroja, ktorý sa odráža od meranej vzorky a nakoniec dopadá smerom na fotodetektor. Zo závislosti intenzity žiarenia dopadajúceho na fotodetektor na uhle dopadu φ je možné určiť kritický uhol φ_c (obr. 7.1b). Výsledný index lomu n_s meranej vzorky je potom určený vzťahom:

$$n_s = n_h \cdot \sin \varphi_c, \quad (7.1)$$

kde n_s je index lomu meranej vzorky, n_h je index lomu väzobného hranolu a φ_c je kritický uhol dopadu.

7.2 Optická kontrola

Na prvotnú kontrolu vzoriek po expozícii pomocou technológie LBW bol použitý laboratórny mikroskop Olympus BX60 s kamerou Promicam 3-12C. Mikroskop je vybavený objektívmi so zväčšením 2x, 5x, 10x, 20x a 50x. Vzhľadom na to, že mikroskop má zabudovaný zdroj na osvetlenie vzorku v podobe bielej LED diódy bolo potrebné pri optickej kontrole použiť filter na vlnové dĺžky menšie než 500 nm.

Na kontrolu hĺbky motívov vyleptaných pomocou technologického procesu DRIE Bosch proces bol použitý 3D povrchový profilometer KEYENCE rady VK-X1000, ktorý na meranie využíva laserovú konfokálnu metódu [17]. Na obrázku 7.2 je ilustračná fotografia meracieho pracoviska. Meranie bolo vykonané na Katedre elektrotechnológie FEL, ČVUT v Prahe.



Obrázok 7.2: Ilustračná fotografia meracieho pracoviska s konfokálnym mikroskopom KEYENCE rady VK-X1000 (prevzaté z [17]).

Meraná vzorka bola položená na otočnú plochu pod objektívom mikroskopu a zarovnaná tak, aby boli vyleptané drážky rovnobežne so smerom snímania. Mikroskop bol zaostrený kombináciou manuálneho a softwarového zaostrenia. Ďalšie kroky prebiehali výlučne cez ovládací program k mikroskopu (VK-H1XVE). Najprv bol vybraný objektív so zväčšením 150x a následne bol nastavený výškový rozsah snímania. Spracovanie a export dát bolo možné vykonať v priloženom vyhodnocovacom programe KEYENCE Multi File Analyzer.

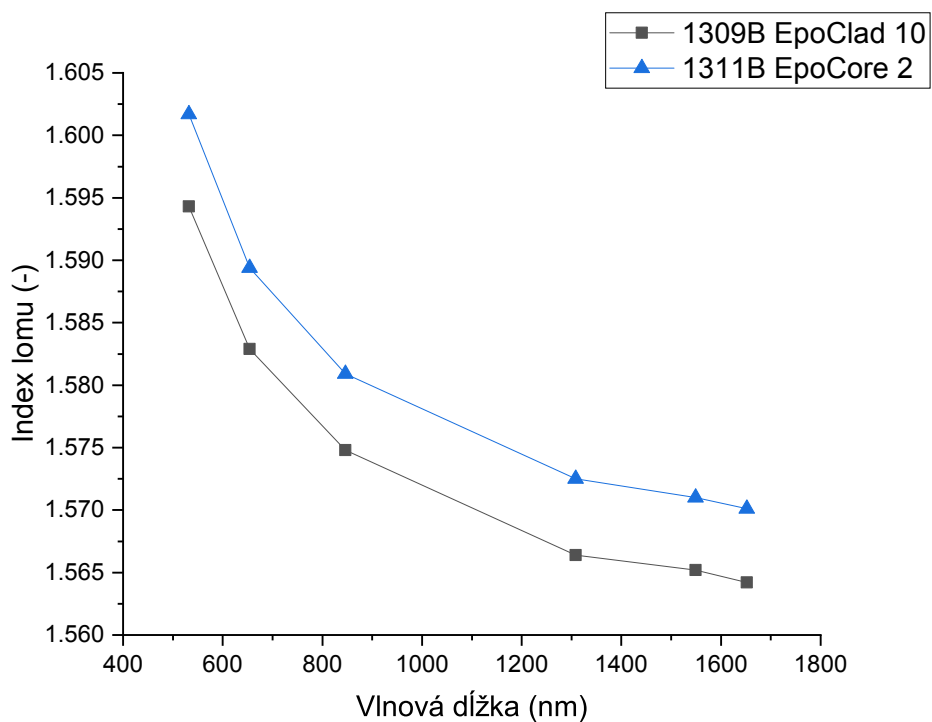
Kapitola 8

Výsledky meraní

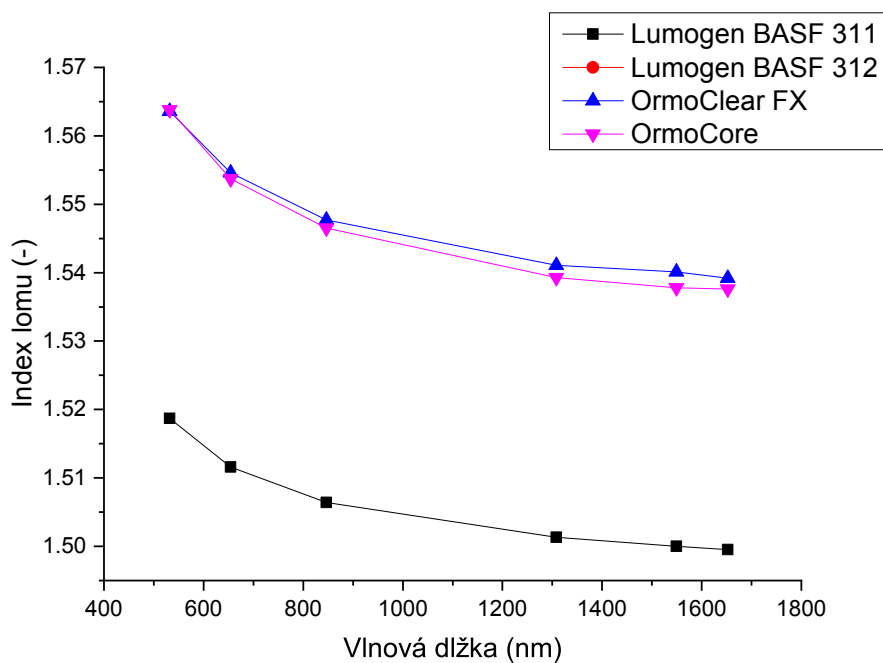
8.1 Meranie indexov lomu jednotlivých použitých materiálov

Meranie indexov lomu použitých materiálov prebiehalo metódou jednohranolovej vidovej spektrometrie, ktorá je popísaná v kapitole [7.1](#). Toto meranie je nutné vykonať pretože indexy lomu polymérových materiálov sa v závislosti na použitom výrobnom procese líšia a teda nie je možné spoľahnúť sa na hodnoty uvádzané výrobcom. Indexy lomu použitých materiálov boli merané pre vlnové dĺžky: 532,0; 654,2; 846,4; 1308,2; 1549,1 a 1652,1 nm. Zmerané indexy lomu materiálov EpoClad 10 a EpoCore 2 sú uvedené na obrázku [8.1](#). Z grafu je možné vidieť, že index lomu klesá so zvyšujúcou sa vlnovou dĺžkou. Index lomu materiálu vlnovodnej vrstvy (EpoCore 2) je vyšší než index lomu materiálu plášťovej vrstvy (EpoClad 10), takže kombinácia týchto materiálov spĺňa základnú podmienku vedenia vlny (rovnica [2.1](#)). Tieto materiály je tým pádom možné použiť na výrobu optického vlnovodu.

Na obrázku [8.2](#) sú uvedené zmerané indexy lomu materiálov OrmoClear®FX, OrmoCore a UV fotopolyméru OVD Lumogen BASF (311). Z grafu je zrejmé, že index lomu klesá so zvyšujúcou sa vlnovou dĺžkou. Materiály vlnovodnej vrstvy (OrmoClear®FX a OrmoCore) majú vyšší index lomu než materiál plášťovej vrstvy (UV fotopolymér OVD Lumogen BASF (311)). Kombináciu týchto materiálov je taktiež možné využiť na výrobu optického vlnovodu, pretože materiály spĺňajú základnú podmienku vedenia vlny.



Obrázok 8.1: Zmerané indexy lomu materiálov EpoClad 10 a EpoCore 2.



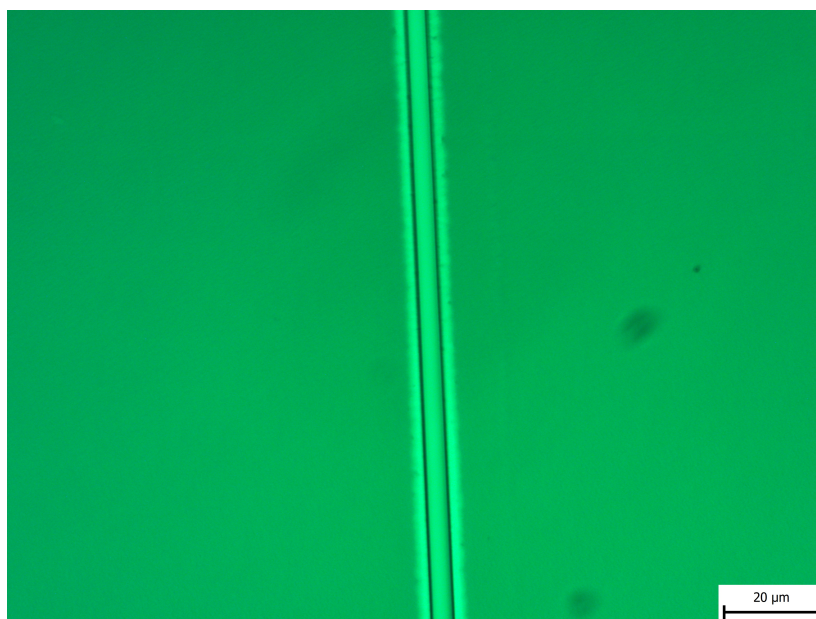
Obrázok 8.2: Zmerané indexy lomu materiálov OrmoClear®FX, OrmoCore a UV fotopolyméru OVD Lumogen BASF (311).

8.2 Optická kontrola vzoriek

Vzorok vyrobený pomocou metódy LBW boli kontrolované po každom technologickom kroku v postupe, ktorý by mohol ovplyvniť výsledné rozmery. Prvá kontrola prebehla hneď po exponovaní a mokrom leptaní fotorezistu na laboratórnom mikroskope Olympus BX60 s použitím dodatočného filtra, ktorý prepúšťa vlnové dĺžky väčšie než 500 nm. Filter je potrebný pretože v tomto kroku je dôležité, aby vzorka nebola osvetlená UV žiarením, ktoré by mohlo narušiť štruktúru polyméru a tak znehodnotiť vzorku. Táto kontrola rozmerov bola dôležitá pre nastavenie parametrov litografu - kvalita zápisu, rozlíšenie a dávka žiarenia 385 nm laseru.

Rozlíšenie bolo zvolené najmenšie možné – 0,6 μm , kvôli veľmi malým rozmerom navrhnutých štruktúr. Pre vybranie kvality zápisu som vytvorila maticu dvoch motívov s rozdielnou kvalitou. Kvalita *high* poskytla menšie rozmery štruktúr než kvalita *normal* a tak bola kvalita *high* aplikovaná na ďalšie experimenty.

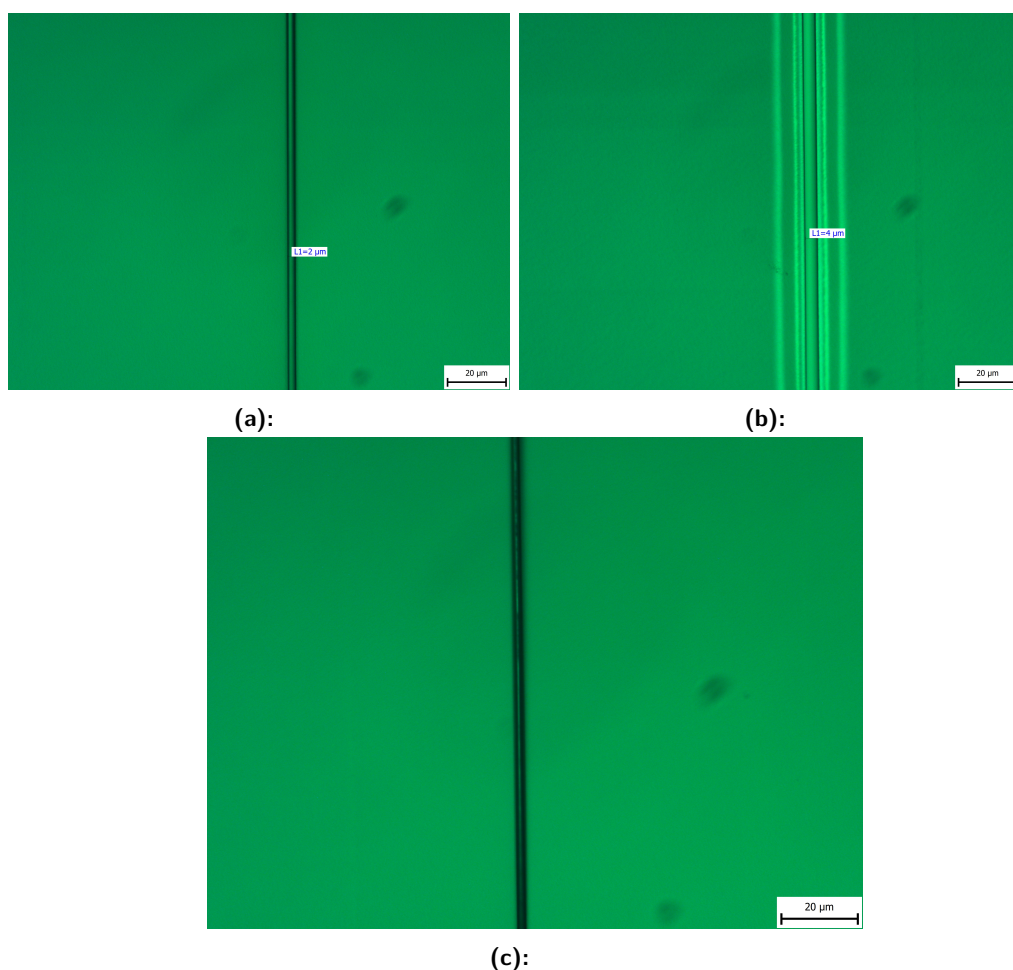
Pre zistenie vhodnej dávky žiarenia bolo nutné vykonať sériu optimalizačných testov. Najprv bola testovaná dávka 75 mJ/cm^2 doporučená v [14] na štruktúre navrhutej podľa kapitoly 5.2. Motív bol navrhnutý tak, aby sa rozmery výslednej štruktúry pohybovali medzi 1-4 μm . Napriek tomu boli rozmery po expozícii niekoľkokrát väčšie než návrh a okraje fotorezistu boli príliš osvietené, viď obr. 8.3.



Obrázok 8.3: Príklad vzorky s exponovaným fotorezistom S1818 pri použití dávky 75 mJ/cm^2 . Okraje štruktúry sú príliš osvietené a štruktúra má niekoľkonásobne väčšie rozmery oproti návrhu 1 μm .

Z ďalších vykonaných depozičných testov vyplynulo, že optimálna dávka je 35 - 40 mJ/cm^2 , pri ktorej mal motív najmenšie rozmery a zároveň bolo možné odleptať exponované časti bez problémov (obr. 8.4a). Rozmery štruktúry pre návrh 1 μm sa

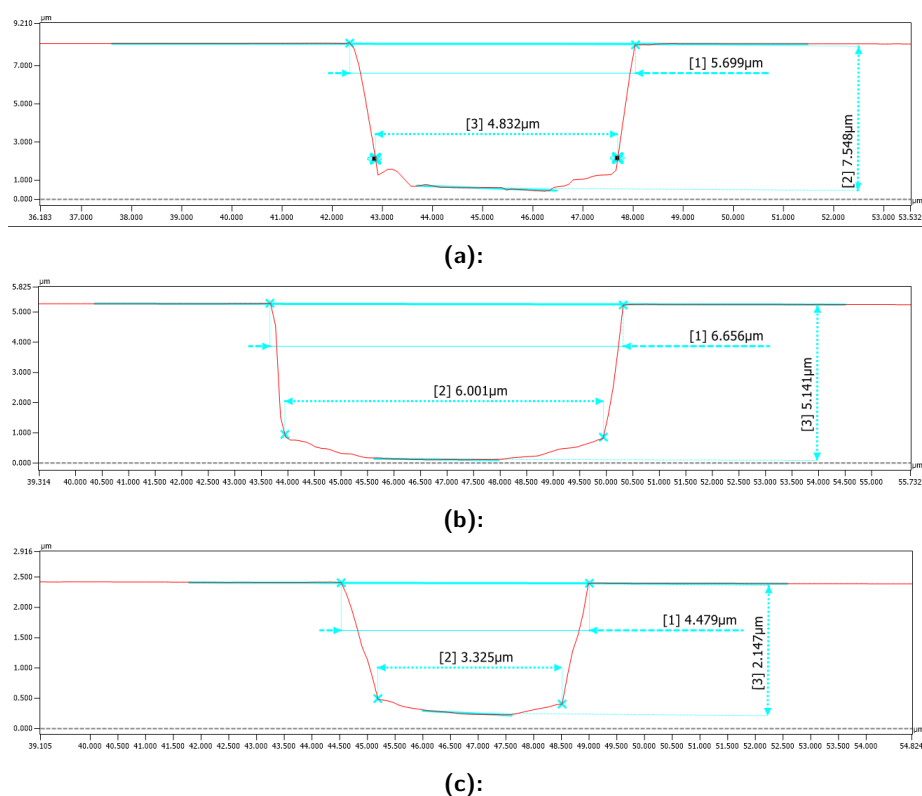
po mokrom leptaní pohybovali v rozmedzí 2-4 μm . Ďalšie zmešovanie rozmerov je obmedzené rozlíšením použitého laserového litografu.



Obrázok 8.4: Ukážka výsledkov mokrého leptania po procese LBW, a) vhodne odleptaná štruktúra, ktorej rozmer je približne 2 μm , b) štruktúra, ktorá bola ponechaná vo vývoji príliš dlhú dobu, c) nedostatočne odleptaná štruktúra – v motíve zostali nežiaduce zvyšky fotorezistu.

Vykonalé testy taktiež ukázali, že pri nižšej expozičnej dávke je potrebné ponechať vzorku vo vývoji až 60 sekúnd inak hrozí, že sa fotorezist nedostatočne odleptá (obr. 8.4c). Pri použití nižšej dávky je nutné vzorku vo vývojke ponechať ešte dlhšie, čo môže spôsobiť nerovnomerné naleptanie fotorezistu po okrajoch motívu (obr. 8.4b).

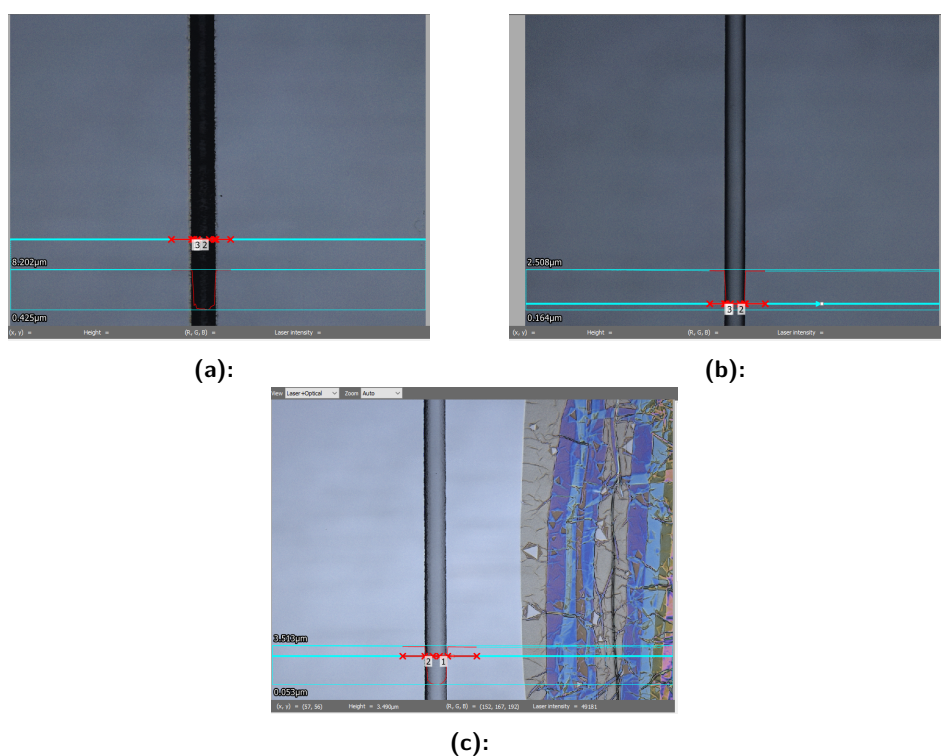
Ďalšia optická kontrola prebehla po procese DRIE Bosch proces, tentokrát pomocou konfokálneho mikroskopu KEYENCE VK-X1000, ktorý má mikroskop so zväčšením až 150x a tak je možné presnejšie určiť rozmery štruktúr. Taktiež poskytuje náhľad na profil povrchu vzorky, čo je potrebné pre optimalizáciu počtu cyklov suchého leptania, ktoré priamo ovplyvňujú hrúbku vlnovodnej vrstvy. Pri opakovaní 15 cyklov bol vyleptaný motív príliš hlboký a značne vyleptaný do strán, viď obr. 8.5a. Následne boli testované počty cyklov 10 (obr. 8.5b) a 5 (obr. 8.5c).



Obrázok 8.5: Príklady merania vyleptaných motívov do Si podložky pomocou technológie DRIE Bosch proces pri použití rôzneho počtu cyklov: a) priečný profil motívu pri 15 cykloch, b) priečný profil motívu pri 10 cykloch, c) priečný profil motívu pri 5 cykloch.

Z výsledkov optickej kontroly po tomto kroku bolo ďalej zjavné, že počet cyklov leptania má veľký vplyv na kvalitu okrajov vyleptaných drážok. Pri 15 aj 10 cykloch boli okraje viditeľne drsné (obr. 8.6a). Pri použití 5 cyklov bol tento problém odstránený (obr. 8.6b). Z vykonaných experimentov vyplynulo, že odstránenie fotorezistu pomocou roztoku mr-Rem 700 bolo nedostatočné, pretože na kremíkovej doske zostávali zvyšky použitého fotorezistu (obr. 8.6c). Pre jeho odstránenie bol znovu použitý proces suchého leptania DRIE, ale s odlišným receptom, ktorý využíval leptanie kyslíkovou plazmou.

Optimalizovaný počet cyklov leptania (6-8 cyklov) bol ďalej testovaný na dvoch vzorkách s motívom 8 drážok, ktoré boli navrhnuté so šírkou 1 μm . Prietoky jednotlivých plynov pri DRIE Bosch procese boli nastavené v recepte, ktorý bol poskytnutý dodávateľom a sú uvedené v kapitole 6.1. Na vzorke číslo 1336 bola testovaná dávka žiarenia 35 mJ/cm^2 pri 8 cykloch DRIE Bosch procesu, profil jej povrchu je zobrazený na obrázku 8.7a. Na vzorke číslo 1337 bola testovaná dávka žiarenia 40 mJ/cm^2 pri 6 cykloch DRIE Bosch procesu a profil jej povrchu je zobrazený na obrázku 8.7c. Pri oboch profiloch je zahrnutý aj 3D model, kde je vyznačené na ktorom mieste bol profil povrchu meraný (obr. 8.7b a 8.7d). Použité parametre aj s číslom vzorky sú uvedené v tabuľke 8.1.



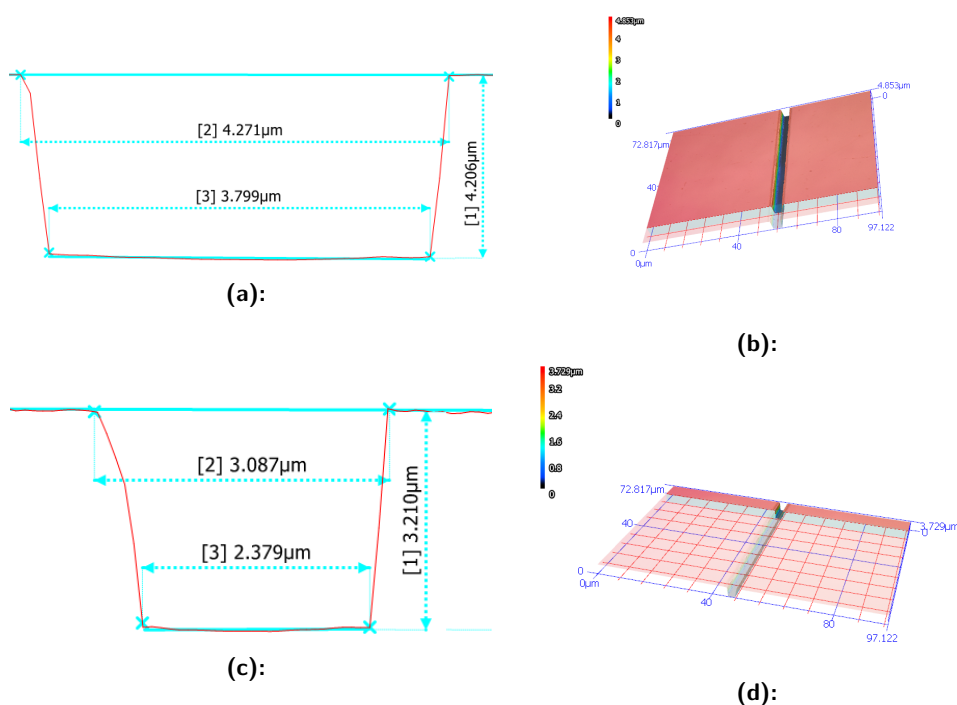
Obrázok 8.6: Porovnanie drsnosti okrajov vyleptaného motívu, a) nerovnomerné okraje drážky, b) hladké okraje drážky, c) nedostatočne odstránené zvyšky fotorezistu.

Tabuľka 8.1: Čísla testovaných vzoriek spolu s použitou dávkou žiarenia a počtom cyklov DRIE Bosch procesu.

Číslo vzorky kremíkovej predlohy	Dávka žiarenia (mJ/cm^2)	Počet cyklov DRIE Bosch procesu
1336	35	8
1337	40	6

Z obrázku 8.7 je možné pozorovať, že šírka vyleptaného motívu je viac závislá na počte cyklov procesu DRIE Bosch proces než na dávke žiarenia. Aj keď bola pri vzorke číslo 1336 na obrázku 8.7a použitá nižšia dávka žiarenia než na vzorke číslo 1337 na obrázku 8.7c, tak vďaka 2 cyklom DRIE Bosch procesu navyše má vzorka 1336 o približne $1 \mu\text{m}$ väčšie rozmery do šírky aj do hĺbky. Výsledné rozmery kremíkových predlôh sa teda pohybovali v rozmedzí 3-4,3 μm .

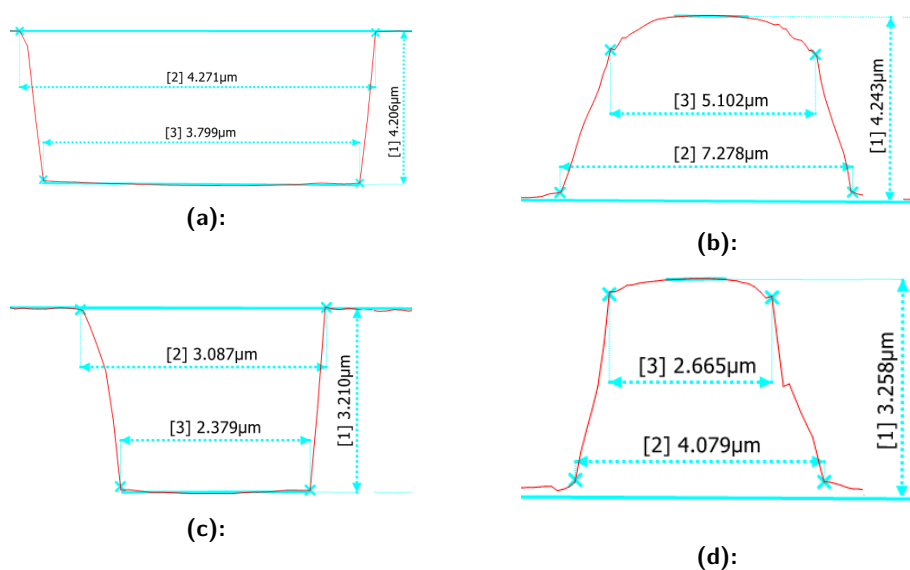
Ďalej boli z týchto kremíkových predlôh odliate PDMS pečiatky, ktorých profil bol odmeraný na konfokálnom mikroskope. Výsledky ukázali, že PDMS odliatky majú väčšie rozmery než vyleptané motívy v kremíkovej predlohe. Toto bolo pravdepodobne spôsobené chybou merania, nakoľko materiál PDMS je priesvitný, čo mohlo spôsobiť nežiaduce odrazy počas merania. Na obrázku 8.8a je možné pozorovať porovnanie profilu kremíkovej predlohy pri použití 8 cyklov DRIE Bosch procesu (vzorka číslo 1336) a na obrázku 8.8b profil jej PDMS odliatku.



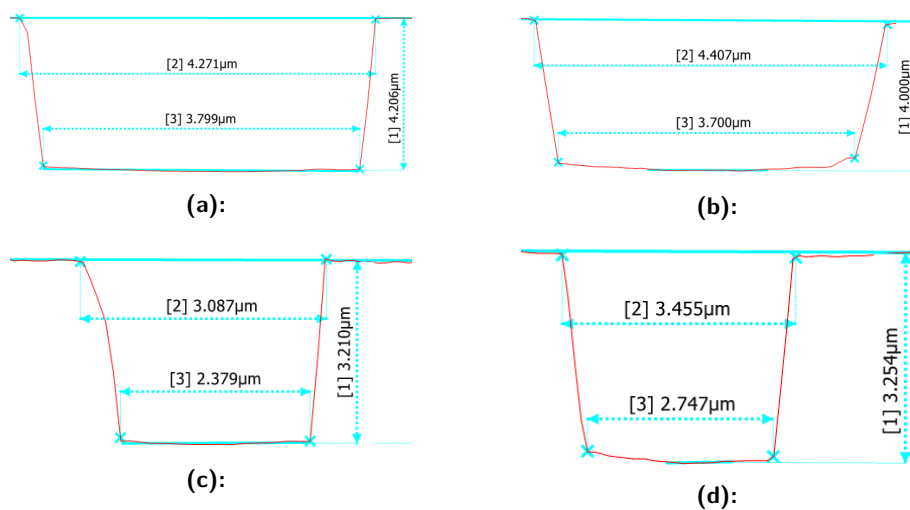
Obrázok 8.7: Profily vzoriek s motívom širokým 1 μm pri použití 8 alebo 6 cyklov, a) profil motívu vyleptaného do kremíkovej predlohy – vzorka 1336, b) 3D model kremíkovej predlohy – vzorka 1336, c) profil motívu vyleptaného do kremíkovej predlohy – vzorka 1337, d) 3D model kremíkovej predlohy – vzorka 1337.

Na obrázku [8.8c](#) je profil kremíkovej predlohy pri použití 6 cyklov DRIE Bosch procesu (vzorka číslo 1337) a na obrázku [8.8d](#) profil jej PDMS odliatku.

Finálnym výrobkom bola plášťová vrstva z UV fotopolyméru Lumogen OVD Varnish 311 (BASF), do ktorej boli odtlačené vlnovodné kanáliky pomocou pečiatky z PDMS. Tvar vlnovodných kanálikov by mal byť rovnaký ako tvar vyleptaných drážok v kremíkovej predlohe. Na obrázku [8.9](#) je porovnanie profilov vyleptaných drážok v kremíkových predlohách a im korešpondujúcich profilov vlnovodných kanálikov odtlačených vo fotopolyméri pomocou pečiatky z PDMS. Tvar vlnovodných kanálikov veľmi dobre kopíruje tvar vyleptaných drážok v kremíkových predlohách (viď obr. [8.9a](#) a [8.9b](#)), no niektoré rozmery vlnovodného kanálika na obrázku [8.9d](#) sú až o približne 0,4 μm väčšie než rozmery drážky vyleptanej v kremíkovej predlohe na obrázku [8.9c](#). Dôvodom by mohla byť tepelná deformácia materiálu PDMS.



Obrázok 8.8: Porovnanie profilu kremíkovej predlohy a jej PDMS odliatku: a) profil kremíkovej predlohy 1336, b) profil odliatku PDMS z kremíkovej predlohy 1336, c) profil kremíkovej predlohy 1337, d) profil odliatku PDMS z kremíkovej predlohy 1337.



Obrázok 8.9: Porovnanie profilu kremíkovej predlohy a plášťovej vrstvy z UV foto-polyméru Lumogen OVD Varnish 311 (BASF): a) profil kremíkovej predlohy 1336, b) profil plášťovej vrstvy podľa kremíkovej predlohy 1336, c) profil kremíkovej predlohy 1337, d) profil plášťovej vrstvy podľa kremíkovej predlohy 1337.

Kapitola 9

Záver

Táto bakalárska práca sa zaoberala návrhom a testovaním technologických procesov, ktoré by v budúcnosti mohli viesť k výrobe optických jednovidových kanálikových vlnovodov s rozmermi 0,6-5 μm . Pri riešení práce som využívala technológiu laserovej litografie s priamym zápisom (LBW – Laser Beam Writing) pomocou prístroja MicroWriter ML®3 Pro od firmy Durham Magneto Optics Ltd. Táto technológia bola použitá v kombinácii s procesom hlbokého reaktívneho iónového leptania (Deep Reactive Ion Etching – DRIE) Bosch proces pomocou prístroja SENTECH ICP-RIE plasma etcher SI 500. Cieľom práce bola optimalizácia výrobného procesu plášťovej vrstvy so zapustenými vlnovodnými kanálikmi. Technologický proces nanášania optickej vlnovodnej vrstvy (jadra vlnovodu) už nebol predmetom realizácie.

Technologický postup výroby bol zložený z troch častí. V prvej časti bola vyrobená hlavná kremíková predloha, kde na Si dosku bol nanesený pozitívny fotorezist MICROPOSIT™ S1818™G2 od dodávateľa micro resist technology GmbH. Do fotorezistu bol zapísaný požadovaný motív v laserovom litografe, ktorý bol mokrým leptaním vyvolaný. Vzorka bola vložená do zariadenia DRIE, kde bol motív vyleptaný do kremíku. Zvyšky fotorezistu boli z kremíkovej predlohy odstránené odstraňovačom mr-Rem 700 od firmy micro resist technology GmbH a dodatočným leptaním v kyslíkovej atmosfére. Druhá časť technologického postupu zahŕňala zalievanie motívu materiálom PDMS (Sylgard 184). Po vytvrdení bol odliatok z PDMS oddelený. V poslednej časti technologického postupu bol odliatok PDMS použitý na odtlačenie vlnovodných kanálikov do UV fotopolyméru OVD Varnish 311 (BASF), ktorý slúžil ako plášťová vrstva optického vlnovodu.

Rozmery kanálikov pre zaliatie jadra optických vlnovodov boli navrhnuté tak, aby boli vlnovody jednovidové a tieto rozmery sa pohybovali v rozmedzí 1,9-6,2 μm , v závislosti na kombinácii použitých materiálov.

Moja bakalárska práca nadväzovala priamo na druhú časť diplomovej práce *Návrh a realizace polymerních struktur pro fotonické aplikace, 2021 ČVUT* [14]. V prvej časti technologického postupu sa podarilo zmenšiť rozmery kremíkovej predlohy: šírka drážky bola z 8,3 μm optimalizovaná na 3,1 μm , pričom hĺbka drážky zostala na hodnote približne 3 μm , čo znamená, že pomer šírky a hĺbky vyleptanej drážky

bol optimalizovaný na 1:1. Optimalizácia procesu by mohla pokračovať testovaním nanášania vlnovodnej vrstvy a ďalším nanesením hornej krycej vrstvy. Je vysoký predpoklad, že ďalšou optimalizáciou technologických krokov a realizáciou vzoriek s naneseným jadrom a plášťom sa podarí na základe skúseností pri riešení tejto bakalárskej práce vyrobiť jednoivodové optické vlnovody pre pracovné vlnové dĺžky 1310 a 1550 nm.



Literatúra

- [1] NOVOTNÝ, Karel. *Optická komunikační technika*. Vyd. 2. Praha: Vydavatelství ČVUT, 2002. ISBN 80-01-01642-0.
- [2] NOVOTNÝ, Karel, Tomáš MARTAN a Jan ŠÍSTEK. *Systémy pro optické komunikace*. Praha: ČVUT, 2007. ISBN 978-80-01-02810-0.
- [3] TONG PH.D, Xingcun Colin. *Advanced Materials for Integrated Optical Waveguides*. Cham: Springer International Publishing, 2014. Springer Series in Advanced Microelectronics. ISBN 978-3-319-01549-1.
- [4] CALVO, María L. a Vasudevan LAKSHMINARAYANAN. *Optical waveguides: from theory to applied technologies*. Boca Raton, FL: CRC Press, c2007. Optical science and engineering (Boca Raton, Fla.), 120. ISBN 1-57444-698-3.
- [5] HARPER, Charles A., Edward M. PETRIE. *Plastics Materials and Processes*. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., c2003. ISBN 0-471-45603-9.
- [6] PRAJZLER, Václav, Petr JAŠEK a Pavla NEKVINDOVÁ. *Inorganic–organic hybrid polymer optical planar waveguides for micro-opto-electro-mechanical systems (MOEMS)*, *Microsystem Technologies*. 2019, 25(6), 2249-2258, doi:10.1007/s00542-018-4105-x.
- [7] CRUZ-FÉLIX, Angel S., Josimar MARQUEZ-GARCIA, Jorge GONZÁLEZ GARCÍA, Agustín SANTIAGO ALVARADO, Joseph L. ROBICHAUD, Bill A. GOODMAN a Matthias KRÖDEL. *Characterization of PDMS samples with variation of its synthesis parameters for tunable optics applications*. In: *Material Technologies and Applications to Optics, Structures, Components, and Sub-Systems III*. SPIE, 2017, 2017-9-5, s. 4- . ISBN 9781510612013.
- [8] ELMOGI, Ahmed, Erwin BOSMAN, Jeroen MISSINNE a Geert VAN STEENBERGE. *Comparison of epoxy- and siloxane-based single-mode optical waveguides defined by direct-write lithography*. *Optical Materials*. 2016, 52, 26-31. ISSN 09253467.
- [9] MICRO RESIST TECHNOLOGY GMBH, *EpoCore & EpoClad - Negative Tone Photoresist Series, datasheet*, [online] [cit. 10.5.2022], Dostupné

z: https://kayakuam.com/wp-content/uploads/2019/09/PI_EpoCoreClad-1.pdf.

- [10] MICRO RESIST TECHNOLOGY GMBH, *OrmoClear®FX datasheet*, [online] [cit. 10.5.2022], Dostupné z: <https://www.microresist.de/en/produkt/ormoclearfx/>.
- [11] MICRO RESIST TECHNOLOGY GMBH, *OrmoCore datasheet*, [online] [cit. 10.5.2022], Dostupné z: <https://www.microresist.de/en/produkt/ormocore-and-ormoclad/>.
- [12] CHT GERMANY GMBH, *QSil 216 datasheet*, [online] [cit. 10.5.2022], Dostupné z: <https://cht-silicones.com/product-tds/QSIL-216>.
- [13] DOW CORNING, *Sylgard 184 datasheet*, [online] [cit. 10.5.2022] Dostupné z: <https://www.dow.com/en-us/pdp.sylgard-184-silicone-elastomer-kit.01064291z.html#tech-content>.
- [14] ZAVREL J., (2022), *Návrh a realizace polymerních struktur pro fotonické aplikace*, diplomová práce, Praha: České vysoké učení technické v Praze, Fakulta elektrotechnická, katedra elektromagnetického pole.
- [15] DURHAM MAGNETO OPTICS, *MicroWriter ML®3 Pro product sheet*, [online] [cit. 17.5.2022], Dostupné z: <https://www.durhammagnetooptics.com/wp-content/uploads/2019/06/Microwriter-ML3-Pro-product-sheet-June-2019.pdf>.
- [16] METRICON, *Model 2010/M Overview* [online]. [cit. 18.5.2022]. Dostupné z: <http://www.metricon.com/model-2010-m-overview/>.
- [17] KEYENCE, *Mikroskop s 3D laserovým skenováním*, [online] [cit. 18.5.2022], Dostupné z: <https://www.keyence.eu/cscz/products/microscope/laser-microscope/vk-x3000/>.
- [18] SENTECH, *ICP-RIE plasma etcher SI 500 product information*, [online] [cit. 18.5.2022] Dostupné z: https://www.sentech.com/en/ICP-RIE-SI-500__262/.