



---

**Forschungszentrum Karlsruhe**  
in der Helmholtz-Gemeinschaft

---

**Wissenschaftliche Berichte**  
FZKA 6978

# **UV-induzierte Herstellung monomodiger Wellenleiter in Polymeren**

**P. Henzi**

**Institut für Mikrostrukturtechnik**

**Juli 2004**

**Forschungszentrum Karlsruhe**

in der Helmholtz-Gemeinschaft

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 6978

UV-induzierte Herstellung monomodiger  
Wellenleiter in Polymeren<sup>\*)</sup>

P. Henzi

Institut für Mikrostrukturtechnik

<sup>\*)</sup> von der Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe (TH)  
genehmigte Dissertation

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

2004

**Impressum der Print-Ausgabe:**

**Als Manuskript gedruckt  
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor**

**Forschungszentrum Karlsruhe GmbH  
Postfach 3640, 76021 Karlsruhe**

**Mitglied der Hermann von Helmholtz-Gemeinschaft  
Deutscher Forschungszentren (HGF)**

**ISSN 0947-8620**

**urn:nbn:de:0005-069788**

# **UV-induzierte Herstellung monomodiger Wellenleiter in Polymeren**

---

---

Zur Erlangung des akademischen Grades eines  
**Doktors der Ingenieurwissenschaften**

an der Fakultät für Maschinenbau der  
Universität Karlsruhe

genehmigte  
**Dissertation**

von Dipl.-Phys. Patric Henzi  
aus Pforzheim

Tag der mündlichen Prüfung: 23. Oktober 2003

Hauptreferent: Prof. Dr. V. Saile  
Korreferent: Prof. Dr. U. Lemmer

## Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde ein Verfahren zur Herstellung monomodiger polymerer Wellenleiter entwickelt. Durch eine systematische Analyse der Einflussgrößen wurden die Möglichkeiten und Grenzen des Verfahrens anhand von Wellenleiter-Basisstrukturen aufgezeigt.

Das Herstellungsverfahren basiert auf der lokalen Veränderung der dielektrischen Eigenschaften von Polymethylmethacrylat durch UV-Strahlung. Für die lokale Strukturierung von Wellenleitern wurden zwei Ansätze verfolgt. Beim ersten Ansatz erfolgte die laterale Strukturierung der Wellenleiter mit herkömmlicher Photolithographie über eine Chrom/Quarzmaske. Beim Zweiten wird durch Kombination der LIGA-Technik das Polymer vorstrukturiert, um es durch eine Rippen- oder Grubenstruktur für eine anschließende planare UV-Bestrahlung zu maskieren.

Zur Untersuchung der fotochemischen Reaktionen in Abhängigkeit von äußeren Bedingungen wurden spektroskopische Methoden herangezogen. Um den Einfluss von Additiven und Copolymerisation auf das fotochemische Verhalten zu untersuchen, wurden verschiedene Homo- und Copolymere von Polymethylmethacrylat verwendet. Es zeigte sich, dass die dominierenden Reaktionen unabhängig vom verwendeten Material waren. Bei der Fotolyse an Luft konnten Fotooxidationsprodukte nachgewiesen werden, welche die Dämpfung der Wellenleiter im dritten optischen Fenster bei 1550 nm erhöhen. Das zweite optische Fenster bei 1300 nm bleibt davon unberührt. Durch Verwendung von Inertgas oder Vakuum konnten diese Oxidationsprodukte vermieden werden, die Wellenleiter zeigten wesentlich besser optische Eigenschaften. Im Hinblick auf kürzere Belichtungszeiten, höhere Brechungsindexhübe und erhöhte thermische Stabilität der Wellenleiter wurde eine weitere Prozessvariante erarbeitet. Hierbei konnten durch Addition von Brom höhere Brechungsindexkontraste und Glasübergangstemperaturen des modifizierten Materials erreicht werden.

Zur Entwicklung eines integriert optischen Sensors, der durch immobilisierte lebende Zellen auf den Wellenleiterstrukturen basiert, wurden erste Untersuchungen zur Immobilisierung verschiedener Zelltypen auf den Wellenleiteroberflächen erfolgreich durchgeführt. Es konnte hierbei eine Zelladhäsion von L929 Fibroblasten in fotochemisch modifizierten Bereichen anhand von Teststrukturen demonstriert werden.

Weiterhin konnte die Realisierbarkeit von Wellenleitern durch Maskierung mittels vorgeprägtem Substrat gezeigt werden. Die Kombination mit der LIGA-Technik bietet so die Möglichkeit, die Wellenleiter in eine mikrooptische Bank zu integrieren. Zur Demonstration sind Wellenleiter mit integrierten Faserführungsstrukturen hergestellt worden. Dieser Ansatz ermöglicht die Herstellung einer mikrooptischen Bank mit integrierten monomodigen Wellenleiterstrukturen durch Replikationstechnologien und hat somit das Potential einer Massenfabrikation.

## **UV-induced fabrication of single mode waveguides in polymers**

### **Abstract**

This thesis describes the development of a process for fabricating single mode polymer waveguides. By systematic analysis of process parameters using basic waveguide components, the feasibilities and limits of this approach are given.

The process is based on the UV-induced modification of the dielectric properties of polymethylmethacrylate. Two approaches for the lateral structuring of waveguides are used. In the first approach the lateral structuring is achieved by conventional photolithographic technique using a Quartz/chrome mask. The second approach uses in the first step the LIGA-technique to pre-emboss the polymer substrate. The embossed ridge or a groove structure serve as masking structures for and ensuing flood exposure.

For the investigation of the photochemical reactions dependant on environmental process conditions, spectroscopic methods are used. The influence of additives or copolymerisation on photochemistry are studied using different homo- and copolymers. It can be shown that the dominating photochemical reactions are independent of the material used. During photolysis in ambient air, photooxidation products can be detected, which increase the absorption of the waveguides in the third optical window at 1550 nm. The second optical window at 1310 nm remains unaffected. The oxidation products can be avoided by exposing in an inert gas atmosphere or vacuum. A new process variant is achieved with respect to smaller irradiation doses, higher index contrast and higher thermal stability of the waveguides. It can be shown that the addition of bromium leads to higher index contrasts and higher glass transition temperatures of the waveguide materials.

For the development of an integrated optical sensor, which is based on immobilized living cells on the waveguide surface, first investigations for immobilization of living cells on the waveguide structures have been successfully carried out. Cell adhesion of L929 fibroblast on the photochemical modified region of test structures was demonstrated.

Furthermore the structuring of waveguides by masking with pre-embossed polymer substrates and following flood exposure was demonstrated. The approach using LIGA-techniques provide the opportunity to integrate the waveguides in a micro-optical bench. For demonstration, waveguides with passive fibre alignment structures have been successfully fabricated. The approach presented here provides the opportunities to have a mass fabrication process using replication technologies of a microoptical bench with integrated singlemode waveguides.

# INHALTSVERZEICHNIS

1	Einleitung.....	1
2	Vergleich der Herstellungsmethoden für polymere Wellenleiter .....	3
2.1	Fotolocking .....	4
2.2	Fotopolymerisation .....	6
2.3	Fotobleaching .....	6
2.4	Reaktives Ionenätzen (RIE) / Laserablation .....	7
2.5	Replikationstechnologien.....	8
2.6	Weitere Verfahren.....	8
2.7	Fotolyse .....	9
2.7.1	Fotolyse von Polymethylmethacrylat (PMMA) .....	9
2.7.2	Maskierungsmethoden .....	11
3	Theoretische Grundlagen optischer Wellenleiter .....	13
3.1	Filmwellenleiter .....	13
3.1.1	Stufenindex-Filmwellenleiter.....	13
3.1.2	Gradientenindex-Filmwellenleiter .....	17
3.2	Streifenwellenleiter .....	19
3.3	Beam Propagation Method (BPM-Verfahren).....	19
3.4	Gauß-Strahlen .....	20
3.5	Faser-Wellenleiterkopplung.....	21
3.6	Optische Verlustmechanismen in Polymerwellenleitern .....	22
3.6.1	Absorption.....	22
3.6.2	Streuung und Krümmungen.....	23
4	Messtechnik .....	24
4.1	Optische Messtechnik.....	24
4.1.1	Modenlinienspektroskopie .....	24
4.1.2	Bestimmung des Thermooptischen Koeffizienten und der Glasübergangstemperatur aus der Modenlinienspektroskopie .....	27
4.1.3	Nahfeldmessungen .....	28
4.1.4	Dämpfungsmessungen.....	29
4.2	Chemische Analyse .....	30
4.2.1	Optische Spektroskopie.....	30
4.2.2	Weitere Methoden .....	32
5	Optisches Design und numerische Simulation.....	34
5.1	Monomodegrenze und Übersprechen der Streifenwellenleiter.....	34
5.2	Koppelverluste .....	37
5.3	Y-Verzweiger .....	39
6	Untersuchung der Abhängigkeit fotolytischer Prozesse von Polymethylmethacrylat (PMMA) von äußeren Bedingungen.....	41
6.1	Experimenteller Aufbau .....	41
6.2	Materialien .....	42
6.3	Spektroskopische Untersuchungen.....	43
6.3.1	Einfluss von Additiven und Copolymerisation.....	43

6.3.2	Einfluss von Sauerstoff und Ozon .....	45
6.3.3	Elektrophile Addition von Halogenen .....	51
6.4	Untersuchung der Benetzbarkeit-, Oberflächenladungsdichte und Zelladhäsion .....	57
7	Optische Eigenschaften .....	61
7.1	Zeit- und Temperaturverhalten .....	61
7.1.1	Abhängigkeit der effektiven Brechzahlen von der Temperatur .....	66
7.2	Brechzahlprofilrekonstruktion nach dem inversen WKB-Verfahren .....	70
7.3	Vergleich mit universell berechneten Modendiagrammen .....	72
8	Herstellung und Prozessoptimierung von Streifenwellenleitern .....	73
8.1	Strukturierung mittels Chrommaske .....	73
8.1.1	Lichtmikroskopie .....	73
8.1.2	Nahfeldmessungen .....	75
8.1.3	Einfügedämpfung .....	78
8.1.4	Thermische Belastung .....	82
8.2	Strukturierung mittels vorgeprägten Substrat .....	83
8.2.1	Gestufte Substrate .....	86
8.2.2	Beschichtung .....	87
8.2.3	Maskenherstellung .....	88
8.2.4	Bestrahlungsparameter und Entwicklungszeiten für gestufte Formeinsätze .....	91
8.2.5	Ergebnisse der Formeinsatzherstellung und des Heißprägens .....	92
8.2.6	Optische Charakterisierung .....	96
9	Zusammenfassung und Ausblick .....	99
10	Literatur .....	102



## TABELLENVERZEICHNIS

Tab. 2-1:	Häufig bei ablativen Verfahren verwendete Polymere und deren Eigenschaften.	8
Tab. 3-1:	Absorptionsbanden im NIR nach [Buba93] und [Müll00].	23
Tab. 6-1:	Zuordnung der wichtigsten Absorptionsbanden bei Polymethylmethacrylat.nach [Humm91] und [Colo01].	49
Tab. 6-2:	Negative Oberflächenladungsdichte unbehandelter und UV-modifizierter Proben Lucryl G77 Q11, Bestrahlungsdosis 2.16 J/cm <sup>2</sup> .	59

## ABBILDUNGSVERZEICHNIS

Abb. 2-1	Schematische Darstellung des Fotolocking-Verfahrens.	5
Abb. 2-2	Schematische Darstellung der Zerfallswege von PMMA bei UV,- Röntgen-, Elektronen- und Protonenbestrahlung nach [Choi88].	10
Abb. 2-3	Schematische Darstellung der Abbildung über Chrommaske in einem PMMA	11
Abb. 2-4	Schematische Darstellung des Maskierungsverfahrens. Oben: Maskierung mittels einer Grubenstruktur [Schö97]. Unten: Maskierung mittels einer Rippenstruktur.	12
Abb. 3-1	Schematische Darstellung eines Filmwellenleiters.	13
Abb. 3-2	Beispiel eines B-V-Diagramms zur Darstellung der Ausbreitungsfähigkeit der Moden einer Filmwellenleiterstruktur nach [Unge92].	15
Abb. 3-3	Transversale Feldverteilung des E und H Feldes von TE-Moden.	17
Abb. 3-4	B-V-Diagramms einer Filmwellenleiterstruktur mit exponentielle abfallendem Brechungsindexprofil.	18
Abb. 3-5	Schematische Darstellung der Ausbreitung eines Gaußstrahls.	21
Abb. 4-1	Schematische Darstellung des Strahlengangs bei der Modenauskopplung an einem Prisma und Bild der Modenlinien und Substratübergang (Kontinuum) im Objektiv des Abbe-Refraktometers.	25
Abb. 4-2	Schematische Darstellung des Messaufbaus bei der Nahfeldmessung.	29
Abb. 4-3	Schematische Darstellung des Dämpfungsmessplatz	30
Abb. 5-1	Schematische Darstellung der möglichen Streifenwellenleiterstrukturen bei der in dieser Arbeit verwendeten Maskierung. (links, mitte) teilweise versenkter Streifenwellenleiter, (rechts) aufliegender Wellenleiter. Weiterhin sind die systembestimmenden Größen für Cut-off-Breite und Übersprechen zwischen den Wellenleitern bei den verwendeten Wellenleitertypen eingezeichnet.	34
Abb. 5-2	Effektive Modenbrechzahl in Abhängigkeit der Wellenleiterbreite für teilweise versenkten Gruben-Streifenwellenweiter.	36
Abb. 5-3	Effektive Modenbrechzahl in Abhängigkeit der Wellenleiterbreite für aufliegenden Streifenwellenweiter.	36
Abb. 5-4	Modenfeldverteilung der Grundmode für einen 7.5 µm breiten teilweise versenkten (links) und aufliegenden Streifenwellenleiter (rechts).	37
Abb. 5-5	Maximaler Einkopplungswirkungsgrad bei vertikalem Versatz $\delta x$ relativ zur Oberfläche. Die Wellenleiteroberfläche befindet sich bei $x=0$ .	38
Abb. 5-6	Einkopplungswirkungsgrad bei axialem Versatz $\delta z$ .	39
Abb. 5-7	Schematische Darstellung eines Y-Verzweigers.	40
Abb. 5-8	Verlustgrad in einem Arm eines symmetrischen Y-Verzweigers. Auf der Abszisse ist der Öffnungswinkel des Verzweigers dargestellt.	40

Abb. 6-1	Schematische Darstellung der Belichtungsapparatur.	42
Abb. 6-2	UV/VIS-Spektrum von 3.2 $\mu\text{m}$ PMMA 950K.	43
Abb. 6-3	Vergleich der UV/VIS-Spektren von 500 $\mu\text{m}$ dicken Folien PMMA..	44
Abb. 6-4	Vernetzungs- und Hauptkettenbruchsrate in Abhängigkeit der Zusammensetzung eines Copolymers aus Methylmethacrylat (MMA) und Methylacrylat (MA) nach [Gras88].	45
Abb. 6-5	UV/VIS-Spektrum von 3.2 $\mu\text{m}$ PMMA 950 K nach Bestrahlung an Luft.	47
Abb. 6-6	UV/VIS-Spektrum von 3.2 $\mu\text{m}$ PMMA 950 K nach Bestrahlung im Vakuum.	48
Abb. 6-7:	IR-Absorptionsspektrum von einer 1.8 $\mu\text{m}$ dicken PMMA 950K Schicht gemessen in Reflexion auf einem vergoldeten Si-Wafer.	48
Abb. 6-8	IR-Absorptionsspektrum von einer 1.8 $\mu\text{m}$ dicken PMMA 950 K Schicht nach Bestrahlung an Luft.	50
Abb. 6-9	IR-Absorptionsspektrum von einer 1.8 $\mu\text{m}$ dicken PMMA 950 K Schicht nach Bestrahlung unter Vakuum.	50
Abb. 6-10	Änderung der Absorption der Carbonylbande in Abhängigkeit der Bestrahlungsdosis.	51
Abb. 6-11	Raman Spektrum von einer 3.2 $\mu\text{m}$ dicken PMMA 950 K Schicht nach Bestrahlung unter Vakuum und Luft.	52
Abb. 6-12	Überblick über wichtige Additionsreaktionen	53
Abb. 6-13	Mechanismus der elektrophilen Bromaddition an eine Doppelbindung	54
Abb. 6-14	Konkurrenzreaktionen bei der Bromaddition in wässrigem oder alkoholischem Medium.	54
Abb. 6-15	Mögliche Reaktion nach der Bromierung: Lactonbildung	55
Abb. 6-16	UV/VIS-Spektrum von PMMA 950K nach Bestrahlung unter Vakuum mit einer Dosis 2.16 J/cm <sup>2</sup> und anschließender Bromierung in 0.1 % Bromwasser bei RT.	56
Abb. 6-17	IR-Absorptionsspektrum der Carbonylbande von PMMA 950K nach Bestrahlung unter Vakuum mit einer Dosis 2.16 J/cm <sup>2</sup> und anschließender Bromierung in 0.1 % Bromwasser bei RT.	56
Abb. 6-18	Advancing Kontaktwinkel für Lucryl G77 Q11 für verschiedene pH-Werte. Bestrahlungsdosis der modifizierten Oberflächen 2.16 J/cm <sup>2</sup> .	58
Abb. 6-19	Receding Kontaktwinkel für Lucryl G77 Q11 für verschiedene pH-Werte. Bestrahlungsdosis der modifizierten Oberflächen 2.16 J/cm <sup>2</sup> .	59
Abb. 6-20	Phasenkontrastmikrographie: Lebende Zellen (L929 Fibroblasten), die in UV-modifizierten Bereichen einer PMMA-Oberfläche haften und in unmodifizierten Bereichen nicht haften und beim Mediumwechsel entfernt werden.	60
Abb. 7-1	Temperzeitabhängigkeit von $N_{\text{eff}}$ für Lucryl G77 Q11 für eine Bestrahlungsdosis von 2.16 J/cm <sup>2</sup> bei 70°C.	62
Abb. 7-2	Lichtmikroskopische Aufnahme einer durch eine Chomquarz-Maske belichteten Wabenstruktur in Lucryl G77 Q11.	63
Abb. 7-3	Volumenschwund in Abhängigkeit der Auslagerbedingungen.	63
Abb. 7-4	Abhängigkeit von $N_{\text{eff}}$ für Lucryl G77 Q11 von der Bestrahlungsdosis für eine Wellenlänge von 633 nm.	64
Abb. 7-5	Abhängigkeit von $N_{\text{eff}}$ für Lucryl G77 Q11 von der Dosis für eine Wellenlänge von 1550 nm.	64
Abb. 7-6	Abhängigkeit von $N_{\text{eff}}$ für Lucryl G77 Q11 von der Dosis nach Auslagerung für 5 h in einer 0.1 % Br/H <sub>2</sub> O Lösung für eine Wellenlänge von 633 nm.	65

Abb. 7-7	Dispersionskurve der Effektiven Modenbrechzahlen und Substratbrechungsindex für Lucryl G77 Q11 nach einer Bestrahlzeit von 25.92 J/cm <sup>2</sup> .	66
Abb. 7-8	Abhängigkeit der Substratbrechzahl von der Temperatur für eine Wellenlänge von 633 nm.	67
Abb. 7-9	Abhängigkeit von $N_{\text{eff}}$ von der Temperatur für eine Wellenlänge von 633 nm.	68
Abb. 7-10	Glasübergangstemperatur in Abhängigkeit der Bestrahlungsdosis an Luft für Lucryl G77 Q 11 und Degalan.	69
Abb. 7-11	Glasübergangstemperatur in Abhängigkeit der Bestrahlungsdosis unter Vakuum und nach der Bromierung für Degalan.	70
Abb. 7-12	Aus der inversen WKB-Methode berechnete Brechungsindextiefenprofil bei 633 nm für verschiedene Bestrahlungsdosis.	71
Abb. 7-13	Vergleich der Brechzahltiefenprofile bei verschiedenen Wellenlängen bei einer Bestrahlungsdosis von 17.28J/cm <sup>2</sup> .	71
Abb. 7-14	Vergleich gemessener $N_{\text{eff}}$ mit universellen Modendiagrammen für eine rein exponentielle Profildfunktion mit einer Abklingkonstanten von 5 $\mu\text{m}$ . Die $N_{\text{eff}}$ Werte wurden bei 4 Wellenlängen gemessen: Dreiecke: 488 nm, Rauten 633 nm, Quadrate 1300 nm, Kreuze 1550 nm.	72
Abb. 8-1	Durchlicht-Mikroskopische Aufnahme eines Y-Verzweigers (links) und eines geraden Wellenleiters (rechts), die unterschiedlich prozessiert wurden.	74
Abb. 8-2	Nahfeldmessung eines 5.5 $\mu\text{m}$ breiten Wellenleiters bei $\lambda = 1550$ nm.	75
Abb. 8-3	Horizontale und vertikale Intensitätsverteilung eines 5.5 $\mu\text{m}$ breiten Wellenleiters.	75
Abb. 8-4	Horizontales und vertikales Modenprofil in Abhängigkeit der Bestrahlungsdosis unter Vakuum.	76
Abb. 8-5	Cut-off Bestrahlungsdosis in Abhängigkeit der Wellenleiterbreite und Prozessierung. Links: Unter Vakuum oder Luft hergestellter Wellenleiter. Rechts: Bromierte Wellenleiter.	77
Abb. 8-6	Nahfeldmessung bei $\lambda = 1550$ nm eines symmetrischen Y-Verzweigers. Wellenleiterbreite 5.5 $\mu\text{m}$ . Bestrahlungsdosis 12.96 J/cm <sup>2</sup> unter Vakuum.	77
Abb. 8-7	Einfügedämpfung bei 1550 nm in Abhängigkeit der Wellenleiterlänge und Breite.	78
Abb. 8-8	Transmissionsspektrum einer 500 $\mu\text{m}$ dicken Hesa©glas.	79
Abb. 8-9	Spektrale Einfügedämpfung 7.5 $\mu\text{m}$ breiter und 2.5 cm langer Wellenleiter Bestrahlungsdosis 12.96 J/cm <sup>2</sup> .	80
Abb. 8-10	Spektrale polarisationsabhängige Verluste für einen 13 mm langen, 5.5 $\mu\text{m}$ breiten Wellenleiter.	81
Abb. 8-11	Einfügedämpfung in beiden Armen eines Y-Verzweigers mit einem Öffnungswinkel von 2.5°.	81
Abb. 8-12	Polarisationsabhängige Verluste in beiden Armen eines Y-Verzweigers mit einem Öffnungswinkel von 2.5°.	82
Abb. 8-13	Einfügedämpfung bei 1550 nm von 7.5 $\mu\text{m}$ breiten Wellenleitern, die unter Vakuum bzw. durch zusätzliche Bromierung hergestellt wurde.	83
Abb. 8-14	Links: Formeinsatz mit Faserhalterung und Wellenleiter. Rechts: Vorgeprägtes Polymersubstrat.	83
Abb. 8-15	Schematische Darstellung der Seitenwandbestrahlung.	84
Abb. 8-16	Schematische Darstellung der Formeinsatzherstellung.	85
Abb. 8-17	Ausschnitt aus dem Maskendesign. Neben den eigentlichen optischen Strukturen (Faserhalterung, Wellenleiter) wurden in periodischen Abständen sogenannte Galvanik Hilfsstrukturen eingefügt	90

Abb. 8-18	REM-Aufnahme von Faserhaltestrukturen und Wellenleitern des Formwerkzeugs für Grubenstrukturen	92
Abb. 8-19	Abgeformte Faserhaltestruktur mit Wellenleiter.	93
Abb. 8-20	Abgerissene Verzweigerspitze: (links) Formeinsatz; (rechts) abgeformter Verzweiger.	93
Abb. 8-21	Abgeformte Verzweigerspitze unter Verwendung von Trennmittel.	94
Abb. 8-22	direktlithographisch hergestellte Rippenwellenleiter mit Faserhaltestruktur.	94
Abb. 8-23	direktlithographisch hergestellter Y-Verzweiger	94
Abb. 8-24	Formwerkzeug für Rippenwellenleiter mit Faserhaltestruktur. Links: ungestuftes Formwerkzeug. Rechts: gestuftes Formwerkzeug.	95
Abb. 8-25	Abgeformte gestufter Formeinsatz: Faserhaltestruktur mit Rippenwellenleiter.	96
Abb. 8-26	Nahfeldmessung eines 7.5 $\mu\text{m}$ breiten Welleleiters der mittels einer Grubenstruktur (links) und Rippenstruktur (rechts) maskiert wurde.	97
Abb. 8-27	Nahfeldmessung eines symmetrischen Y-Verzweigers. Wellenleiterbreite 5.5 $\mu\text{m}$ der mittels einer Grubenstruktur maskiert wurde	97
Abb. 8-28	Einfügedämpfung in Abhängigkeit der Wellenleiterlänge und Breite bei der Grubenstruktur.	98

# 1 Einleitung

In den letzten 20 Jahren hat die optische Datenübertragungstechnik stetig an Bedeutung gewonnen. In der modernen Übertragungstechnik können mit steigender Datenrate Kupfer-Koaxialkabel die Anforderungen nicht mehr erfüllen. Während bis vor einigen Jahren noch Datenraten von einigen kbit/s ausreichend waren, erfordern heutige Anwendungen mehrere Gbit/s in den Fernnetzen. Den Ausweg brachte die Glasfaser mit sehr viel höheren Übertragungsbandbreiten bei niedriger Dämpfung. Nachdem sich die optische Übertragungstechnik auf Fernstreckenverbindungen fast überall durchgesetzt hat, ist sie jetzt auch im Mittel- und Kurzstreckenbereich (LANs) auf dem Vormarsch [Kemp98]. Eine vergleichbare Bedeutung werden in Zukunft die optischen Inhouse-Netze zum Anschluss von breitbandigen Endgeräten (Fiber to the deskop, FTDD) erlangen. Ein weiterer stark wachsender Anwendungsbereich für optische Übertragungstechniken ist die optische Verbindung innerhalb von Systemen, wie für Inter- und Intra-board-Verbindungen [Voge02]. Die erwartete Netzentwicklung und der breit gefächerte Einsatz optischer Übertragungstechniken sind eng verknüpft mit der Entwicklung und Verfügbarkeit der erforderlichen optischen Komponenten. Die Realisierung dieser Netzwerke erfordert somit nicht nur die Bereitstellung entsprechender Glasfasernetze, sondern auch die Bereitstellung geeigneter integriert-optischer Komponenten, die z.B. ein Verteilen, Schalten, Filtern etc. der Signale gewährleisten. Die Herstellung solcher Komponenten erfordert eine Fertigungstechnik, die eine Massenproduktion erlaubt. Eine besondere Rolle spielt hierbei auch die optische Aufbau- und Verbindungstechnik, deren Kosten in der Regel den überwiegenden Teil der Gesamtkosten eines Bauelementes ausmachen.

Neben der optischen Übertragungstechnik hat auch der Bereich der integriert optischen chemischen Sensorik in den letzten Jahren zunehmendes Interesse geweckt [Proc96]. Es haben sich hierbei eine Vielzahl von Spezialgebieten herauskristallisiert. Integriert optische Sensoren finden vor allem Anwendung in Umweltanalytik, Biomedizin und Prozesstechnik [Inge93]. Die Entwicklung von chemischen Sensorsystemen als schnelle und reversible Sensoren zur kontinuierlichen und insbesondere zeitnahen Kontrolle und Überwachung in gasförmiger oder flüssiger Phase ist hierbei von fundamentaler Bedeutung. Im Bereich der Umweltanalytik steht nicht zuletzt durch das gesteigerte öffentliche Interesse, die Kontrolle und Überwachung von Schadstoffen in Luft, im Wasser und Boden im Vordergrund. Geeignete und zuverlässige Analysenmethoden insbesondere für die Bestimmung von organischen Molekülen sind von zentraler Bedeutung. Im Bereich Biologie eignen sich integriert optische Sensoren auch für die Überwachung von Zellkulturen oder zur Prozesskontrolle/Überwachung anderer biologischer Bausteine wie Enzyme oder Antikörper [Bryn02]. Wie für die optische Übertragungstechnik spielen für die Herstellung von integriert optischen Sensoren und Sensorsystemen neben der einfachen Herstellung der optischen Komponenten auch die zuverlässige und kostengünstige Aufbau- und Verbindungstechnik eine entscheidende Rolle.

Bei der optischen Übertragung kann man im wesentlichen zwischen zwei Übertragungstechniken unterscheiden, der Monomode- und der Multimodetechnik. Während die Erstere den Vorteil hat, die größtmögliche Bandbreite zur Verfügung zu stellen, so liegen die Vorteile bei der Letzteren in der einfachen Handhabung aufgrund der größeren geometrischer

Abmessungen. Für integriert optischen Sensoren kommen vor allem monomodige Wellenleiter aufgrund der Größeren Empfindlichkeit gegenüber dem Analyten zum Einsatz.

Heutzutage sind integriert optische Komponenten aus vielen Materialsystemen wie Glas, Silizium, Halbleitern, ferroelektrischen Kristallen herstellbar. Die Prozessschritte sind hierbei jedoch sehr aufwendig und teuer. Für eine Verbreitung der integriert optischen Komponenten im Bereich Übertragungstechnik und Sensorik ist es daher notwendig einfache Herstellungsverfahren mit kostengünstigen Materialien für die benötigten optischen Komponenten zu haben. Hier eignen sich Polymere insbesondere dieser Aufgabe gerecht zu werden.

Ziel dieser der Arbeit ist daher die Entwicklung einer neuen, massenfertigungsfähigen Herstellungstechnologie für passive, integriert optische Komponenten auf Basis polymerer Werkstoffe. Da weiterhin die kostengünstige Faser-Chip Kopplung eine entscheidende Rolle spielt, soll diese Herstellungstechnologie die Möglichkeit einer passiven Kopplung gewährleisten. Neben der Charakterisierung, Qualifizierung und Optimierung der Herstellung monomodiger Wellenleiter sollen aus den messtechnisch gewonnenen Erkenntnissen Schlussfolgerungen für das Potenzial dieser Herstellungstechnologie für den Einsatz im Bereich Telekommunikation und Sensorik gezogen werden.

Die Arbeit gliedert sich hierbei wie folgt: In Kapitel 2 wird eine Übersicht über bestehende Herstellungsverfahren für integriert optische Komponenten aus Polymeren gegeben. Kapitel 2.7 beschreibt das in dieser Arbeit verwendete Herstellungsverfahren. In Kapitel 3 wird der für die optische Charakterisierung, Design-Berechnung und Optimierung der wellenleitenden Strukturen notwendige theoretische Hintergrund dargestellt. In Kapitel 4 wird die für die optische Charakterisierung der Wellenleiter und für die Materialcharakterisierung verwendete Messtechnik beschrieben. Kapitel 5 gibt einen Überblick über das Design der verschiedenen Streifenwellenleitertypen und damit realisierter passiver Y-Verzweiger aufbauend auf Simulationsergebnissen. Weiterhin werden die zu erwartenden optischen Eigenschaften angegeben. Kapitel 6 und 7 beinhaltet die Materialcharakterisierung des für die Herstellung der Wellenleiter verwendeten Materials. Kapitel 8 beschreibt die Strukturierung, optische Charakterisierung und Prozessoptimierung von Streifenwellenleitern. Weiterhin wird zur Demonstration der Realisierbarkeit passiver integriert optischer Basiskomponenten ein Verzweiger entwickelt. In Kapitel 9 wird eine Zusammenfassung der Ergebnisse und Ausblicke aufgezeigt.

## 2 Vergleich der Herstellungsmethoden für polymere Wellenleiter

Ein herausragender Vorteil polymerer Werkstoffe gegenüber anderen anorganischen optischen Materialien wie Glas, III-V-Halbleitern, Silizium oder ferroelektrischen Kristallen ist die Anpassungsmöglichkeit an genau definierte Anforderungen und Produktionsprozesse. Die vergleichsweise einfache Mikrostrukturierbarkeit erlaubt weiterhin eine wirtschaftliche Fertigung für eine Massenproduktion. Abhängig vom Materialsystem existieren jedoch nur wenig Standardprozesse zur Herstellung von Komponenten. Ein Überblick über sämtliche Herstellungsverfahren muss wegen der großen Anzahl von Methoden unvollständig bleiben. Um die Vor- und Nachteile der in dieser Arbeit verwendeten Herstellungsmethode und Materialien im Vergleich mit anderen beurteilen zu können, sollen hier aber einige grundlegende Verfahren erwähnt werden, bevor eine ausführliche Beschreibung des in dieser Arbeit verwendeten Herstellungsverfahrens erfolgt.

Grundvoraussetzung für die Wellenleiterherstellung ist die Realisierung einer Film- oder Streifenstruktur in einem Material mit hohem Brechungsindex umgeben von einem niederbrechenden Material (siehe Kapitel 3.1 und 3.2). Für die Materialauswahl bzw. Wahl der Methoden zur Einstellung der Brechzahlen erweist es sich als nützlich, über die Lorentz-Lorenz-Beziehung eine Möglichkeit der Abschätzung der Brechzahl zu haben [Meet83], [Kreve90]. Die Lorentz-Lorenz-Beziehung (2.1) liefert hierbei einen Zusammenhang zwischen Realteil des Brechungsindex und der chemischen Zusammensetzung der Materials.

$$R_m = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \cdot \frac{M}{\rho} = \frac{N_A}{3\varepsilon_0} \cdot \alpha_e \quad (2.1)$$

Hierbei ist  $R_m$  die molare Refraktion,  $\alpha_e$  die Elektronenpolarisierbarkeit,  $M$  die Molmasse des Monomers,  $\rho$  die Dichte des Stoffes,  $N_A$  die Avogadrokonstante und  $\varepsilon_0$  die Dielektrizitätskonstante. Der Brechungsindex ist demnach nur abhängig von dem Verhältnis zwischen der molaren Refraktion und dem über die Atomradien definierten molaren Volumen pro Struktureinheit  $V = M / \rho$ .

$$n = \sqrt{\frac{1 + 2 \frac{R_m}{V}}{1 - \frac{R_m}{V}}} \quad (2.2)$$

Somit stehen mehrere Mechanismen zur Modifikation/Anpassung der Brechzahl zu Verfügung, die dabei eine oder mehrere Größen in Gleichung (2.1) unterschiedlich stark ändern:

- Änderung der molaren Refraktion  $R_m$

- Änderung der Molvolumens

Eine qualitative Abschätzung des Verhalten des Brechungsindex bei Änderung der oben genannten Parameter kann mit den in [Krewe90] theoretisch berechneten molaren Refraktionen vorgenommen werden.

Die im Folgenden vorgestellten Herstellungstechnologie und Materialien sind nach Kriterien der mikrotechnischen Bearbeitung gegliedert, der Einsatzbereich und die Anwendungsgebiete spielen hierbei eine untergeordnete Rolle. Eine grobe Einteilung der Verfahren ist dabei gegeben durch Verfahren, die auf fotochemischen Reaktionen basieren, ablativen oder Ätzverfahren oder Verfahren, die Replikationstechnologien verwenden. Zusammenfassend gibt es somit 3 Klassen von Verfahren, die eine Herstellung von Wellenleitern aus Polymeren ermöglichen.

- Fotochemische Strukturierung: Fotolocking, Fotopolymerisation, Fotolyse
- Ablative-/Ätzverfahren: Laserablation, Reaktives Ionenätzen (RIE)
- Replikationsverfahren: Spritzgießen, Heißprägen, Spritzprägen

Bei der Realisierung von integriert optischen Komponenten sind auf der Fertigungs- und Werkstoffseite spezielle Anforderungsprofile zu erfüllen. Die Werkstoffeigenschaften in Verbindung mit der Fertigungstechnologie definieren maßgebend den Einsatzbereich der optischen Komponente. So muss beispielsweise das für einen integriert optischen chemischen Sensor in Frage kommende Material neben idealen optischen Eigenschaften (hohe Transparenz, geeigneter Brechungsindex) eine möglichst selektive Empfindlichkeit gegenüber der zu analysierenden Substanz vorweisen, chemisch inert sein sowie eine hohe Resistenz gegenüber anderen äußeren Einflüssen haben. Von großem Vorteil ist die Möglichkeit, verschiedene Materialparameter, wie z.B. Brechungsindex oder Sensitivität, für vorgesehene Anwendungen gezielt anpassen zu können. So lässt sich die ohnehin schon große Vielfalt polymerer Materialien etwa durch die variable Einstellung von Vernetzungsgraden oder durch den gezielten Einbau optisch funktioneller Moleküle (z.B. Farbstoffe) noch steigern. Im Bereich Telekommunikation werden weiterhin hohe Beständigkeit gegenüber Temperatur und chemischen Einflüssen sowie isotrope optische Eigenschaften gefordert.

### 2.1 Fotolocking

Die wohl am häufigsten in der Literatur beschriebene Methode zur Modifizierung des Brechungsindex ist das Fotolocking. In Abb. 2-1 ist das Fotolocking-Verfahren schematisch dargestellt. Fotolocking ist ein Verfahren, bei dem das Substrat mit einer Polymermatrix, die einen hohen Anteil Monomer und Photoinitiator (Dotierstoff) enthält, beschichtet wird. Durch selektive Belichtung wird nun die lichtwellenleitende Struktur hergestellt. Die Polymerisation des Photoinitiators mit dem gelösten Monomer in einer Polymermatrix oder die Vernetzung oder Anbindung der Polymermatrix an den Photoinitiator führt hierbei zu einem Polymer mit



höherem Brechungsindex. Anschließend werden alle flüchtigen Produkte (nicht reagierter Photoinitiator oder Monomer) ausgetrieben. Aus den unbelichteten Bereichen wird das Material nicht entfernt. Durch Einbau des Fotoinitiators in das Polymer können in Abhängigkeit vom Fotoinitiator verschiedene Brechzahländerungen realisiert werden. Abschließend kann ein Cladding aufgebracht werden.

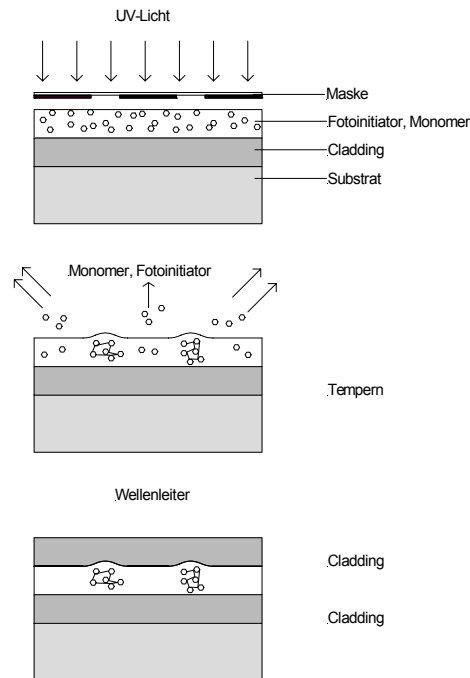


Abb. 2-1 Schematische Darstellung des Fotolocking-Verfahrens.

Diese Möglichkeit der Herstellung von optischen Wellenleitern wird schon über einen längeren Zeitraum angewendet [Chan74] und ist kommerziell unter dem Namen Polyguide<sup>TM</sup> (eingetragenes Warenzeichen der Fa. Dupont) bekannt [Horn92] [Boot89], [Boot90], [Boot95]. Das Verfahren eignet sich sowohl für die Herstellung monomodiger als auch multimodiger Wellenleiter. Multimodige Wellenleiter werden z.B. in Verbindung bei der Realisierung von optischen Backplane-Verbindungen eingesetzt [Liu96]. Für praktische Anwendung hat sich gezeigt, dass nur sehr wenige Dotierstoffe (Fotoinitiatoren) einen ausreichenden Brechzahlhub verursachen [Horn92], [Fran84]. Da weiterhin sehr hohe Konzentrationen dieser Fotoinitiatoren benötigt werden, ist eine spätere Eindiffusion in das auspolymerisierte Substrat für praktische Anwendungen nicht ausreichend. Als Substratmatrix wird oftmals Polymethylmethacrylat (PMMA) aufgrund seiner geringen Kristallisationsneigung und hohen Löslichkeit für verschiedene Monomere und Photoinitiatoren verwendet. Hierbei haben sich vor allem Ketone und Benzoinerivate als Photoinitiatoren bewährt [Horn92]. Die Brechzahlmodifikation bei diesen Methoden wird sowohl durch die Änderung der Dichte als auch durch Änderung der molaren Refraktion bewirkt. Der Brechzahlhub liegt in der Größenordnung  $\Delta n = 10^{-2} - 10^{-3}$  und ist somit für schwach führende wellenleitende Strukturen ausreichend. Die Wandrauheit dieser Verfahren ist sehr gering und liefert somit optische Strukturen sehr hoher Güte. Hergestellt wurden mit dieser Technologie thermooptische Schalter auf Basis von Benzildimethylketal/Polymethylmethacrylat. Die Dämpfungswerte liegen bei 0.3 dB/cm bei 1.31  $\mu\text{m}$  und 0.8 dB/cm bei 1.55  $\mu\text{m}$  [Keil96].

## 2.2 Fotopolymerisation

Selektive Polymerisation zählt definitionsgemäß nicht zu den Fotolocking-Verfahren, da hier eine homogene Monomer- bzw. Oligomerschicht selektiv polymerisiert wird und keine Polymermatrix. Durch Aufschleudern eines Präpolymers und Fotoinitiators können Rippenwellenleiter durch Fotopolymerisation über eine Maske oder mittels UV-Laserstrahl erzeugt werden. Aus den unbelichteten Bereichen wird das Material anschließend mit Lösungsmittel entfernt. Die spätere Abdeckung mit Claddingmaterial ist möglich. In [Elda96] wurden mittels laserinduzierter Fotopolymerisation in stark vernetztem Polyacrylat einmodige Wellenleiter hergestellt, die Dämpfungswerte von 0.44 dB/cm bei 1.55  $\mu\text{m}$  besaßen. In [Naka94], [Phel97] wurde auf Di-/Tri-Acrylaten mittels Maskenbelichtung einmodige Wellenleiter mit Dämpfungswerten von 0.56 dB/cm bei 1.31  $\mu\text{m}$  hergestellt. Als Basis einer neuen Materialentwicklung für die Anwendung in thermooptischen Schaltern werden Ormocer<sup>TM</sup> (anorganisch-organisches Hybridpolymer, Warenzeichen/Dienstleistungsmarke der Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der angewandten Forschung e.V., München) eingesetzt. Dieses kann in einem organischen Lösungsmittel gelöst und aufgeschleudert werden. Eine selektive UV-Belichtung führt zur Vernetzung des Hybridpolymers. Für die Herstellung der Wellenleiter sind sowohl Maskenbelichtungsverfahren als auch Reaktionsgussverfahren beschrieben [Rösc00]. Dämpfungen für einmodige Wellenleiter liegen bei 0.32 dB bei 1.32  $\mu\text{m}$  und 0.66 dB bei 1.55  $\mu\text{m}$ . Durch Einbau photosensitiver Gruppen sind Polyimide entwickelt worden, deren Vernetzungsgrad durch UV-Beleuchtung variabel eingestellt werden. Ihre ausgeprägten Wechselwirkung mit polaren Molekülen und der damit verbundene Einfluss auf die dielektrischen Eigenschaften führte zu verschiedenen Anwendungen in der optischen Sensorik [Podg99].

## 2.3 Fotobleaching

Beim Fotobleaching wird die aufgebrachte Schicht, die fotosensitives, farbstoffdotiertes Material enthält, durch eine Maske belichtet. Außerhalb der Lichtleiter wird durch fotochemische Prozesse die Brechzahl des Materials abgesenkt. Die nicht bestrahlten Bereiche können somit als Wellenleiter genutzt werden. Materialien, die diesen Effekt zeigen, sind nichtlineare optisch aktive Polymere. Die für die nichtlinearen Eigenschaften verantwortlichen Farbstoffe sind entweder über sogenannte Spacer direkt an die Polymerhauptkette gebunden (side-chain polymers), oder in der Polymermatrix gelöst (guest-host polymers) [Heeg88]. Typische nichtlinear optische Verbindungen sind Polyacetylene, Polydiacetylene, Polythiophene und Polyphenyle. Der zugrundeliegende Effekt der strahlungsinduzierten Brechzahlerniedrigung ist hierbei noch nicht aufgeklärt [Jöhn00]. In [Diem96] wurden Wellenleiterdämpfungen von 0.8 dB/cm bei 1.31  $\mu\text{m}$  erreicht. Komponenten, die auf Basis dieser Technologie hergestellt wurden, sind Modulatoren, Verzweiger, Mach-Zehnder-Interferometer und elektrooptische Schalter [Möhl94], [Less96]. Als problematisch erweist sich jedoch die Stabilität der nichtlinear optischen Eigenschaften [Man92], [Less96].

## 2.4 Reaktives Ionenätzen (RIE) / Laserablation

Das wohl am häufigsten eingesetzte Verfahren zur Herstellung von Wellenleitern ist das Reaktive Ionenätzen (engl. Reactive ion etching, RIE). Bei diesem anisotropen Trockenätzprozess wird in einem Sauerstoffplasma ein Polymerschichtsystem mit Hilfe einer Maske strukturiert. Die Betriebsparameter des Sauerstoffplasmas müssen so gewählt werden, dass eine sehr hohe Selektivität der Ätzraten der einzelnen Komponenten des Schichtsystems besteht. Die große Anzahl von Kombinationen an Materialien, die auf diese Weise strukturiert werden können, macht dieses Verfahren sehr weit verbreitet. Weiterhin ermöglicht die Integration dieser Technologie in bestehende Technologien der Halbleiterindustrie eine monolithische Integration von elektrischen und optischen Komponenten, wie sie beispielsweise in optischen Backplane-Anwendungen benötigt werden. Polymere, die mittels RIE häufig strukturiert wurden, sind die hochtemperaturstabilen fluorierten Polyimide [Koba98], Benzocyclobutene (BCB) [ECIO01], Perfluorocyclobutan (PFCB) [Bern02], [Sieb01]. BCB und PFCB sind von Dow Chemical für die Elektroindustrie entwickelte Coatingpolymere, die eine Glasübergangstemperatur  $> 350^{\circ}\text{C}$  besitzen. Eine weitere Möglichkeit der ablativen Strukturierung sind direktbeschreibende Verfahren mittels Laser. Da dies jedoch serielle Verfahren sind, eignen sie sich nicht für eine Massenproduktion. In Tab. 2-1 sind häufig verwendete kommerzielle Polymere zusammengestellt.

Polymer	Firma	Dämpfung monomode Wellenleiter [dB/cm]	$\lambda$ [μm]	Strukturierung	Andere Eigenschaften
Fluorierte Polyimide	NTT	TE: 0.3 TM: 0.7	1.31	RIE	Doppelbrechend hochtemperaturstabil
Polyetherimide	General Electric	0.24	0.83	RIE, Laserablation	hochtemperaturstabil, stabil gegen chemisch Einflüsse
Polytetrafluorovinylether CYTOP	Asahi Glass	< 0.3    0.2	1.31 1.55	RIE	hochtemperaturstabil
Benzocyclobutene BCB	Dow Chemical	0.3 - 0.4 1.3 - 1.5	1.31 1.55	RIE	hochtemperaturstabil, stabil gegen chemisch Einflüsse
Perfluorocyclobutan PFCB	Dow Chemical	0.3    0.3	1.31 1.55	RIE	hochtemperaturstabil, stabil gegen chemisch Einflüsse

Halogenierte Acrylate	Corning	0.01 0.06 0.2	0.84 1.3 1.55	RIE, Laserablation	stabil gegen chemische Einflüsse, niedrige Doppelbrechung
-----------------------	---------	---------------------	---------------------	-----------------------	---

Tab. 2-1: Häufig bei ablativen Verfahren verwendete Polymere und deren Eigenschaften.

## 2.5 Replikationstechnologien

Eine weitere Herstellungsmethode für Wellenleiter sind die Replikationstechnologien Heißprägen, Spritzprägen, Spritzguss und Reaktionsspritzguss. Die Wellenleiterherstellung erfolgt hierbei durch Befüllen von vorgeprägten Gruben mit einem höherbrechenden Material. Ein entscheidender Vorteil dieser Technologien besteht in der Möglichkeit, Faserführungsstrukturen gleichzeitig mit den Wellenleiterstrukturen herzustellen. Dadurch kann die aufwändige und teure aktive Justage von Glasfasern entfallen und durch eine einfache passive Montage ersetzt werden. Die Herstellung des Formwerkzeuges kann dabei mit unterschiedlichen Technologien erfolgen. Neyer et al. haben einmodige Wellenleiter auf Basis spritzgegossener oder heißgeprägter Substrate in verschiedenen Materialsystem realisiert [Jöhn00], [Kave01], [Knoc97], [Müll00]. Die Herstellung des Abformwerkzeuges erfolgt hierbei mit dem SIGA-Verfahren (**S**ilizium-**G**alvanik-**A**bformung). Hierbei wird eine Silizium-Urform mittels nasschemischen und anisotropem Trockenätzverfahren hergestellt. Aus der Silizium-Urform wird schließlich durch einen Nickelgalvanikprozess das Formwerkzeug hergestellt. Ebenfalls in einer vergleichbaren Technologie der Herstellung des Formwerkzeuges sind in [Krag98] und [Rösc00] mittels Reaktionsguss von Polymethylmethacrylat und Ormoceren einmodige Wellenleiter hergestellt worden. Ein etwas anderes Verfahren zur Abformwerkzeugherstellung, das auch in dieser Arbeit zur Vorstrukturierung von Polymersubstraten verwendet wird, ist das LIGA-Verfahren (Röntgentiefenlithographie **G**alvanik **A**bformung). In [Paat98] wird die Herstellung eines passiven Y-Verzweigers auf Basis des LIGA-Verfahrens beschrieben. Als Substratmaterial diente hierbei Polymethylmethacrylat, als Kernmaterial wurden unterschiedliche Epoxidharze bzw. verschiedenen Acrylate verwendet.

## 2.6 Weitere Verfahren

Das Auffüllen von in Silizium geätzten und mit Cladding-Material beschichteten Gruben mit höherbrechenden Polymeren wird in [Moss98] beschrieben. Durch direkt schreibende Verfahren mit Excimerlaser oder Elektronenstrahlolithographie werden vor allem in Polyimide Brechzahlstrukturen eingeschrieben [Keil92], [Eins96]. Da Laserschreiben und Elektronenstrahlschreiben jedoch serielle Verfahren sind, werden wenn möglich maskenabbildende Verfahren benutzt. Ausnahme bildet hier die holographische Herstellung von Phasengittern [Horn92].

## 2.7 Fotolyse

Der Anspruch der in vorliegender Arbeit erarbeiteten Herstellungsmethode liegt insbesondere darin, im Vergleich zu bestehenden Herstellungstechnologien, Wellenleitermodule für Sensorik und Telekommunikation mit ähnlicher Leistung, wie in obigen Verfahren beschrieben, herzustellen, allerdings deutlich kostengünstiger und unter Vereinfachung des Herstellungsprozesses. Technologisch basiert dieser Prozess auf der lokalen Veränderung der dielektrischen Eigenschaften einer Polymeroberfläche durch ionisierende Strahlung [Fran96], [Schö95]. Die Strahlung verursacht hierbei eine Brechzahlerhöhung, die man für die Wellenführung nutzen kann. Durch gezielte Anwendung von fotochemischen Prozessen können weiterhin andere physikalische und chemische Eigenschaften der Polymeroberflächen gezielt verändert werden. Die Option der gewünschten Einstellung von Materialeigenschaften mittels ionisierender Strahlung in der Mikrotechnik kombiniert mit Herstellungsverfahren der Mikrotechnik, insbesondere den Replikationstechniken, stellt hierbei eine wesentliche Prozessvereinfachung dar.

### 2.7.1 Fotolyse von Polymethylmethacrylat (PMMA)

Die Veränderung der dielektrischen Eigenschaften durch ionisierende Strahlung bei Polymethylmethacrylat (PMMA) wurde erstmals in [Toml70] beschrieben. Die Mechanismen, die zu einer chemischen Reaktion führen und somit eine Brechzahlerhöhung hervorrufen, sind abhängig von der Art und Energie der einfallenden Strahlung. In Abb. 2-2 sind die dominierenden Zerfallsreaktionen nach [Choi88] skizziert. UV-Licht mit einer Energie von ca. 5 eV ( $\cong$  ca. 250 nm) führt hierbei zu einer  $n \rightarrow \pi^*$  Anregung an der Carbonylgruppe der Esterseitenkette. Im Gegensatz hierzu lösen Röntgenquanten oder hochenergetische Teilchen mit einer Energie im keV-Bereich über den Photoeffekt hochenergetische Photo- und Auger-Elektronen aus, die ihre Energie nach und nach auf andere Molekülbausteine und Elektronen übertragen können, die ihrerseits zu weiteren Anregungen in der Lage sind, bis sie thermische Energien haben. In allen Fällen kann die elektronische Anregung zum Bruch einer chemischen Bindung führen. Der dominierende strahlungsinduzierte Prozess ist bei allen Strahlungsarten die Abspaltung der Esterseitenkette, die durch weitere Aufspaltung in kleinere leicht flüchtige Fragmente wie  $\text{CH}_4$ ,  $\text{CH}_3\text{OH}$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{CO}$  [Choi88], [Jell78], [Woch00] zerfallen kann. Das bei allen Reaktionswegen zurückbleibende Alkyl-Radikal wird entweder durch Wasserstoffabstraktion und Ausbildung einer ungesättigten C=C-Doppelbindung in der Hauptkette oder mittels eines Hauptkettenbruchs abgebaut. Der bei der Bildung der C=C Doppelbindung frei werdende Wasserstoff rekombiniert mit der abgespaltenen Esterseitenkette zu Ameisensäuremethylester ( $\text{HCO}_2\text{CH}_3$ ). Das beim Hauptkettenbruch übrigbleibende Radikal kann ebenfalls mit anderen Radikalen zu stabileren Molekülen reagieren. Im Gegensatz zu Teilchen- oder Röntgenstrahlung führt bei UV-Bestrahlung fast jede Abspaltung einer Esterseitengruppe zur Ausbildung einer Doppelbindung in der Hauptkette, wohingegen bei Teilchen- oder Röntgenstrahlung der Hauptkettenbruch den weiteren Zerfallsmechanismus dominiert [Choi88], [Waal97]. Moore et al. charakterisierten die Struktur der ungesättigten C=C-Doppelbindungen mit  $\text{H}^1$  und  $\text{C}^{13}$  NMR Spektroskopie [Moor91]. Das Verhältnis von Vinyliden- ( $>\text{C}=\text{CH}_2$ ) zu Vinylengruppen ( $-\text{CH}=\text{CH}-$ ) betrug hierbei 9:1. Als Hauptursache für die Brechzahlerhöhung wird die Veränderung der Dichte und der molaren Refraktion durch die Fotolyse angesehen [Schö96].

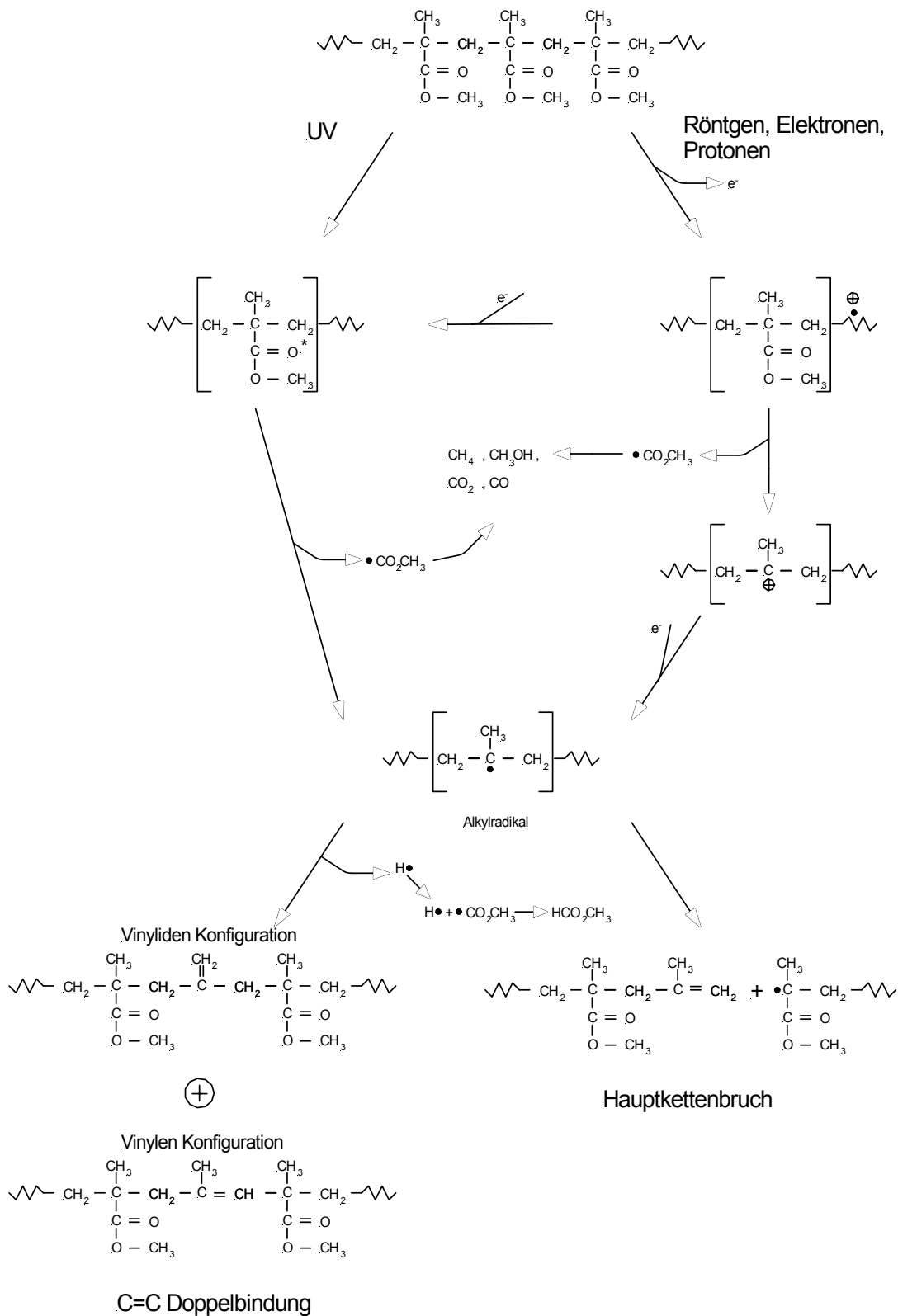


Abb. 2-2 Schematische Darstellung der Zerfallswege von PMMA bei UV,- Röntgen-, Elektronen- und Protonenbestrahlung nach [Choi88].

## 2.7.2 Maskierungsmethoden

Für die Strukturierung von Streifenwellenleitern werden in dieser Arbeit zwei Methoden verwendet. Bei der Ersten erfolgt die laterale Strukturierung der Wellenleiter über eine Chrommaske. Als Substrat können hierbei aufgeschleuderte dünne PMMA-Filme auf einem niederbrechenden Trägersubstrat oder Halbzeuge in Form von Platten dienen.

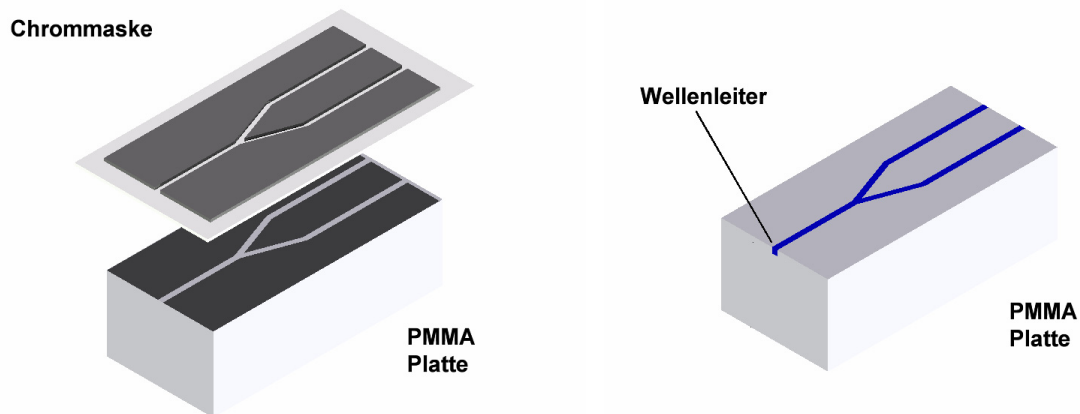


Abb. 2-3 Schematische Darstellung der Abbildung über Chrommaske in einem PMMA Halbzeug.

Da bei der Herstellung von Wellenleitern neben der einfachen Herstellung der integriert optischen Komponenten auch die zuverlässige und kostengünstige Aufbau- und Verbindungstechnik eine entscheidende Rolle spielt, wurde eine zweite Maskierungsmethode bereitgestellt. Diese Methode gewährleistet die Integration der Wellenleitern innerhalb einer mikrooptischen Bank und somit die Möglichkeit zum passiven Ankoppeln von Glasfaser. Abb. 2-4 zeigt schematisch das Maskierungsverfahren. Hierbei wird durch die LIGA-Technik das Polymer vorstrukturiert, um es gleichzeitig für eine anschließende planare Bestrahlung zu maskieren. Besitzen die aufgeprägten Gräben bzw. Rippen eine ausreichend Tiefe, so ist ein Überkoppeln durch die evaneszenten Felder zu den an der Oberfläche liegenden Wellenleitern nicht mehr möglich.

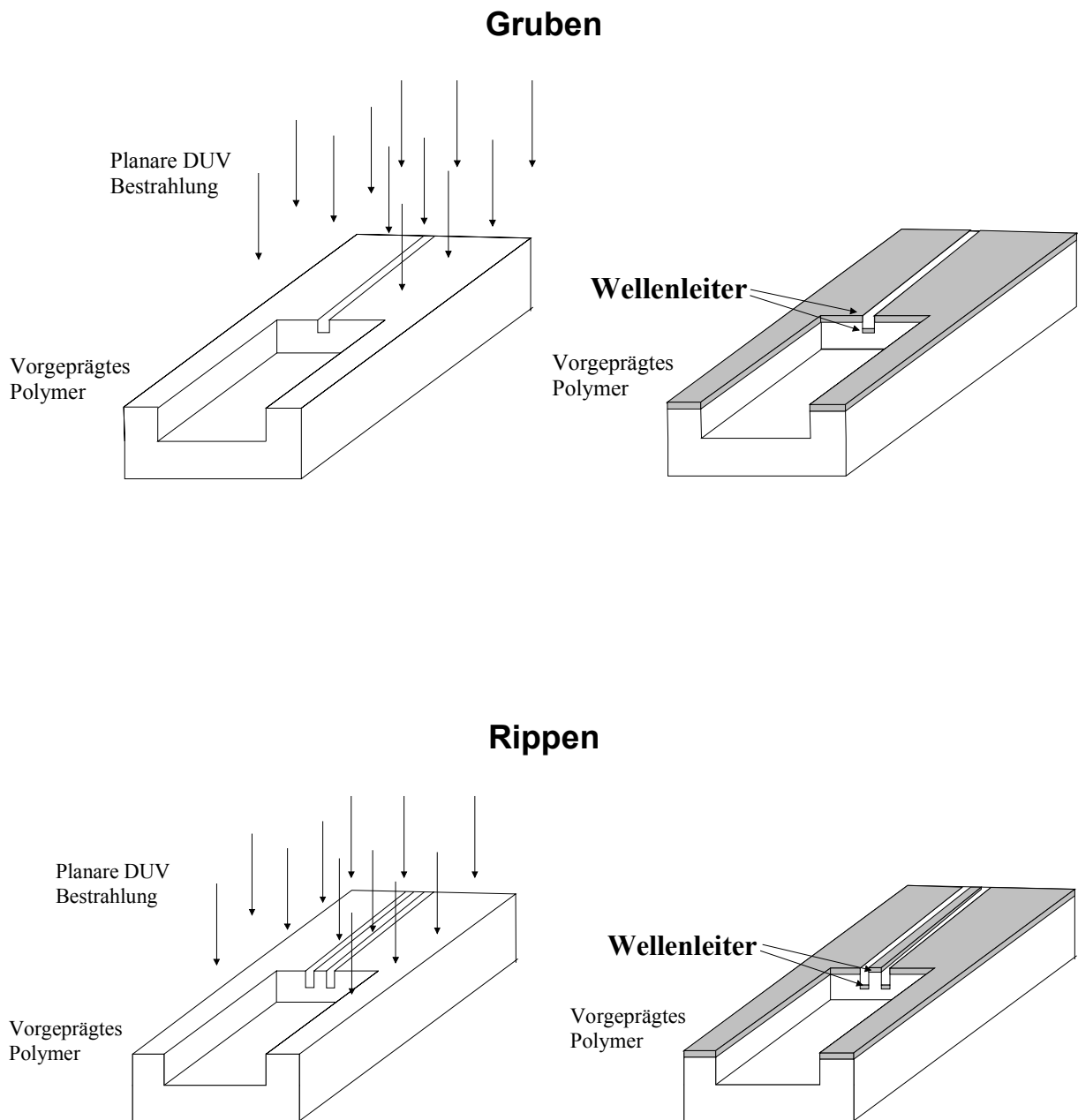


Abb. 2-4 Schematische Darstellung des Maskierungsverfahrens. Oben: Maskierung mittels einer Grubenstruktur [Schö97]. Unten: Maskierung mittels einer Rippenstruktur.



### 3 Theoretische Grundlagen optischer Wellenleiter

In diesem Kapitel werden die theoretischen Grundlagen optischer Wellenleiter erläutert, die zum Verständnis der optischen Charakterisierung, Design-Berechnung und Optimierung der wellenleitenden Strukturen notwendig sind.

Unter optischer Wellenleitung wird die Führung von Licht in einer geeigneten Struktur verstanden. Am weitest häufigsten wird dazu das Prinzip der Führung durch Totalreflexion angewendet, da die Verluste bei diesem Prinzip sehr gering sind. Ohne Absorption in den Materialien und ohne Streuung an den Grenzflächen erfolgt die Führung verlustfrei, es gelangt keine Energie aus der wellenführenden Schicht heraus.

#### 3.1 Filmwellenleiter

##### 3.1.1 Stufenindex-Filmwellenleiter

Geometrisches Modell

Das einfachste Modell eines Wellenleiters besteht aus der in Abb. 3-1 dargestellte Stufenindex-Filmwellenleiterstruktur [Ebel89]. Dieser Filmwellenleiter besteht aus einem zweidimensionalen planparallelen Film mit Brechungsindex  $n_f$ , der unten vom Substrat mit einem Brechungsindex  $n_s$  und oben von einem Deckmaterial mit Brechungsindex  $n_c$  begrenzt wird. Gilt nun für Brechungsindex von Film, Substrat und Deckmaterial folgende Beziehung  $n_f > n_s, n_c$ , so wird das Licht aufgrund von Totalreflexion in dem Film geführt.

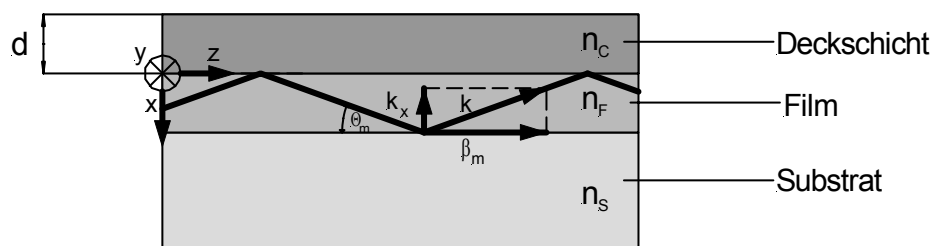


Abb. 3-1 Schematische Darstellung eines Filmwellenleiters.

Die Totalreflexion auf beiden Seiten des Wellenleiterfilms ist jedoch keine hinreichende Bedingung für geführte Wellen. Die Wellen müssen zusätzlich noch in den Film hineinpassen. Das heißt, die Phasenverschiebung muss zusammen mit den Phasenverschiebungen  $\varphi_s$  und  $\varphi_0$  bei den Totalreflexionen am Substrat und an der Obergrenze des Films ein ganzes Vielfaches von  $2\pi$  sein:

$$2n_f k d \sin \Theta_m - \varphi_s - \varphi_0 = 2m\pi \quad (3.1)$$

wobei  $k = 2\pi/\lambda$  die Wellenzahl der Vakuumwellenlänge,  $d$  die Schichtdicke,  $\varphi_s$  und  $\varphi_0$  die aus den Fresnelformeln bestimmten Reflexionsphasen und  $m$  der Modenindex ist. Unter dieser Bedingung überlagert sich die hin- und her reflektierte Welle zu einer in z-Richtung mit einer Phasenkonstante  $\beta = n_f k \cos\Theta$  fortschreitenden Welle, aber in x-Richtung zu einer rein stehenden Welle. Bedingung (3.1) ist jedoch nur für diskrete Ausbreitungswinkel  $\Theta_m$  erfüllt, so dass es auch nur diskrete ausbreitungsfähige Wellen gibt, die man als Moden bezeichnet. Aus einer Welle mit ihrem elektrischen Feldvektor  $\vec{E}$  senkrecht zur Einfallsebene und damit parallel zu den Grenzflächen polarisiert, entstehen so transversal elektrische Filmwellen. Sie heißen TE-Wellen, weil sie nur eine magnetische aber keine elektrische Feldkomponente in Ausbreitungsrichtung haben. Andererseits heißen Wellen, die keine magnetische Komponente in Ausbreitungsrichtung haben, transversal magnetische Wellen TM-Wellen. Die in Gleichung (3.1) auftretenden Phasensprünge ergeben sich hierbei aus den Fresnelformeln. Weiterhin wird der effektive Brechungsindex  $N_{eff} = \beta/k$  eingeführt, er gibt das Verhältnis von der Vakuumlichtgeschwindigkeit zur Phasengeschwindigkeit der Moden im Material in z-Richtung an und ist für jede Mode eine Konstante. Eine universelle Darstellungsform der Ausbreitungsfähigkeit von Moden in einem Filmwellenleiter ist das sogenannte  $B$ - $V$  Diagramm. Phasenparameter  $B$  und Filmparameter  $V$  sind hierbei folgendermaßen definiert:

$$B = \frac{N_{eff}^2 - n_s^2}{n_f^2 - n_s^2} \quad (3.2)$$

$$V = kd\sqrt{n_f^2 - n_s^2} \quad (3.3)$$

Die Größe  $B$  entspricht einem normierten effektiven Brechungsindex,  $V$  einer normierten Frequenz oder Filmdicke. In einem weiteren Parameter, dem sogenannten Asymmetrieparameter  $\alpha_{TE}$  für TE bzw.  $\alpha_{TM}$  für TM-Wellen, wird die Brechzahl der Deckschicht berücksichtigt.

$$\alpha_{TE} = \frac{n_s^2 - n_c^2}{n_f^2 - n_s^2} \quad (3.4)$$

$$\alpha_{TM} = \frac{n_f^4}{n_c^4} \cdot \frac{n_s^2 - n_c^2}{n_f^2 - n_s^2} \quad (3.5)$$

Unter Verwendung dieser Parameter kann Bedingung (3.1) in folgender Form dargestellt werden:

$$V\sqrt{1-B} = m\pi + \arctan\sqrt{\frac{B}{1-B}} + \arctan\sqrt{\frac{B + \alpha_{TE/TM}}{1-B}} \quad (3.6)$$

Wegen der impliziten und transzendenten Form kann Gleichung (3.1) bzw. (3.6) nur numerisch gelöst werden. Ein Beispiel für ein solches B-V-Diagramm für TE-Wellen ist in Abb. 3-2 dargestellt. Die Kurven innerhalb einer Schar entsprechen verschiedenen Asymmetrieparametern  $\alpha_{TE}$ . Jede Kurvenschar steht für bestimmte Moden. Existieren für

eine bestimmte Filmdicke  $d$ , die auf der Abszisse zu einem bestimmten Wert des Filmparameters führt, mehrere Moden, so haben die Moden mit kleinerem  $m$  die größeren effektiven Brechungsindizes. Alle Moden mit  $m > 0$  sind erst oberhalb einer bestimmten Grenzfrequenz (Cut-off-Frequenz) ausbreitungsfähig. Für asymmetrische Wellenleiter ( $\alpha_{TE} \neq 0$ ) ist auch die Grundmode ( $m = 0$ ) nur für endliche Konstante  $V$  ausbreitungsfähig. Bei Kenntnis von  $n_s, n_c, d, k$  lässt sich aus Bedingungen Gl. (3.1) bzw. Gl. (3.6) das Modenspektrum, d.h. die Werte für  $N_{eff}$  des Wellenleiters bestimmen. Umgekehrt kann bei der Modenlinienspektroskopie bei Kenntnis des Modenspektrums  $N_{eff}$  und der Werte für  $n_s, n_c, k$  die Schichtdicke  $d$  bzw. das Brechzahlprofil  $n(x)$  bestimmt werden (siehe Kapitel 4.1.1).

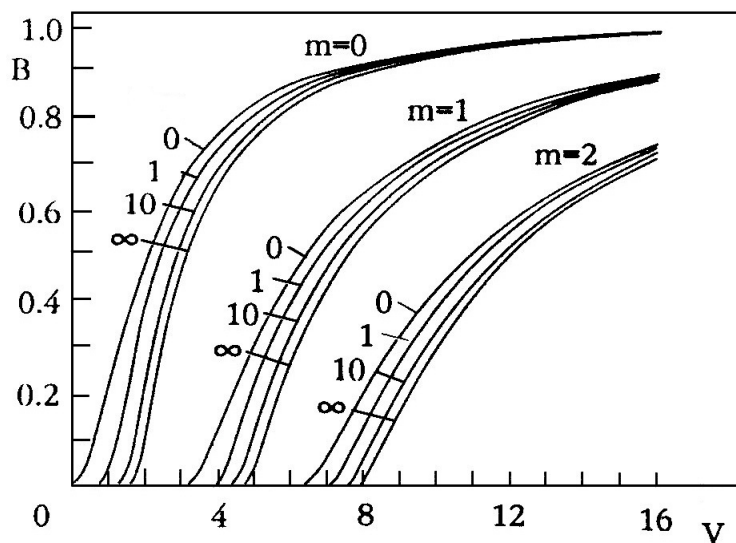


Abb. 3-2 Beispiel eines B-V-Diagramms zur Darstellung der Ausbreitungsfähigkeit der Moden einer Filmwellenleiterstruktur nach [Unge92].

### Wellenoptisches Modell

Neben der Ausbreitungsfähigkeit ist weiterhin die Verteilung der elektrischen und magnetischen Modenfelder des Wellenleiters von Interesse. Sie bestimmt im wesentlichen die Kopplungscharakteristik an Grenzflächen. Zur Bestimmung der Modenfeldverteilung müssen die Maxwellgleichungen gelöst werden [Kart91]. Für lineare, isotrope, verlustfreie, nichtleitende, dia- oder paramagnetische ( $\mu_r \approx 1$ ) dielektrische Medien lauten sie:

$$\nabla \cdot \vec{E} = 0 \quad (3.7)$$

$$\nabla \cdot \vec{H} = 0 \quad (3.8)$$

$$\nabla \times \vec{E} = -\mu_0 \frac{\partial \vec{H}}{\partial t} \quad (3.9)$$

$$\nabla \times \vec{H} = n^2 \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} \quad (3.10)$$

Durch Kombination dieser Gleichung ergeben sich die Wellendifferentialgleichungen für sich ausbreitende elektromagnetische Wellen:

$$\nabla^2 \cdot \vec{E} = \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial t^2} \quad \nabla^2 \cdot \vec{H} = \frac{\mu_0}{c^2} \frac{\partial^2 \vec{H}}{\partial t^2} \quad (3.11)$$

mit der Phasengeschwindigkeit  $c = 1/\sqrt{\epsilon_0 \epsilon_r \mu_0 \mu_r}$  im Medium. Hierbei sind  $\epsilon_r$  und  $\mu_r$  die dielektrischen und magnetischen Permeabilitäten. Das Verhältnis von Vakuumlichtgeschwindigkeit zur Geschwindigkeit in Materie ist der Brechungsindex  $n = \sqrt{\epsilon_r \mu_r}$ . Für Felder mit harmonischer Zeitabhängigkeit, die sich in z-Richtung mit einer Phasenkonstanten  $\beta$  ausbreiten,

$$\vec{E} = \vec{E}_0(x, y) \exp[i(\omega t - \beta z)] \quad \text{und} \quad \vec{H} = H_0(x, y) \exp[i(\omega t - \beta z)] \quad (3.12)$$

mit  $\omega = 2\pi c/\lambda$  und  $c$  der Phasengeschwindigkeit im Medium und  $\lambda$  der Vakuumwellenlänge, erhält man die vektorielle Helmholtzgleichung für das elektrische Feld:

$$\nabla^2 \vec{E} + \nabla \left[ \frac{\nabla(n^2)}{n^2} \cdot \vec{E} \right] + n^2 k_0^2 \vec{E} = 0 \quad (3.13)$$

Für schwach führenden Filmwellenleiter ( $1/n^2 \cdot \partial(n^2)/\partial x^2 \approx 0$  und  $1/n^2 \cdot \partial(n^2)/\partial y^2 \approx 0$ ) mit kleinem Brechzahlgradienten in Ausbreitungsrichtung ( $1/n^2 \cdot \partial(n^2)/\partial z^2 \approx 0$ ) vereinfacht sich die vektorielle Helmholtzgleichung zu:

$$\nabla^2 \vec{E} + n^2 k_0^2 \vec{E} = 0 \quad (3.14)$$

Gleichung (3.14) wird auch als skalare Helmholtzgleichung bezeichnet. Für das magnetische Feld können analoge Rechnungen durchgeführt werden. Die Feldkomponenten sind jetzt vollständig voneinander entkoppelt. Aus Gleichung (3.14) folgen mit Hilfe von (3.12) die Eigenwertgleichungen für TE- bzw. TM-Moden:

$$\frac{\partial^2 E_y}{\partial x^2} + (k^2 n^2 - \beta^2) E_y = 0 \quad \text{für TE-Moden} \quad (3.15)$$

$$\frac{\partial^2 H_y}{\partial x^2} + (k^2 n^2 - \beta^2) H_y = 0 \quad \text{für TM-Moden} \quad (3.16)$$

die im gesamten Bereich unter Beachtung der Stetigkeitsbedingungen der Tangential- und Normalkomponente der elektrischen und magnetischen Felder an den Grenzflächen gelöst werden müssen. Hieraus folgt die charakteristische Gleichung für konstruktive Interferenz (3.6). Die TE-Mode zeichnet sich dabei durch ihre Komponente  $E_y, H_x$  und  $H_z$  aus, während die TM-Mode die Komponenten  $E_x, H_y$  und  $E_z$  besitzt. Lösungen für TE-Wellen haben die Form:

$$E_y = E_c \exp(-\alpha_c x) \exp(-i\beta z) \quad \text{für } x < 0 \quad (3.17)$$

$$E_y = E_f \cos(k_x x + \Phi) \exp(-i\beta z) \quad \text{für } 0 < x < d \quad (3.18)$$

$$E_y = E_c \exp(-\alpha_s(x+d)) \exp(-i\beta z) \quad \text{für } x > d \quad (3.19)$$

Mit  $\alpha_c = \sqrt{\beta^2 - n_c^2 k^2}$  und  $\alpha_s = \sqrt{\beta^2 - n_s^2 k^2}$  als transversalen Dämpfungskoeffizienten, und

$k_x = k \sqrt{n_f^2 - N_{eff}^2}$  als transversalem Phasenkoeffizienten. Die Lösung für TM-Moden verläuft analog und wird hier nicht dargestellt. Abb. 3-3 stellt die Feldverteilungen der ersten zwei Moden eines solchen Stufenindex-Filmwellenleiters dar.

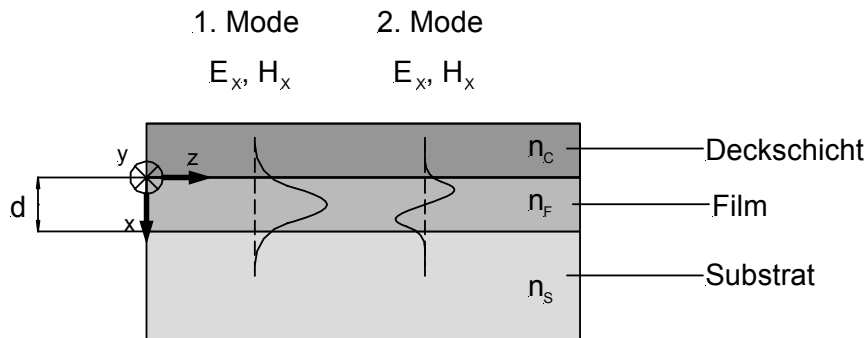


Abb. 3-3 Transversale Feldverteilung des E und H Feldes von TE-Moden.

### 3.1.2 Gradientenindex-Filmwellenleiter

In der Praxis findet man jedoch selten den eben beschriebenen Fall eines Films mit Stufenindexprofil. Die in dieser Arbeit hergestellten UV-induzierten Wellenleiter besitzen ein von der Oberfläche her monoton abfallendes Brechzahlprofil. Eine exakte Lösung der Wellengleichungen (3.15) und (3.16), die nun einen variablen Koeffizienten  $n(x)$ , enthalten ist nur für einige Spezialfälle möglich. Im allgemeinen ist man jedoch auf Näherungsverfahren angewiesen. Das Exponentialprofil ist eine der wenigen Profilkfunktionen für die eine exakte Lösungen der Wellengleichung existieren. Wegen der Bedeutung des Exponentialprofils für die vorliegende Arbeit, sollen die Lösungen hier kurz skizziert werden. Das Brechungsindexprofil kann durch den Substratbrechungsindex  $n_s$ , die Abklingkonstante  $\tau$  und den Superstratindex  $n_0$  charakterisiert werden. Die Profilkfunktion lautet somit:

$$\begin{aligned} n(x) &= n_s + \Delta n \exp(-|x|/\tau) & \text{für } x \leq 0 \\ n_0 & & \text{für } x > 0 \end{aligned} \quad (3.20)$$

Die Modenfelder können nun in Termen von Besselfunktionen  $J_p$  erster Art reeller Ordnung  $p$  ausgedrückt werden [Carr74], [Conw73]:

$$E_y = J_p(V \cdot \exp[-x/\tau]) \exp(-i\beta z) \quad \text{für } x \leq 0 \quad (3.21)$$

$V = 2k\tau\sqrt{2n_{sub}(\Delta n)}$  ist hierbei der Frequenzparameter. Die reelle Ordnungen  $p$  der Besselfunktion können aus der Stetigkeitsbedingung  $J_p(V) = 0$  bei  $x=0$  für jede Mode bestimmt werden. Man erhält mit dem Modenindex  $\nu$  für den effektiven Brechungsindex folgende Beziehung:

$$N_{eff,\nu} = n_s^2 + p_\nu^2 / k\tau \quad (3.22)$$

Die numerische Lösung wurde in Mathcad implementiert. Abb. 3-4 stellt das Phasendiagramm für die ersten zwölf Moden dar. Das Exponentialprofil zeigt gegenüber dem Stufenindexprofil bei gleichem Cut-off-Frequenzparameter d.h. bei gleichem Brechzahlhub  $\Delta n$  und einer Breite  $d = 4/3\tau$  eine geringer Dispersion der TE<sub>0</sub>/TM<sub>0</sub> Mode. Da in hoch-bitratige Übertragungen in optischen Netzwerken Dispersionseffekte eine zentrale Rolle spielen ist das Exponentialprofil gegenüber dem Stufenindexprofil aufgrund seiner kleineren Dispersion von Vorteil.

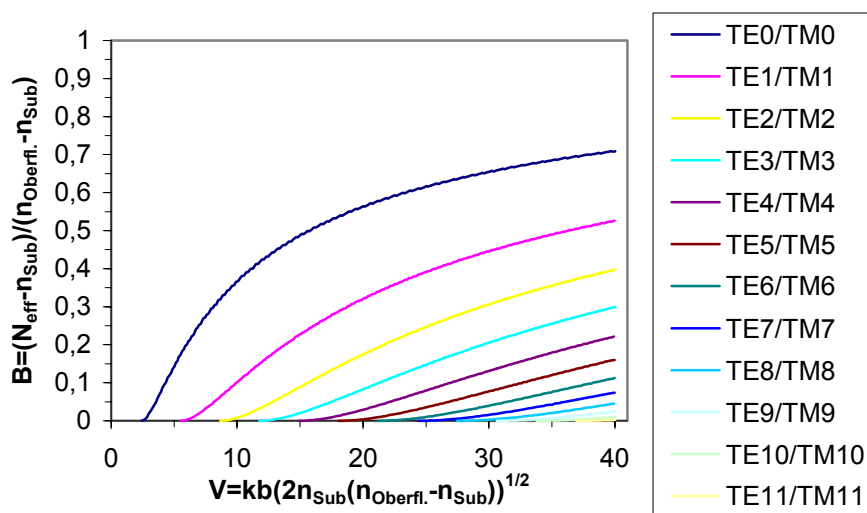


Abb. 3-4 B-V-Diagramms einer Filmwellenleiterstruktur mit exponentielle abfallendem Brechungsindexprofil.

Ist keine exakte Lösung der Eigenwertgleichungen möglich so muss man auf Näherungsverfahren zurückgreifen. Ein in der Quantenmechanik häufig eingesetztes Näherungsverfahren ist die nach Wentzel, Kramers und Brillouin benannte WKB-Methode, die auch in der Wellenleiteroptik benutzt wird [Unge92]. Aufgrund der Verwandtschaft der Wellengleichungen (3.15) und (3.16) mit der zeitunabhängigen Schrödingergleichung der Quantenmechanik lässt sich das Näherungsverfahren übertragen. Das Brechungsindexprofil korrespondiert hierbei zum quantenmechanischen Potential und die Phasenkonstante  $\beta^2$  entspricht den gesuchten Energieeigenwerten. Für einen Gradientenfilm mit schwach monoton abfallendem Brechzahlprofil erhält man die Charakteristische Gleichung für konstruktive Interferenz an einem Gradientenfilmwellenleiter [Unge92]

$$k \int_0^{x_u(m)} [n^2(x) - N_{eff}^2]^{1/2} dx = (m + 0.25)\pi + \Phi(N_{eff}) \quad (3.23)$$

$x_u(m)$  sind hierbei die Umkehrpunkte der Mode  $m$ , es gilt  $n(x_u(m)) = N_{eff}(m)$ . Weiterhin wurde vorausgesetzt, dass der Reflexionsphasensprung an der Deckschicht  $\pi/2$  beträgt, wie es für einen Polymer/Luft Übergang erfüllt ist.  $\Phi(N_{eff})$  ist der Reflexionsphasensprung am Substrat. Gleichung (3.23) ist Ausgangspunkt der Brechzahlprofilrekonstruktionen mit Hilfe der Modenlinienspektroskopie (siehe Kapitel 4.1.1).

### 3.2 Streifenwellenleiter

Streifenwellenleiter entstehen aus planaren Wellenleitern, wenn in der Filmebene für eine zusätzliche seitliche Wellenführung gesorgt wird. Dies hat zur Folge, dass auch an den seitlichen Grenzflächen Totalreflexion erfolgen kann und sich geführte Moden ausbilden. Wegen der Streuverluste sind hohe Anforderungen an Güte dieser Grenzflächen zu stellen. Die Berechnung von Streifenwellenleitern ist weit aufwändiger, als die in dem vorigen Abschnitt dargestellten Rechnungen zu planaren Wellenleitern. Wegen der seitlichen Begrenzung des Wellenleiters muss eine zweite Transversale-Komponente des Wellenzahlvektors in  $y$ -Richtung eingeführt werden, für die ähnlich wie in Gleichung (3.1) auch eine Resonanzbedingung erfüllt sein muss. Daraus resultiert eine Entartung der Moden mit einem Modenindex  $m$ , die sich sowohl in dem Wert der Ausbreitungskonstanten als auch in der Feldverteilung ausdrückt. Es werden daher zwei Modenindizes  $n, m$  verwendet, die die Anzahl der Moden in horizontaler ( $n$ ) und die Anzahl der Moden in vertikaler ( $m$ ) Richtung angeben. Außerdem müssen die Gleichungen (3.15) und (3.16) für die Felder allgemeiner gefasst werden, da die Ableitung nach  $y$  in Gleichung (3.14) jetzt ungleich null ist. Daraus folgt auch, dass weder rein transversal elektrische noch rein transversal magnetische Polarisierungen existieren. Da in der Praxis aber kleine Brechungsindexanhebungen und geringe Querdimensionen der Wellenleiter auftreten, spricht man hier von Hybrid-TE-Moden (HE-Moden), deren Hauptkomponenten  $E_y, H_x,$  und  $H_z$  sind und Hybrid-TM-Moden (EH-Moden), deren Hauptkomponenten  $H_y, E_x,$  und  $E_z$  sind. Die analytische Berechnung der Modenfelder und Ausbreitungskonstanten ist jedoch, von wenigen Ausnahmen abgesehen (z.B. axialsymmetrische Faser mit Stufen oder parabolischen Brechungsindexprofil), nicht möglich. Beispiele für die numerische Berechnung von Streifenwellenleitern mit Stufenindexprofil, unterschiedlicher Geometrie und unterschiedlicher umgebender Brechungsindexverteilung sind in [Goell69] [Marc69], [Unge92] gegeben.

### 3.3 Beam Propagation Method (BPM-Verfahren)

Zur Beschreibung integriert optischer Strukturen ist nicht nur die Kenntnis der Moden wichtig, sondern auch das Verständnis der Ausbreitung der Mode längs des Wellenleiters. Integriert optische Strukturen werden vorzugsweise mit der BPM-Methode (engl. **Beam-Propagation-Method**) simuliert [Kart91]. Sie hat den Vorteil, dass neben geführten Moden auch Strahlungsfelder mitberechnet werden und dass nahezu beliebig komplexe Strukturen unter Einbeziehung von Krümmung, Gitter, nichtlinearen Medien, Anisotropie analysiert werden können. Das zugrundeliegende Konzept aller BPM-Algorithmen ist die Berechnung des optischen Feldes durch Störungsrechnung in kleinen Schritten  $\Delta z$ . Ausgangspunkt hierfür

ist die skalare Helmholtz-Gleichung (3.14). Der Brechungsindex  $n(x, y, z)$  wird in einen konstanten Mittelwert und eine gegen ihn kleine Änderung zerlegt. Es gilt:

$$n(x, y, z) = \bar{n} + \Delta n(x, y, z) \quad \text{mit} \quad \Delta n(x, y, z) \ll \bar{n} \quad (3.24)$$

Unter der Annahme eines in z-Richtung nur schwach veränderlichen Feldes (slowly varying envelope approximation)  $E(x, y, z) = u(x, y, z) \cdot e^{i\bar{k}z}$  erhält man die Basisgleichung des BPM-Verfahrens:

$$\frac{\partial u}{\partial z} = \frac{i}{2\bar{k}} \left( \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} + (k^2 - \bar{k}^2) \cdot u \right) \quad (3.25)$$

$\bar{k} = k_0 \cdot \bar{n}$  ist hierbei eine Referenz-Wellenzahl, die die Ausbreitung der Mode in einem homogenen Medium mit Brechungsindex  $\bar{n}$  beschreibt. Gleichung (3.25) ist eine parabolische partielle Differentialgleichung, die mit numerischen Standardmethoden gelöst werden kann. Für das Design der Wellenleitergeometrien, Y-Verzweigerstrukturen, Modenfelder und Koppelverluste wurde ein kommerzielles BPM-Simulationsprogramm verwendet [Rsof02].

### 3.4 Gauß-Strahlen

Die Modenfeldverteilung von Gradientenindexfasern und Gradientenfilmen mit parabolischem Brechungsindexprofil aber auch bei schwach führenden Einmantel-Standardfasern kann die Grundmode durch ein gaußsches Nahfeld beschrieben werden [Grau91]. Die Intensitätsverteilung ist hierbei gegeben durch

$$I(r) = I_0 \exp\left(-\frac{2r^2}{w(z)^2}\right) \quad (3.26)$$

Dabei sind  $I_0$  die Maximalintensität in der optischen Achse und  $r$  der Abstand von der optischen Achse. Als Strahlradius  $w$  (Strahldurchmesser  $2w$ ) wird der Abstand von der Achse definiert, bei dem die Intensität auf  $1/e^2$  der Maximalintensität  $I_0$  abgefallen ist. Jeder gaußsche Strahl hat entlang seiner Ausbreitungsrichtung eine Strahltaile, in der sein Strahlradius den Minimalwert  $w_0$  annimmt. Beiderseits der Strahltaile wächst der Strahlradius mit zunehmenden Abstand  $z$  von der Strahltaile an:

$$w(z) = w_0 \sqrt{1 + \left(\frac{\lambda z}{\pi w_0^2}\right)^2} = w_0 \sqrt{1 + \left(\frac{\Theta z}{w_0}\right)^2} \quad (3.27)$$



Dabei ist  $\lambda$  die Wellenlänge,  $z$  der Abstand von der Strahltaile und  $\Theta$  die Strahldivergenz, die durch

$$\Theta = \frac{\lambda}{\pi w_0} \quad (3.28)$$

gegeben ist. In Abb. 2-1 ist die Ausbreitung eines Gaußstrahl schematisch skizziert. Im Nahfeld der Strahltaile verhält sich der gaußsche Strahl also näherungsweise wie ein paralleles Strahlbündel, weit entfernt von der Strahltaile wie eine sphärische Welle. Der Übergang zwischen den Bereichen erfolgt etwa im Abstand  $z_R$ , der Rayleigh-Länge

$$z_R = \frac{\pi w_0^2}{\lambda} \quad (3.29)$$

Für größere Abstände gilt in erster Näherung

$$w(z) = \Theta z \quad (3.30)$$

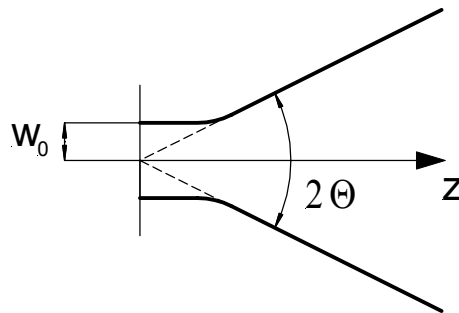


Abb. 3-5 Schematische Darstellung der Ausbreitung eines Gaußstrahls.

### 3.5 Faser-Wellenleiterkopplung

Die Anwendung integrierter optischer Komponenten hängt entscheidend von der effektiven und kostengünstigen Ein- und Auskopplung von Licht ab. Die gängigsten Verfahren sind hierbei die Stirnflächenkopplung, die Gitterkopplung und die Prismenkopplung. In dieser Arbeit wurde für Faser-Wellenleiterkopplung die Stirnflächenkopplung realisiert (siehe Kapitel 5). Bei der Stirnflächenkopplung stehen sich unmittelbar eine Grenzfläche Glas-Luft und eine Grenzfläche Luft-Polymer gegenüber. Wenn sich die Endflächen berühren, spricht man von Stoßkopplung. Durch Fresnelreflexionen an beiden Grenzflächen entstehen Verluste, die bereits eine Koppeldämpfung von  $\alpha_\eta = 0.35 \text{ dB}$  verursachen. Um die Reflexionen an der Stirnfläche zu vermeiden, füllt man den Zwischenraum mit einem Klebstoff, der die gleiche Brechzahl wie der Wellenleiterkern und die Faser hat, bei verschiedenen Brechzahlen gegebenenfalls einen Mittelwert. Weiterhin erfordert das Koppeln einer Faser an einen Wellenleiter eine Modenfeldanpassung. Das Verhältnis  $\eta_{12} = P_2/P_1$ , d.h. von in den Moden eingekoppelter Leistung  $P_2$  zu der insgesamt einfallenden Leistung  $P_1$  ist durch den Einkopplungswirkungsgrad

$$\eta_{12} = \frac{\left| \int_{-\infty-\infty}^{\infty} \int_{-\infty-\infty}^{\infty} E_1^*(x, y) E_2(x, y) dx dy \right|^2}{\int_{-\infty-\infty}^{\infty} \int_{-\infty-\infty}^{\infty} |E_1(x, y)|^2 dx dy \int_{-\infty-\infty}^{\infty} \int_{-\infty-\infty}^{\infty} |E_2(x, y)|^2 dx dy} = \frac{P_2}{P_1} \quad (3.31)$$

gegeben. Auf der rechten Seite steht das Überlappungsintegral der transversalen Feldverteilungen. Der Einkopplungswirkungsgrad ist immer dann besonders groß, wenn die Modenfelder sehr ähnlich sind. Eine analytische Berechnung von Integral (3.31) bzw. der Modenfelder von Wellenleiter und Faser ist jedoch nur in einigen wenigen Spezialfällen möglich.

Die experimentelle Umsetzung der Stirnflächenkopplung hängt von verschiedenen Faktoren ab. Zum einen muss die Stirnfläche der Wellenleiter nahezu perfekt sein, um nennenswerte Streuverluste weitgehend zu vermeiden. Zum anderen ist es wichtig, den Justageaufwand aus Kostengründen möglichst gering zu halten.

### 3.6 Optische Verlustmechanismen in Polymerwellenleitern

#### 3.6.1 Absorption

In der Praxis sind Wellenleiter verlustbehaftet. Bei der Ausbreitung von Licht in Wellenleitern können Leistungsverluste aufgrund von mehreren Ursachen entstehen. Zum einen tritt das elektromagnetische Feld der Mode mit den Elektronen des Wellenleitermaterials in Wechselwirkung, oder es können atomare bzw. molekulare Schwingungen angeregt werden. Diese Mechanismen sind wellenlängenabhängig und es treten Schwingungsresonanzen auf, die zu erhöhter Dämpfung führen. Absorption durch elektronische Anregung tritt bei Festkörpern vorwiegend im UV-Bereich auf und kann bei den verwendeten Wellenlängen im Nahen Infrarot (NIR) vernachlässigt werden. Einen starken Einfluss auf die Absorption besitzen im NIR die Schwingungsresonanzen der Atome und Moleküle. Bei organischen Materialien treten für Wellenlängen  $< 2.8 \mu\text{m}$  hauptsächlich Ober- und Kombinationsschwingungen auf. In Tabelle Tab. 3-1 sind Absorptionslinien der relevanten Polymere im NIR zusammengestellt.

Bindung	Oberschwingung im NIR	Wellenlänge	Intensität
$\nu$ (CH <sub>2</sub> ), $\nu$ (CH <sub>3</sub> ) aliphatisch	$\nu_{02}, \nu_{03}$	1.70 $\mu\text{m}$ , 1.17 $\mu\text{m}$	stark, stark
$\delta$ (C-H) aliphatisch	$\nu_{02} + \delta$	1.4 $\mu\text{m}$	stark
$\nu$ (C-H) aromatisch	$\nu_{02}$	1.66 $\mu\text{m}$	stark
$\nu$ (C=C-H)	$\nu_{02}$	1.62 $\mu\text{m}$	
$\nu$ (R-OH)	$\nu_{03}$	1.44 $\mu\text{m}$	stark
$\delta$ (OH)	$\nu_{04}$	1,6 $\mu\text{m}$	
$\nu$ (H <sub>2</sub> O)	$\nu_{04}$	Banden bei 1.45 $\mu\text{m}$ und 1.2 $\mu\text{m}$ ; Ausläufer bei 1.33 $^{\circ}$ $\mu\text{m}$ und 1.55	stark
$\nu$ (C=O)	$\nu_{04}, \nu_{05}$	1.83 $\mu\text{m}$ , 1.38 $\mu\text{m}$	mittel, mittel
$\nu$ (C-Br) aliphatisch	$\nu_{02}$	1.17 $\mu\text{m}$ , 1.36 $\mu\text{m}$	schwach
$\nu$ (C-Br) aromatisch	$\nu_{02}$	1.17 $\mu\text{m}$ , 1.36 $\mu\text{m}$	schwach

Tab. 3-1: Absorptionsbanden im NIR nach [Buba93] und [Müll00].

### 3.6.2 Streuung und Krümmungen

Streuung an Inhomogenitäten im Wellenleiter oder an dessen Oberfläche tragen durch Abstrahlung zur Dämpfung der geführten Moden bei. Inhomogenitäten können hierbei sehr vielseitige Ursachen haben. Volumeninhomogenitäten können z.B. durch Verunreinigungen mit Partikeln oder durch Einschluss von Gasblasen entstehen. Weiterhin können herstellungsbedingte Brechungsindexinhomogenitäten, durch Schwankungen in der chemischen Zusammensetzung des Materials oder durch inneren Spannungen im Material entstehen. Oberflächeninhomogenitäten werden durch die Störung der Wellenleitergeometrie verursacht, beispielsweise durch Rauheit der Wellenleiteroberfläche. Weiterhin treten zu den in Kapitel 3.5 beschriebenen Koppelverlusten aufgrund von Fresnelreflexionen und Modenfehlanspassungen, noch Strahlungsverluste aufgrund von Wellenleiterkrümmungen auf. Die minimalen Krümmungsradien von Wellenleitern werden deshalb durch die Dämpfungsverluste bestimmt.

## 4 Messtechnik

### 4.1 Optische Messtechnik

Dieses Kapitel enthält eine Zusammenfassung grundlegender Verfahren zur optischen Charakterisierung von Lichtwellenleiter die in dieser Arbeit realisiert worden sind. Die Charakterisierung zielt auf die Erfassung der wesentlichen Parameter, wie Brechungsindex bzw. Brechungsindexverteilung (Kapitel 4.1.1), Nahfeldverteilung (Kapitel 4.1.3) und Dämpfung (Kapitel 4.1.4) ab.

#### 4.1.1 Modenlinienspektroskopie

Zur gezielten reproduzierbaren Herstellung integriert optischer Bauelemente ist die genaue Kenntnis der Brechzahlverteilung sowie deren Abhängigkeit von Herstellungsparametern von fundamentaler Bedeutung. Ebenso setzt die numerische Simulation von integriert optischen Komponenten die Kenntnis der zweidimensionalen Brechzahlprofile voraus, aus denen relevanten Daten des Wellenleiters ermittelt werden können. Es gibt verschiedene Verfahren, Brechzahlprofile zu bestimmen. Die Dünnschliff-Interferometrie, Reflektivitätsabtastungen oder die Ableitung des Brechzahlprofils aus Messung der Feldverteilung geführter oder nicht geführter Strahlen (refracted near field) sind jedoch sehr präparationsaufwendig und prinzipbedingt recht ungenau [Unge93].

Eine dagegen technisch einfach zu realisierende Methode für die Bestimmung eindimensionaler Brechzahlprofile, die sowohl Tiefenauflösung als auch Nachweisempfindlichkeit für Bauelemente der integrierten Optik erfüllt, ist die Modenlinienspektroskopie [Unge93]. Mit der Modenlinienspektroskopie können die Ausbreitungskonstanten  $\beta_m$  geführter Moden und deren dazugehörige effektive Brechzahl  $N_{eff}$  bestimmt werden. Das Verfahren beruht auf dem Auskoppeln von geführten Wellenleitermoden an einem Prisma. Die Anordnung zur Prismenkopplung ist in Abb. 4-1 skizziert. Divergentes Licht eines Laserstrahls wird auf eine Koppelanordnung von Filmwellenleiter und Prisma fokussiert und regt hierbei im Wellenleiter sämtliche ausbreitungsfähigen Moden an. Der Filmwellenleiter ist hierzu auf das Prisma gedrückt, wobei der Andruck den Koppelspalt lokal verengen soll, um einen hinreichenden Kopplungswirkungsgrad zu erzielen. Die Auskopplung der geführten Moden am Prisma erfolgt über das evaneszente Feld. Da die transversale Feldverteilung oberhalb des Filmwellenleiters exponentiell mit einem Dämpfungskoeffizienten  $\alpha_c = \sqrt{\beta^2 - n_c k_0^2}$  abklingt, beträgt die Informationstiefe dieser Messmethode für Wellenlängen im NIR nur wenige Mikrometer. Für Filme mit vergrabenen Profilen ist die Modenlinienspektroskopie somit normalerweise unbrauchbar, da die evaneszenten Felder an der Oberfläche so schwach sind, dass der Prismenkoppler versagt.

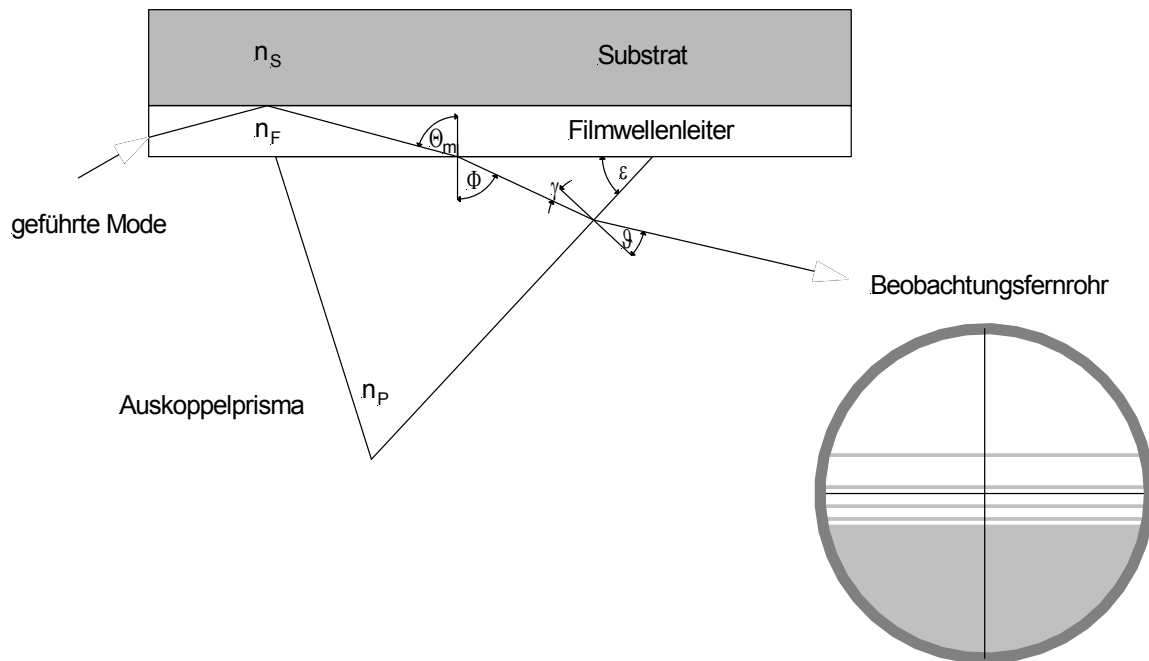


Abb. 4-1 Schematische Darstellung des Strahlengangs bei der Modenauskopplung an einem Prisma und Bild der Modenlinien und Substratübergang (Kontinuum) im Objektiv des Abbe-Refraktometers.

Eine Auskopplung der geführten Moden kann nur stattfinden, wenn die Komponenten der Wellenvektoren parallel zu den Grenzflächen im Prisma ( $k_p$ ) und im Wellenleiter  $\beta$  gleich sind. Bei einer Brechzahl  $n_p$  des Prismas mit der Wellenzahl  $k_p = n_p k_0 \cos \Phi$  parallel zur Grenzfläche ergibt sich damit zwangsläufig für den Ausbreitungswinkel  $\Phi$  (siehe Abb. 4-1):

$$\beta \stackrel{!}{=} n_p k_0 \quad \Rightarrow \quad \Phi = \arccos\left(\frac{\beta}{n_p k_0}\right) \quad (4.1)$$

Für die effektive Brechzahl und den Austrittswinkel  $\varrho$  (siehe Abb. 4-1) erhält man folgende Beziehung:

$$N_{eff,m} = n_p \sin\left(\arcsin\left(\frac{\sin \varrho_m}{n_p} + \varepsilon\right)\right) \quad (4.2)$$

Somit können bei Kenntnis des Austrittswinkel  $\varrho$  und des Prismenwinkel  $\varepsilon$  die effektiven Brechzahlen bestimmt werden. Die experimentelle Realisierung der Modenauskopplung wurde mit einem kommerziellen Abbe-Refraktometers (Carl Zeiss, Abbe-Refraktometer A) durchgeführt. Die Austrittswinkel bzw. effektiven Brechzahlen der ausgekoppelten Modenlinien wurden über das Beobachtungsfernrohr des Refraktometers bestimmt. Für Messungen im NIR wurde das Refraktometer mit zwei Diodenlaser bei 1310 nm und 1550 nm und einem Vidicon erweitert. Die Eichung erfolgte für den NIR-Bereich unter Verwendung von optischen Gläsern mit bekannten Dispersionskurven (BK7, FK5, K10 und

Quarz). Im VIS-Bereich konnten Eichkurven des Herstellers verwendet werden. Da das Bild im Beobachtungsfernrohr bei kohärenter Laserstrahlung starke Granulation durch Interferenzen (Specklen) zeigt, wurde in den Laserstrahl eine schnell rotierenden Streuscheibe eingebracht. Durch die Rotation dieser zwar fein aber im Verhältnis zu  $\lambda$  dennoch groben und unregelmäßigen Struktur verändert sich die optische Weglängen bis zur abbildenden Optik mit so hoher Frequenz, dass sich dem Auge ein gleichmäßig strukturloses Bild bietet, in dem die feinen Modenlinie klar erkennbar sind. Die durch die Streuscheibe veränderte Laserpolarisation wurde anschließend mit einem Polarisationsfilter wieder hergestellt.

Die Messgenauigkeit dieses Verfahrens ist von zwei Faktoren abhängig: Zum einen ist ein systematischer Messfehler zu berücksichtigen, dessen Ursache darin liegt, dass durch die Ankopplung des Prismas an die geführte Mode sich die Ausbreitungskonstante und damit der Messwert selbst leicht ändert. Praktisch wird der Fehler klein gehalten, wenn man das Prisma nur schwach andrückt. Für eine Spaltbreite größer  $\lambda/2$  zwischen Prisma und Wellenleiter ist er vernachlässigbar [Unge92]. Abgesehen davon wird der Messfehler durch die genaue Bestimmung des Austrittswinkels  $\vartheta$  bestimmt und somit durch die Auflösung des Abbe-Refraktometers und der Modenlinienbreite. Im Zusammenhang mit der Modenlinienbreite ist ebenfalls eine schwache Kopplung günstig, da mit abnehmenden Spalt zwischen Prisma und Wellenleiter die Linien immer breiter werden. Weiterhin wird die Modenlinienbreite stark von der Oberflächenqualität der Probe und der verwendeten Wellenlänge (bzw. von der spektralen Breite der anregenden Lichtquelle) bestimmt. Die Genauigkeit der Bestimmung der effektiven Brechzahlen der hergestellten UV-induzierten Wellenleiter wird hierbei mit  $\pm 1.5 \cdot 10^{-4}$  für 488 nm und 633 nm und  $\pm 2.5 \cdot 10^{-4}$  für 1310 nm und 1550 nm abgeschätzt. Für sehr hohe UV-Bestrahlungsdosis-Werte ( $> 20 \text{ J/cm}^2$ ) wurde jedoch immer eine Verbreiterung der Modenlinien beobachtet, was auf eine Oberflächenaufweichung des Polymers bei Raumtemperatur zurückzuführen ist und somit die Auflösung drastisch verschlechtert.

Bei Kenntnis des Modenspektrums der effektiven Brechzahlen kann daraus ein Brechzahlprofil rekonstruiert werden. Ausgangspunkt hierfür ist die charakteristische Gleichung für konstruktive Interferenz für einen Gradientenfilmwellenleiter in WKB-Näherung (3.23), aus der mittels Inversion das Brechzahlprofil bestimmt wird. Es ist also ein inverses Problem zu lösen, bei dem man die Eigenwerte nicht kennt. In einigen Arbeiten wird dieses Problem durch Anpassen bestimmter Profilkfunktionen, wie Fehlerfunktionen- oder Exponentialfunktionen gelöst [Bran89]. Dadurch werden jedoch die Lösungen auf diese Funktionen beschränkt. Die Anwendbarkeit dieser Verfahren auf UV-induzierte Wellenleiter ist daher nur bei genauer Kenntnis des UV-Fotolyse-Prozesses sinnvoll. Es ist jedoch wünschenswert, unabhängig von einem theoretischen Modell aus dem Spektrum von diskreten effektiven Brechzahlen, direkt ein Tiefenprofil zu bestimmen. Ein Verfahren, das sich hierbei bewährt hat, ist das von White und Heidrich [Whit76] vorgeschlagene numerische Verfahren. Als Ergebnis erhält man eine Rekursionsformel für die Berechnung der Umkehrpunkte der einzelnen Moden:

Für  $m \geq 2$  gilt:

$$x_m = x_{m-1} + \frac{3}{\sqrt{2}} \frac{\lambda}{\sqrt{(N_{m-1} + 3N_m)(N_{m-1} - N_m)}} \left\{ \frac{4m-1}{8} - \dots \right. \quad (4.3)$$

$$\left. - \frac{2}{3} \sum_{\nu=1}^{m-1} \sqrt{\frac{N_{\nu-1} + N_\nu}{2} + N_m} \cdot \frac{x_\nu - x_{\nu-1}}{N_{\nu-1} - N_\nu} \left[ (N_{\nu-1} - N_m)^{3/2} - (N_\nu - N_m)^{3/2} \right] \right\}$$

Bei  $m = 1$  gilt:

$$x_1 = \frac{9}{16} \lambda \sqrt{\frac{2}{[n_0 - N_{eff,1}][n_0 + 3N_{eff,1}]}} \quad (4.4)$$

Mit Gleichungen (4.3) und (4.4) ist die rekursive Berechnung aller Umkehrpunkte aus den gemessenen effektiven Moden möglich. Man erhält eine abschnittsweise lineare Näherung an das tatsächliche Profil, die um so genauer ist, je mehr Moden der Wellenleiter führt. In Gleichung (4.4) ist lediglich die Oberflächenbrechzahl unbekannt.  $n_0$  wurde nun solange iteriert, bis sich für  $n(x_m)$  eine möglichst glatte Kurve ergibt, d.h. dass sich für die zweite Ableitung von  $n(x_m)$  ein Minimum ergibt. Dies ist möglich, da der Startwert für  $n_0$  lediglich bei der Berechnung der Umkehrpunkte der Moden niedriger Ordnung eine geringfügige Abweichung verursacht.

Für höhere Moden ist dieser Fehler vernachlässigbar klein [Whit76]. Einmodige Filmwellenleiter können mit der Modenlinienspektroskopie nur bei Wellenlängen außerhalb des Einsatzbereiches gemessen werden, da mindestens zwei Modenlinien benötigt werden, um die Brechzahl eines homogenen Films zu bestimmen. Durch wellenlängenabhängige Messungen sind jedoch auch Aussagen über Brechzahlprofil bei monomodigem Wellenlängeneinsatzbereich möglich.

#### 4.1.2 Bestimmung des Thermooptischen Koeffizienten und der Glasübergangstemperatur aus der Modenlinienspektroskopie

Eine Modifikation des Brechungsindex ist ohne die gleichzeitige, meist ungewollte, Modifikation anderer Materialparameter i.a. nicht möglich. So ist z.B. durch die Fotolyse ein Absinken der Glasübergangstemperatur zu erwarten, und es muss somit ein Kompromiss zwischen Brechzahlhub und Absinken der Glasübergangstemperatur gefunden werden. Deshalb sind zur quantitativen Erfassung der Glasübergangstemperatur neben DSC-Untersuchungen (**D**ifferentiale **S**canning **C**alometrie) temperaturabhängige Messungen der effektive Modenbrechzahl durchgeführt worden. Aus Kenntnis der Glasübergangstemperatur integriert optischer Komponenten kann der Arbeitsbereich der Wellenleiter bestimmt werden. Für aktive Anwendungen ist weiterhin die Kenntnis des thermooptischen Koeffizienten wichtig. Die Temperaturabhängigkeit des Brechungsindex wird durch einen dichte- oder volumenabhängigen Term und durch eine Brechzahländerung bei konstanter Dichte hervorgerufen [Cari86], [Meet83], [Waxl79]:

$$\frac{dn}{dT} = -3\gamma \rho \left( \frac{\partial n}{\partial \rho} \right)_T + \left( \frac{\partial n}{\partial T} \right)_\rho \quad (4.5)$$

$\gamma$  ist hierbei der lineare thermische Ausdehnungskoeffizient,  $\rho$  die Dichte und  $T$  die Temperatur. Bei allen Kunststoffen und den meisten einkristallinen Materialien wird die Brechzahl vom Einfluss der Dichteänderung dominiert, so dass der zweite Term von (4.5) vernachlässigt werden kann. Eine Ausnahme stellen anorganische, oxidische Gläser dar, deren Verhalten hauptsächlich durch den Term  $\left( \frac{\partial n}{\partial T} \right)_\rho$  bestimmt wird. Eine theoretische Berechnung von  $\left( \frac{\partial n}{\partial \rho} \right)_T$  kann aus der Lorentz-Lorenz-Gleichung (2.1) erfolgen. Man nimmt dabei vereinfachend an, dass die Polarisierbarkeit unabhängig von der Dichte ist. Der tatsächlich vorhandene geringe Einfluß der Dichte auf die Polarisierbarkeit in Festkörpern schlägt sich in einem Korrekturfaktor nieder. Bei organischen Polymeren kann dieser jedoch vernachlässigt werden, wie experimentelle Ergebnisse an PMMA und PC zeigen [Cari86]. Damit ergibt sich aus Gleichung (2.1):

$$\frac{dn}{dT} = -3\gamma \frac{(n^2 - 1)(n^2 + 2)}{6n} \quad (4.6)$$

Die Stärke des thermooptischen Effektes ist demnach nur vom thermischen Ausdehnungskoeffizienten und der Brechzahl des verwendeten Materials abhängig. Das thermische Verhalten amorpher Kunststoffe ist somit über große Temperaturbereiche durch konstante Ausdehnungskoeffizienten und damit konstante thermooptische Eigenschaften charakterisiert. Sprunghafte Änderungen treten an Phasenübergängen der Polymere auf, wie z.B. bei der Glasübergangstemperatur  $T_g$  von Thermoplasten. Hier ändern sich der thermische Ausdehnungskoeffizient und damit der thermooptische Koeffizient der Materialien grundlegend und ein diskontinuierliches Verhalten ist die Folge. Neben der Brechungsindexänderung kommt bei Wellenleitern noch eine Änderung der Geometrie in Betracht, die eine sprunghafte Änderung der effektiven Brechzahlen bei  $T_g$  verursachen [Bock97]. Oberhalb und unterhalb  $T_g$  besitzt die effektiven Brechzahlen somit eine andere Temperaturabhängigkeit. Bei der Materialwahl sind deshalb Polymere ohne Phasenänderungen innerhalb des Arbeitsbereiches zu bevorzugen. Für schnelle Modulationen oder schnelles Schalten ist die Temperaturabhängigkeit jedoch nicht geeignet. Thermooptische Schalter sind zur Weglenkung interessant. 1997 wurde von Fa. Akzo Nobel Photonics der erste kommerziell erhältliche thermooptische Schalter auf den Markt gebracht, [Akzo98].

#### 4.1.3 Nahfeldmessungen

Die Kenntnis der Feldverteilung geführter Moden eines optischen Wellenleiters ist für Koppelbedingungen und Justagetoleranzen für Haltestrukturen der Ein- und Auskoppel-fasern wichtig. Auch die Bestimmung der Monomodegrenze kann mit einer Nahfeldmessaordnung einfach vorgenommen und das Brechzahlprofil daraufhin optimiert werden, so dass der Wellenleiter nahe an der Zweimodigkeit betrieben werden kann. Die Kenntnis des Nahfeldes ermöglicht weiterhin, das Verhalten komplexer Strukturen, beispielsweise evaneszenter Feld Koppler oder Sensoren, vorherzusagen und erleichtert sowohl die Optimierung des Wellenleiterlayouts als auch eine erste Qualitätsprüfung der hergestellten Komponenten. Den in dieser Arbeit verwendeten experimentellen Aufbau zur



Nahfeldmessung zeigt Abb. 4-2. Laserlicht der Wellenlänge  $1.55 \mu\text{m}$  wird über eine monomodige Glasfaser in den zu untersuchenden Wellenleiter eingekoppelt. Gemessen wird die Intensitätsverteilung am Wellenleiterausgang (Nahfeld) mit Hilfe eines optischen Strahlanalyse-Systems, das aus einer Röhrenkamera und einem Auswerterechner mit einer Bildspeicherkarte besteht. Die Vidicon Röhrenkamera ist speziell auf den infraroten Wellenlängenbereich bis zu einer Wellenlänge von  $2.2 \mu\text{m}$  ausgelegt. Die laterale Auflösung der Röhrenkamera reicht für eine direkte Messung der auftretenden Feldverteilung nicht aus. Deshalb werden zur Vergrößerung Mikroskopobjektive eingesetzt, die eine nahezu aberrationsfrei Abbildung ermöglichen. Für die vollständige und somit auch beugungsfreie Abbildung einer Feldverteilung muss darauf geachtet werden, dass die numerische Apertur des abgestrahlten Feldes wesentlich kleiner ist als die numerische Apertur des verwendeten Objektivs. Die Kalibrierung der Abbildung über ein Mikroskopobjektiv erfolgt anhand der Abbildung eines Kalibriernormales bekannter Linienbreite. Aus den gemessenen Intensitätsverteilungen lässt sich die Modenfeldbreiten und die Anzahl der Moden bestimmen.

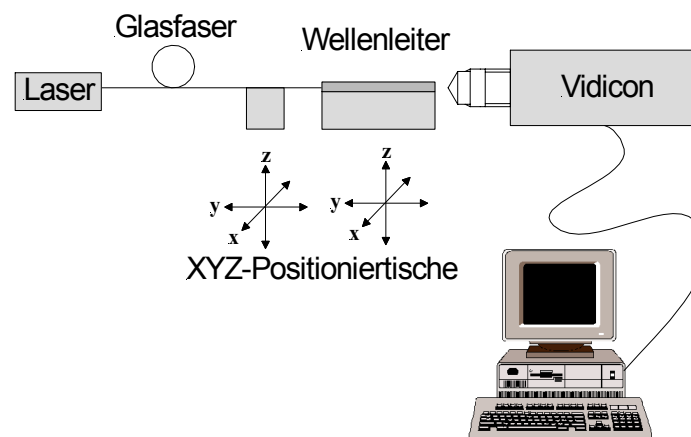


Abb. 4-2 Schematische Darstellung des Messaufbaus bei der Nahfeldmessung.

#### 4.1.4 Dämpfungsmessungen

Eine der wichtigsten Kenngrößen integrierter optischer Komponenten ist die Einfügedämpfung. Zur Einfügedämpfung zählen sowohl die Ein- und Auskoppeldämpfungen an den Enden des Bauelementes als auch die intrinsische Wellenleiterdämpfung, die sich aus Absorption, Volumen- und Oberflächenstreuung zusammensetzt. Trägt man die ermittelten (polarisationsabhängigen) Einfügedämpfungen über der Länge der Wellenleiter auf, so kann die längenbezogene intrinsische Dämpfung aus der Ausgleichsgeraden ermittelt werden. Die Hauptschwierigkeit dieser Methode liegt darin, dass die Einkoppelbedingungen reproduzierbar für jede Messung vorgenommen werden können. Die exponentielle Abhängigkeit der Einfügedämpfung von der Länge ist ein Maß für die Verlässlichkeit dieser Methode. Neben den Dämpfungsmessungen bei der festen Betriebswellenlänge ( $1.55 \mu\text{m}$ ) ist auch der spektrale Verlauf und die polarisationsabhängige Dämpfung von Interesse. Zur Charakterisierung von Verzweigern sind weiterhin die Bestimmung der Einfüge-, Übersprechdämpfung und Uniformität der einzelnen Verzweigerkanäle erforderlich. Die

Einfügedämpfung wird über die Verhältnisse von eingestrahler zu abgestrahler optischer Leistung bestimmt. Abb. 4-3 zeigt den verwendeten Messaufbau. Licht, das entweder von einem Laser oder Monochromator in den zu untersuchenden Wellenleiter mittels einer monomodigen Glasfaser eingekoppelt wird, wird am Wellenleiterausgang in eine zweite monomodige Glasfaser eingekoppelt. Die Intensitätsmessung erfolgt mit einem optischen Leistungsmessgerät. Aufgrund der Länge der hier verwendeten Wellenleiter von mehreren Zentimetern ist Streulicht das den Detektor bzw. in die Ausgangsfaser eingekoppelt zu vernachlässigen.

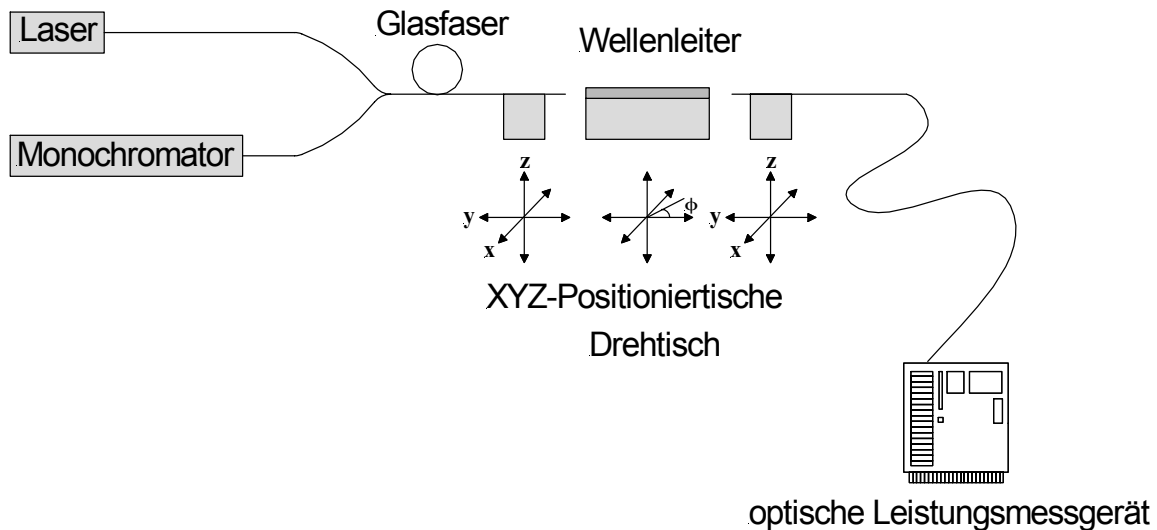


Abb. 4-3 Schematische Darstellung des Dämpfungsmessplatz

## 4.2 Chemische Analyse

### 4.2.1 Optische Spektroskopie

Die Untersuchung der fotolytischen Prozesse in Abhängigkeit äußerer Bedingungen wurde mit Hilfe spektroskopischer Methoden durchgeführt. Die optische Spektroskopie umfasst hierbei den Spektralbereich vom Ultravioletten bis zum Infraroten. Bei der Identifizierung der fotochemischen Reaktionsprodukte können Stoffgruppen durch direkten Vergleich mit Referenztabellen, die die ungefähre Lage der funktionellen Gruppen enthalten, identifiziert werden. Eine ausführliche Beschreibung spektroskopischer Methoden in der organische Chemie ist in entsprechender Fachliteratur zu finden, bsp. [Hess02], [Schm00], [Günz96], [Humm91].

#### IR-Spektroskopie

Die für die Strukturaufklärung von Polymeren besonders nützlichen Absorptionsbanden liegen im mittleren infrarot Bereich von  $2,5 \mu\text{m}$  bis  $25 \mu\text{m}$  (das entspricht einer Wellenzahl von:  $4000 \text{ cm}^{-1}$  bis  $400 \text{ cm}^{-1}$ ). Hierbei gilt für die Wellenzahl  $\nu$ :

$$\nu \text{ (cm}^{-1}\text{)} = \frac{10^4}{\lambda \text{ (\mu m)}} \quad (4.7)$$

Für die Spektreninterpretation sind vor allem solche Schwingungen nützlich, die sich in erster Näherung auf Einzelbindungen oder funktionelle Gruppen eines Moleküls beschränken, d.h. lokalisierte Schwingungen. Auswahlregeln und Kennzeichnung der lokalisierten Schwingungen können aus der Literatur entnommen werden (Bsp. [Hess02]). Unterhalb  $1500 \text{ cm}^{-1}$  treten Gerüst-, Ober- und Kombinationsschwingungen auf, die aufgrund von Überschneidungen eine Zuordnung erschweren. Ein IR-Spektrum besteht somit aus zwei großen Bereichen: Oberhalb  $1500 \text{ cm}^{-1}$  befinden sich Absorptionsbanden, die den einzelnen funktionellen Gruppen zugeordnet werden können, während der Bereich unterhalb  $1500 \text{ cm}^{-1}$  viele Banden enthält und das Molekül als ganzes charakterisiert. Dieser Bereich wird als „fingerprint“-Region bezeichnet. Für die Aufnahme der Spektren wurde ein FTIR-Spektrometer (Bruker IFS 48V) verwendet.

### Raman-Spektroskopie

Raman-Spektren werden im Allgemeinen nicht routinemäßig in der organischen Chemie eingesetzt. Trotzdem kann die Raman-Spektroskopie bei speziellen Problemen eine nützliche Ergänzung zur IR-Spektroskopie sein da, im Gegensatz zur Erzeugung einer IR-Absorption, durch Änderung des Dipolmoments, eine Änderung der Polarisierbarkeit des Moleküls erforderlich ist, um ein Raman-Emissions-Spektrum zu erzeugen. Somit eignet sich die Raman-Spektroskopie besonders zur Charakterisierung unpolarer oder wenig polarer Bindungen. Besonders geeignet ist die Raman-Spektroskopie zur Bestimmung des Gehalts an ungesättigten Bindungen, die durch fotochemische Reaktionen entstehen. Generell ist für die Ungesättigkeitsbestimmung in Polymethylmethacrylat die Raman-Spektroskopie aufgrund der hohen Intensität der C=C-Bande deutlich geeigneter als die Infrarot-Spektroskopie. Die Raman-Spektroskopie beruht auf der Absorption eines Photons und Reemission. Das emittierte Photon hat aufgrund der Aufnahme bzw. Abgabe eines Phonons eine um ein Schwingungsquant verschobene Energie. Die Raman-Linien werden als Stokes- und anti-Stokes-Linie bezeichnet. Charakteristisch für ein Molekül sind somit die Differenzen der Frequenzen der Raman-Linien von der Anregungsfrequenz. Sie können auch im IR-Spektrum wiedergefunden werden. In dieser Arbeit wurde mit einem Laser-Raman-Spektrometer von COHERENT (HDV5G-A6760) mit einer Anregungsfrequenz von  $19531.25 \text{ cm}^{-1}$  gearbeitet.

### UV/VIS-Spektroskopie

Die UV-Spektroskopie ist ein Verfahren der optischen Spektroskopie, das auf der spezifischen Absorption von Ultraviolettstrahlung durch UV-aktive Moleküle (Chromophore) beruht. Die Nomenklatur zur Kennzeichnung von Elektronenzuständen und den zwischen ihnen möglichen Übergängen kann aus der Literatur entnommen werden. In dieser Arbeit wird das Nomenklatursystem nach Kasha verwendet. Als Arbeitsbereich der UV-Spektroskopie ist im Allgemeinen der Wellenlängenbereich von  $400\text{--}200 \text{ nm}$  ( $\nu = 25000\text{--}50000 \text{ cm}^{-1}$ ) zu betrachten. Prinzipiell gleichartig – und deshalb im allgemeinen zusammen. mit der UV-Spektroskopie behandelt – funktioniert die Spektroskopie im Sichtbaren (engl. Abk.: Vis-Spectroscopy), d.h. bei den Wellenlängen von  $400\text{--}800 \text{ nm}$  ( $\nu = 25000\text{--}$

12500 cm<sup>-1</sup>). Das verwendete UV/VIS Spektrometer Lambda 2 von Perkin Elmer deckt einen Wellenlängenbereich von 190-1100 nm ab. Alleine eignet sich die UV/VIS-Spektroskopie nicht zur Strukturbestimmung einzelner Verbindungen. Im Gegensatz zur IR- oder Raman-Spektroskopie werden nur Chromophore mit  $\pi$ -Elektronensystem erfasst, auf deren Spektrenform die zu untersuchenden fotochemisch induzierten Umlagerungen nur einen geringen Einfluss ausüben. Jedoch erlaubt gerade die Verbindung der unterschiedlichen spektroskopischen Methoden die Interpretation der Feinstruktur, bathochromer Effekte (langwellige Verschiebung) hypsochromer Effekte (kurzwellige Verschiebung) hyperchromen Effekte (Intensitätserhöhung) oder hypochromer Effekte (Intensitätserniedrigung).

#### 4.2.2 Weitere Methoden

##### DSC (Differential Scanning Calorimetry)

Die DSC (Differential Scanning Kalometrie) ist eine kalorimetrische Analysenmethode zur Bestimmung der Temperaturfunktionen von physikalisch und chemischen Größen von Polymeren, mit deren Hilfe Rückschlüsse auf Phasenumwandlungen sowie auf die Stabilität/Reaktivität instabiler Verbindungen gezogen werden können. Die DSC arbeitet nach folgendem Prinzip: In einem Ofen befinden sich zwei symmetrisch angeordnete Halterungen, von denen die eine die zu untersuchende Probe, die andere eine Vergleichssubstanz enthält. Letztere zeigt im zu untersuchenden Temperatur-Bereich keine thermische Reaktion. Die Temperatur der Probe oder die der Vergleichssubstanz sowie die Temperaturdifferenz zwischen beiden werden mit Thermoelementen gemessen und ihr zeitlicher Verlauf registriert. Wenn in der Probe eine exotherme oder endotherme Reaktion auftritt, ist dies in einer Temperaturdifferenz zwischen Vergleichssubstanz und Probe zu beobachten. Somit ermöglicht sie in vorliegender Arbeit die durch photoinduzierte chemische Umwandlung entstehenden Produkte temperaturabhängig zu analysieren. Weiterhin erlaubt sie eine einfache Abschätzung des Einsatzbereiches der UV-induzierten Wellenleiter aufgrund ihrer Glasübergangstemperatur.

Für sensorische Anwendungen der Wellenleiter, bei der die modifizierte Polymeroberfläche mit einer zu analysierenden Substanz in Wechselwirkung tritt (evaneszente Feld Sensoren), sind Oberflächeneigenschaften wie Benetzbarkeit und Oberflächenladungsdichte von größter Bedeutung.

##### Kontaktwinkeltitration

Die Messungen der Benetzbarkeit wurde mit Hilfe von Kontaktwinkelmessungen untersucht. Aus der Messung der Differenz des sogenannten "fortschreitenden" (engl.: advancing) und "rückschreitenden" (receding) Kontaktwinkels (Hysterese) ist es möglich Rückschlüsse auf die Korrosion des Materials zu ziehen. Es wird hierzu mit einer feinregulierbaren Spritze ein Flüssigkeitstropfen auf der Probenoberfläche langsam aufgebläht und mit einem Mikroskop der fortschreitende (advancing) Winkel zwischen Tropfenrand und Probenoberfläche bestimmt. Beim Einsaugen des Wassers lässt sich der rückschreitende (receding) Kontaktwinkel messen. Durch pH-Wert -abhängige Kontaktwinkelmessungen können weiterhin Rückschlüsse auf die (De-)protonierbarkeit von der modifizierten Oberfläche gezogen werden [Wall97], [Brui92]. Die Kontaktwinkel wurden mit einem Goniometer von

Dataphysics gemessen. Advancing und receding Winkel von Pufferlösungen (Citrat-Phosphat-Borat Puffer nach Toerell und Stenhagen) wurden von pH<sup>2</sup> bis pH<sup>8</sup> bestimmt. Weiterhin können die pK<sub>α</sub>-Werte aus der pH-Wert-Abhängigkeit bestimmt werden

### Farbstoffbindung

Adsorptions- und Desorptionsverhalten an Oberflächen sind weiterhin eng verbunden mit der Oberflächenladungsdichte. Für die Untersuchung der Oberflächenladungsdichte der modifizierten Polymeroberflächen wurden Farbstoffbindungs-Untersuchungen [Brui92] durchgeführt. Hierzu wurde Kristallviolett (Hexa-N-methylparafuchsinchlorid, C<sub>25</sub>H<sub>30</sub>CN<sub>3</sub>) aus einer 0.001 molaren H<sub>2</sub>O-Lösung an der Oberfläche adsorbiert. Anschließend wurde die Probe mit H<sub>2</sub>O gespült und der Farbstoff mit einer Lösung aus 80 vol. % Ethanol und 20 vol.% 0.1 molarer HCl desorbiert. Die Farbstoffkonzentration der Spüllösungen wurde anschließend durch Extinktionsmessungen bei  $\lambda = 591 \text{ nm}$  bestimmt. Der Extinktionskoeffizient von Kristallviolett  $\varepsilon (\text{C}_{25}\text{H}_{30}\text{CN}) = 100 \mu\text{mol}^{-1}/\text{cm}^2$  wurde in einer unabhängigen Referenzmessung bestimmt. Unter der Annahme eines idealen adsorptions-/desorptions-Verhalten (d.h. keine Mehrschichtbildung, keine sterische Hinderung) konnte von der Farbstoffkonzentration auf die negative Oberflächenladungsdichte geschlossen werden.

## 5 Optisches Design und numerische Simulation

In diesem Abschnitt werden basierend auf den bisher vorgestellten theoretischen Grundlagen alle systembestimmenden Größen mittels einer BPM-Simulationssoftware [Rsof02] bestimmt. Berechnet wird die Cut-off-Breite bis zu der der Wellenleiter monomodig bleibt, für die relevanten Streifenwellenleitertypen, unter Verwendung experimentell bestimmter Brechzahlprofilen. Weiterhin wird die axiale und laterale Koppel-effizienz einer Komponente bestimmt, um eine Aussage über einzuhaltende Fertigungstoleranzen machen zu können. Die minimale Grubentiefe bzw. Rippenhöhe wird aus simulierten Modenfeldern abgeschätzt, um ein Übersprechen zwischen den Wellenleitern zu verhindern. Neben geraden Wellenleiterstrukturen, die für eine Charakterisierung und Optimierung der Prozessparametern dienen, wurden symmetrische Y-Verzweiger entworfen. Die Optimierung des Designs wurde im Hinblick auf prozesstechnisch realisierbare Strukturen mit der LIGA-Technik durchgeführt.

### 5.1 Monomodegrenze und Übersprechen der Streifenwellenleiter

Alle Moden  $HE_{mn}$  bzw.  $EH_{mn}$  mit  $m$  oder  $n \geq 1$  sind bei vorgegebener Geometrie des Wellenleiters erst ab einem gewissen Brechzahlhub von Film gegenüber Substrat und Deckschicht ausbreitungsfähig. Umgekehrt kann bei vorgegebenem Brechzahlhub die Wellenleitergeometrie so gewählt werden, dass nur die Grundmode ausbreitungsfähig ist. Um weiterhin Abstrahlverluste in Wellenleiterkrümmungen möglichst gering zu halten, muss die Wellenleitergeometrie daraufhin optimiert werden, dass der Wellenleiter nahe an der Zweimodigkeit betrieben werden kann. Die für diese Arbeit wichtigen Streifenwellenleiterstrukturen sind in Abb. 5-1 dargestellt. Hierbei stellen die Strukturen links und in der Mitte teilweise versenkte Wellenleiter dar, rechts handelt es sich um einen aufliegenden Wellenleiter. Die systembestimmenden Größen sind die Dicke  $d$  der wellenführenden Schicht, die durch das UV-induzierte Brechzahlprofil vorgegeben wird, und die frei wählbare Breite  $b$  und Grubentiefe  $t$ .

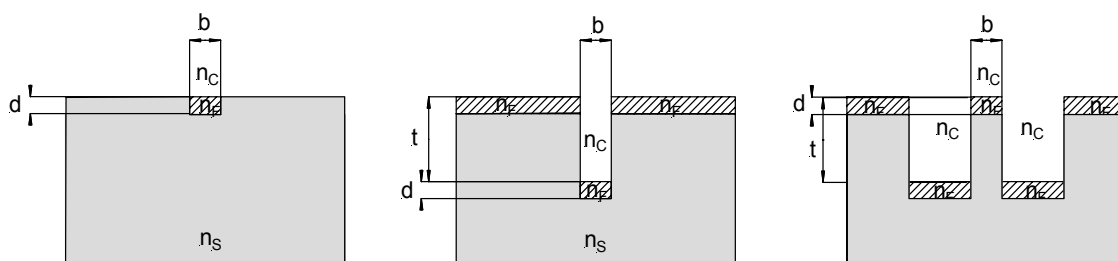


Abb. 5-1 Schematische Darstellung der möglichen Streifenwellenleiterstrukturen bei der in dieser Arbeit verwendeten Maskierung. (links, mitte) teilweise versenkter Streifenwellenleiter, (rechts) aufliegender Wellenleiter. Weiterhin sind die systembestimmenden Größen für Cut-off-Breite und Übersprechen zwischen den Wellenleitern bei den verwendeten Wellenleitertypen eingezeichnet.

Um eine optimale Wellenleiterbreite  $b$  bei vorgegebenem Brechzahlprofil zu bestimmen, wurden BPM-Simulationen durchgeführt. Aufgrund des kleinen Brechungsindex-Kontrastes der UV-induzierten Wellenleiter ist eine skalare BPM-Rechnung ausreichend. Als Eingabeparameter dienten die aus der Modenlinienspektroskopie experimentell bestimmten Brechzahlprofilen (siehe Kapitel 7.2 und 7.3). Der Verlauf wurde hierbei mit einer Exponentialfunktion mit einer Abklingkonstanten von  $5 \mu\text{m}$  angefügt.

$$n_{film} = n_s + \Delta n \cdot \exp(-x/5 \mu\text{m}) \quad (5.1)$$

$\Delta n$  entspricht dem durch die Fotolyse erreichten maximalen Indexhub an der Oberfläche des Wellenleiters. Parallel zur Oberfläche wurde ein Stufenindexprofil angenommen. Die Abhängigkeit des effektiven Brechungsindex der Moden von der Wellenleiterbreite für die in Abb. 5-1 mitte und rechts gezeigten Fälle sind in Abb. 5-2 und Abb. 5-3 dargestellt. Bei beiden Wellenleitertypen verschiebt sich die Monomodegrenze mit abnehmenden  $\Delta n$ , zu größeren Wellenleiterbreiten. Um jedoch eine möglichst starke Führung bei gleichzeitig hoher Koppeffizienz zu einer Monomodefaser zu gewährleisten, sind Wellenleiterbreiten größer  $10 \mu\text{m}$  nicht sinnvoll. Weiterhin ist zu bemerken, dass die Grundmode erst bei einer endlichen Breite der Wellenleiter ausbreitungsfähig ist, was auf die Asymmetrie der Brechzahl von Deckschicht  $n_c$  und Substrat  $n_s$  zurückzuführen ist (vgl. Abb. 3-2). Bei gleichem  $\Delta n$  verschiebt sich beim aufliegenden Wellenleiter die Monomodegrenze im Vergleich zum teilweise versenkten Wellenleiter, zu größeren Wellenleiterbreiten. Da sowohl parallel zur Oberfläche, wie auch bei der Abdeckung des Wellenleiters mit einem Cladding-Material eine Verschmierung des Brechzahlprofils aufgrund von Diffusionsprozessen zu erwarten ist und weiterhin Maßabweichungen beim LIGA-Verfahren vom CAD-Design zu erwarten sind, wurde die Wellenleiterbreite für den bündig versenkten Streifenwellenleiter auf  $3.5 \mu\text{m}$ ,  $5.5 \mu\text{m}$ ,  $7.5 \mu\text{m}$  und für den aufliegenden Wellenleiter auf  $5.5 \mu\text{m}$ ,  $7.5 \mu\text{m}$  und  $9.5 \mu\text{m}$  festgelegt. Somit ist einerseits ein Erhalt der Monomodigkeit bei möglichst großem  $\Delta n$  und andererseits eine hohe Koppeffizienz zu einer Monomodefaser gewährleistet. Für den in Abb. 5-1 links dargestellten Fall eines bündig versenkten Wellenleiters, wurden für die Cut-off-Breiten und Kopplungsverhalten nahezu identische Ergebnisse wie für den soeben beschriebenen Fall eines teilweise versenkten Grubenwellenleiters gefunden.

Weiterhin ist bei dem verwendeten Maskierungsverfahren eine Entkopplung zwischen den Wellenleitern am Grubenboden bzw. Rippenoberfläche von den restlichen an der Oberfläche entstehenden Wellenleiter nötig. Einerseits kann dies durch eine große Tiefe der Grube gewährleistet werden, andererseits bedeutet dies hohe Aspektverhältnis, die prozess-technisch nicht zu realisieren sind. Um eine minimale Grubentiefe bzw. Rippenhöhe zu finden, wurde aus simulierten Modenfeldern die Tiefe bzw. Höhe abgeschätzt, die nötig ist ein Übersprechen zwischen den Wellenleitern zu verhindern. Hierzu sind in Abb. 5-4 die Modenfeldverteilungen der relevanten Wellenleitertypen dargestellt. Da die Wellenleiter nicht mit einem Mantelmaterial abgedeckt werden, entsteht aus dem asymmetrischen Brechzahlprofil eine asymmetrische Feldverteilung. Die evaneszenten Felder sind innerhalb des Substrates nach ca.  $10 \mu\text{m}$  abgeklungen. Oberhalb der Wellenleiter beträgt die Ausdehnung der Felder aufgrund der größeren Brechungsindexdifferenz zwischen Wellenleiter und Luft nur ca.  $1 \mu\text{m}$ . Zu einer vollständigen Entkopplung der Wellenleiter muss also die minimale Grubentiefe bzw. Rippenhöhe ca.  $11 \mu\text{m}$  betragen.

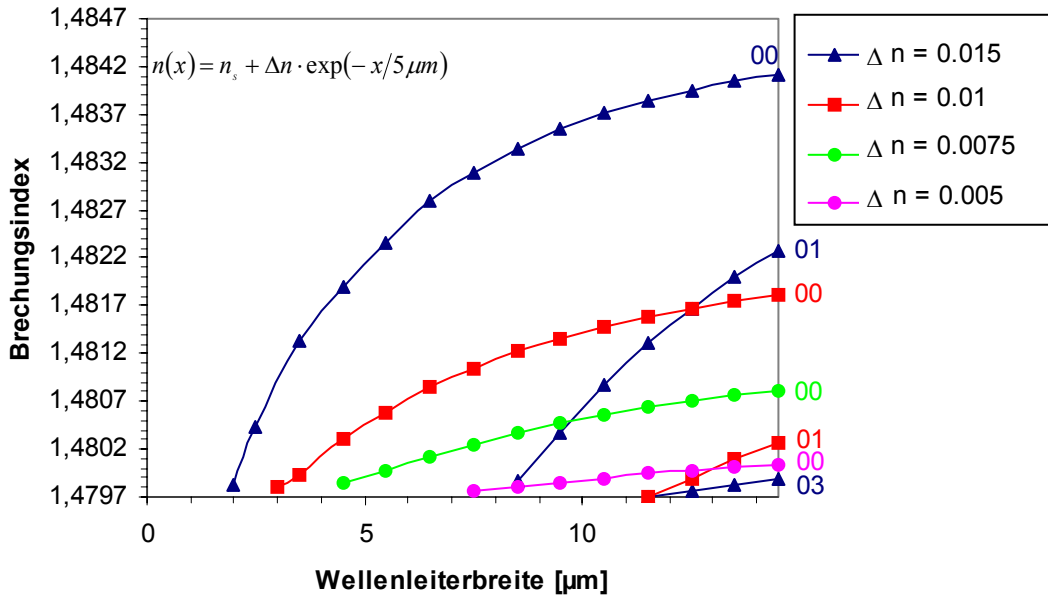


Abb. 5-2 Effektive Modenbrechzahl in Abhängigkeit der Wellenleiterbreite für teilweise versenkten Gruben-Streifenwellenleiter.

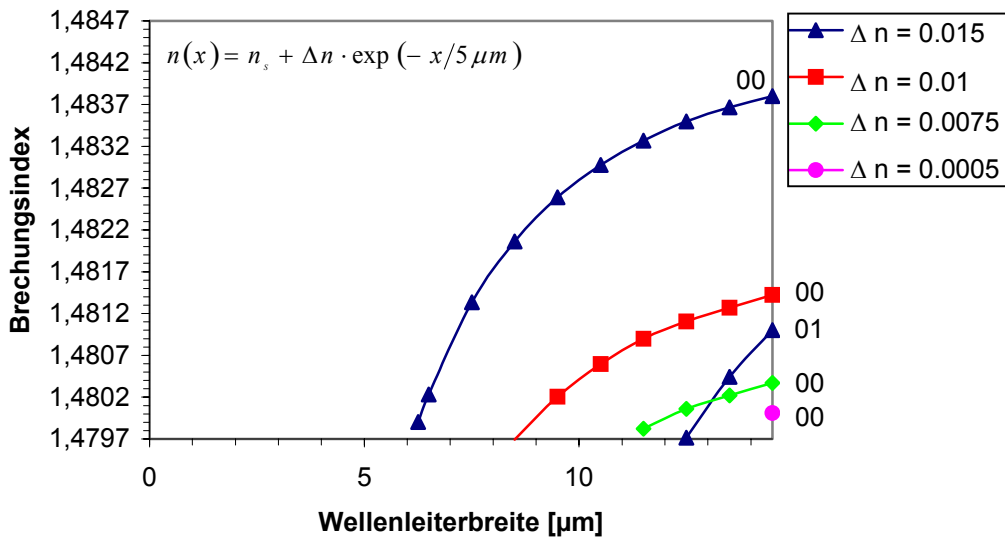


Abb. 5-3 Effektive Modenbrechzahl in Abhängigkeit der Wellenleiterbreite für aufliegenden Streifenwellenleiter.



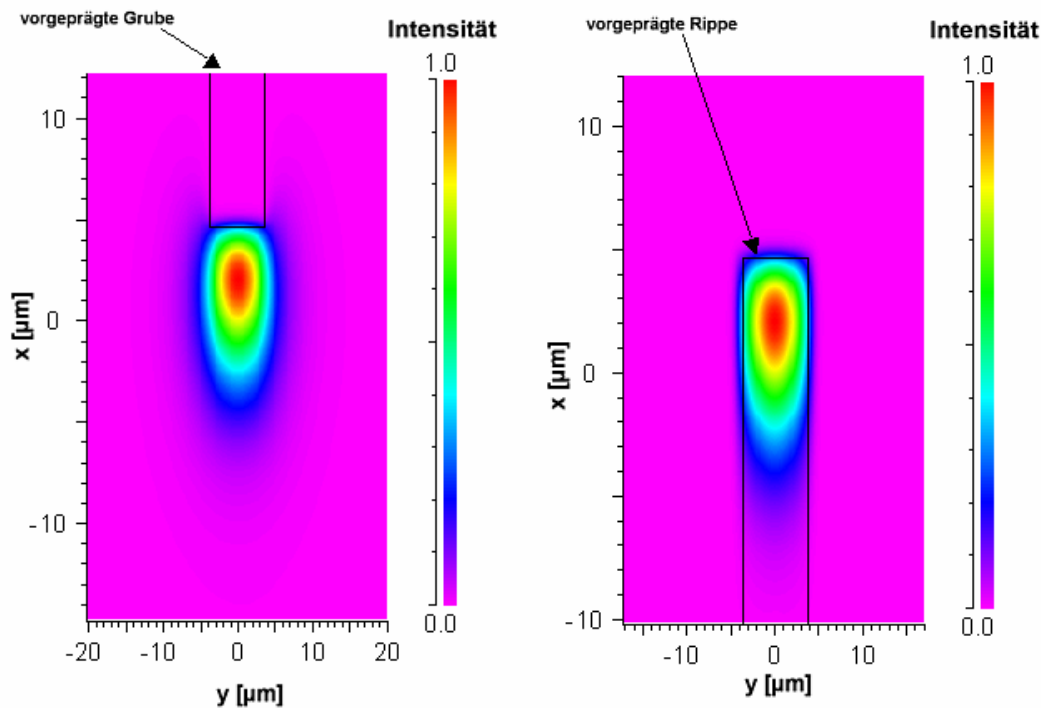


Abb. 5-4 Modenfeldverteilung der Grundmode für einen  $7.5 \mu\text{m}$  breiten teilweise versenkten (links) und aufliegenden Streifenwellenleiter (rechts).

## 5.2 Koppelverluste

Da durch die gleichzeitige Fertigung von Faserhalterung und Wellenleiter mittels einer Maske gewährleistet ist, dass Verkippungen und transversale Versätze innerhalb der Substratebene vernachlässigbar sind, beschränkt sich die Berechnung der Koppelverluste auf axiale und transversale Versätze senkrecht zur Substratebene. Axiale Versätze können durch Justiergenauigkeiten bei der Röntgentiefenlithographie gegenüber dem vorstrukturierten gestuften Substrat oder Maßabweichungen von gestuften Substrat oder Röntgenmaske verursacht werden (Kapitel 8.2). Transversale Versätze senkrecht zur Substratebene können durch die unzureichend genaue Einstellung der Stufenhöhe bei der Herstellung der Substrate entstehen (Kapitel 8.2). Weiterhin ist die Kenntnis der optimalen Einkoppelposition der Faser relativ zur Wellenleiteroberfläche nötig, um bei der Herstellung von gestuften Substraten die Stufenhöhe zu kennen. Die Berechnung der Koppelverluste der unterschiedlichen Wellenleitertypen mit einer Standard-Monomodefaser aufgrund von Modenfeldanpassung, lateralen oder axialen Versätzen erfolgte mit Hilfe der simulierten Modenfeldverteilungen. Nach der Berechnung der entsprechenden Modenfelder von Wellenleiter und Monomodeglasfaser ( $n_{\text{Mantel}} = 1.463$ ,  $n_{\text{Kern}} = 1.463 @ 1.55 \mu\text{m}$  und Kernradius  $r_k = 4.6$ ) wurde der Korrelationskoeffizient durch Berechnung des Überlappintegrals (3.31) bestimmt.

Für die Berechnung der Modenfelder wurde ein maximaler Indexhub von  $\Delta n = 0.015$  in Gleichung (5.1) angenommen. Die besten Einkoppelwirkungsgrade wurden beim versenkten Wellenleiter (Abb. 5-1 mitte) für eine Wellenleiterbreite von  $7.5 \mu\text{m}$  und für den aufliegenden

Wellenleiter (Abb. 5-1 rechts) für eine Wellenleiterbreite von  $9.5 \mu\text{m}$  erzielt. Abb. 5-5 zeigt den Einkoppelkoeffizienten für transversale Versätze senkrecht zur Substratebene für diese beiden Fälle. Aufgrund der stark asymmetrischen Feldverteilung senkrecht zur Oberfläche (siehe Abb. 5-4) wird ein maximaler Modenfeldüberlapp erzielt, wenn sich der Mittelpunkt des Faserkerns ca.  $3.5 \mu\text{m}$  unterhalb der Wellenleiteroberfläche befindet. Bei beiden Wellenleitertypen wird bei einer optimalen Positionierung der Faser ein sehr geringer Koppelverlust von  $0.3 \text{ dB}$  für den versenkten und  $0.6 \text{ dB}$  für den aufliegenden Wellenleiter erzielt. In beiden Fällen fallen die Koppelkoeffizienten innerhalb weniger Mikrometer drastisch ab.

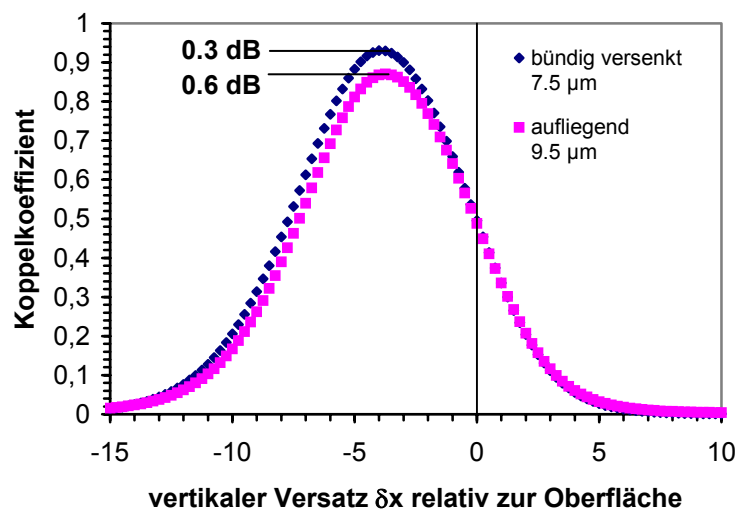


Abb. 5-5 Maximaler Einkopplungswirkungsgrad bei vertikalem Versatz  $\delta x$  relativ zur Oberfläche. Die Wellenleiteroberfläche befindet sich bei  $x=0$ .

Wie oben beschrieben können axiale Versätze aufgrund von Justierungenauigkeiten oder Maßabweichungen von Röntgenmaske und Substrat auftreten. Abb. 5-6 zeigt den Koppelkoeffizienten für axiale Versätze  $\delta z$  bei optimaler lateraler Einkoppelposition. Die axialen Versätze fallen hier weniger drastisch aus als die Lateralen. Da Justierungenauigkeiten von Maske und Substrat maximal ca.  $\pm 5 \mu\text{m}$  betragen und die laterale Maßabweichungen bei der Strukturierung der gestuften Substrate kleiner als  $\pm 5 \mu\text{m}$  sind (Kapitel 8.2), sind axiale Versätze von untergeordneter Bedeutung. Die Koppelverluste werden somit von der Einstellung der Stufenhöhe bei der Formeinsatzherstellung bestimmt.

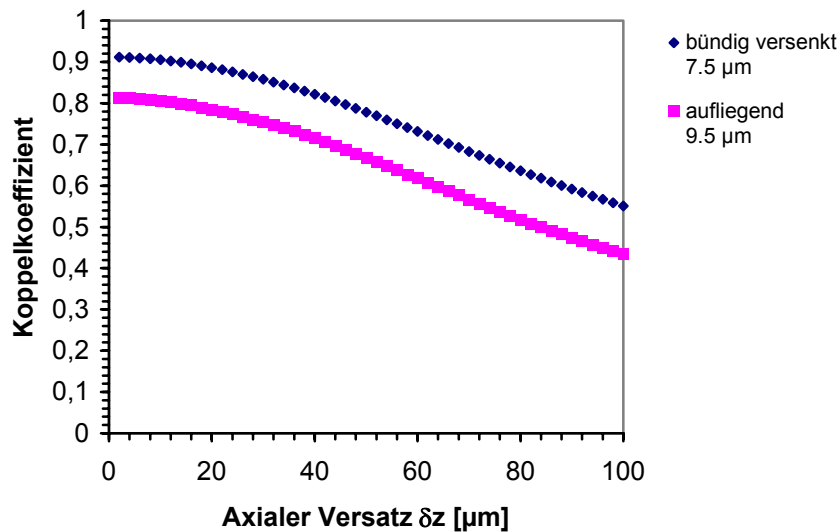


Abb. 5-6 Einkopplungswirkungsgrad bei axialem Versatz  $\delta z$ .

### 5.3 Y-Verzweiger

Verzweigerelemente sind Bestandteil fast aller integriert optischen Schaltungen. Mit ihrer Hilfe lassen sich die optischen Signale auf verschiedene Kanäle verteilen, wobei eine Vielzahl verschiedener Funktionen realisiert werden können wie z.B. symmetrische gleich und gegenphasige Aufteilung, asymmetrische Aufteilung etc. Von besonderem Interesse sind symmetrische Y-Verzweiger. Sie bilden die Basis für eine 1 x N-Kaskadenverzweigung wie auch für Grundbauelemente in der Sensorik, wie z.B. Mach-Zehnder Interferometer. Die grundlegende Funktionsweise des Y-Verzweigers wird anhand von Abb. 5-7 deutlich. Das Bauelement besteht insgesamt aus drei verschiedenen Wellenleiterbereichen. Einem monomodigen Eingangswellenleiter der Breite  $d$ , einem Wellenleiterübergang (Taper), der den Wellenleiter aufweitet, so dass außer der Grundmode auch noch die nächste Mode ausbreitungsfähig sein kann. Durch Vermeidung jeglicher Wellenleiterstörung und Einhaltung einer hohen Symmetrie kann erreicht werden, dass nur die Grundmode angeregt bleibt. Infolge der Brechungsindexinhomogenität bei  $z=0$  treten Strahlungsverluste auf. Beim Übergang auf die zwei Ausgangswellenleiter wirken die beiden Wellenleiter wie gekoppelte Wellenleiter. Nach einer Länge  $L_k$  sind die Wellenleiter vollständig voneinander entkoppelt. Jetzt können Krümmungen eingesetzt werden, um die beiden Ausgänge auf den gewünschten Abstand zu bringen.

Die Berechnung der Verluste für die in dieser Arbeit realisierten Y-Verzweiger wurde mittels einer BPM-Rechnung durchgeführt. Abb. 5-8 stellt den Verlustgrad in einem Arm eines symmetrischen Y-Verzweigers in Abhängigkeit seines Öffnungswinkels  $\alpha$  dar. Als Brechungsindexprofil wurde wiederum das aus der Modenlinienspektroskopie resultierende exponentielle Profil mit  $\Delta n = 0.015$  und einer Wellenleiterbreite von  $5.5 \mu\text{m}$  angenommen. Die Simulationen ergeben die Forderung, dass der Verzweigeröffnungswinkel für beide Wellenleitertypen sehr klein sein muss, da sonst sehr große Verluste auftreten. Aus prozesstechnischen Gründen muss hier ein Kompromiss aus Theorie und Praxis gefunden

werden. Bei der Herstellung mittels vorgeprägten Substraten und bedingt auch bei der Direktbelichtung über eine Chrommaske, sind extrem scharfe Spitzen aufgrund kleiner Öffnungswinkel überhaupt nicht zu realisieren (siehe Kapitel 8.2). Man erhält einen mehr oder weniger abgerundeten Übergang. Um ein Ablösen bzw. Abreißen der Spitze beim Vorprägen der Substrate bzw. eine zu große Kantenverschmierung aufgrund des Proximity-Effekt bei der Abbildung über eine Chrommaske zu vermeiden, wurden sehr große Öffnungswinkel von  $1.5^\circ$  bis  $4^\circ$  gewählt. Der Verrundungsradius der Spitze wurde auf  $0.5\ \mu\text{m} - 1\ \mu\text{m}$  festgesetzt. Beispiele für Designkonzepte für die Verlustminimierung an Y-Verzweigen sind in der Literatur zahlreich beschrieben worden z.B. [Hana85], [Kart91], [Shei87], in dieser Arbeit wurde der Y-Verzweiger im Hinblick auf die Evaluierung von prozessspezifischen Realisierungsgrenzen entworfen.

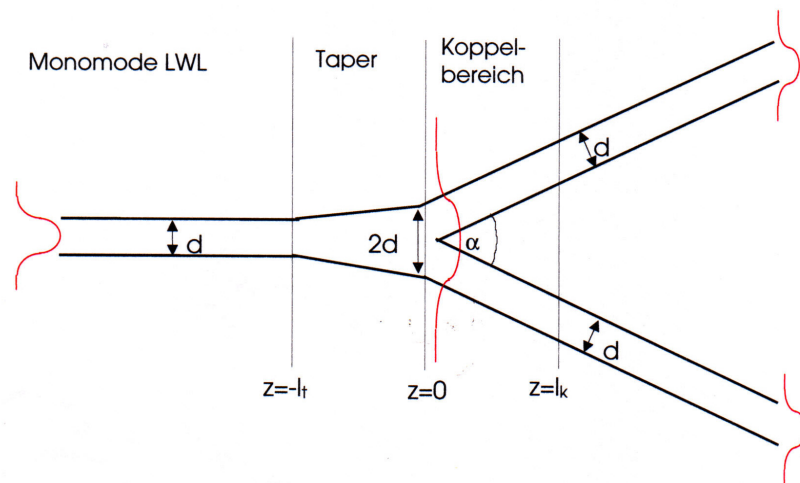


Abb. 5-7 Schematische Darstellung eines Y-Verzweigers.

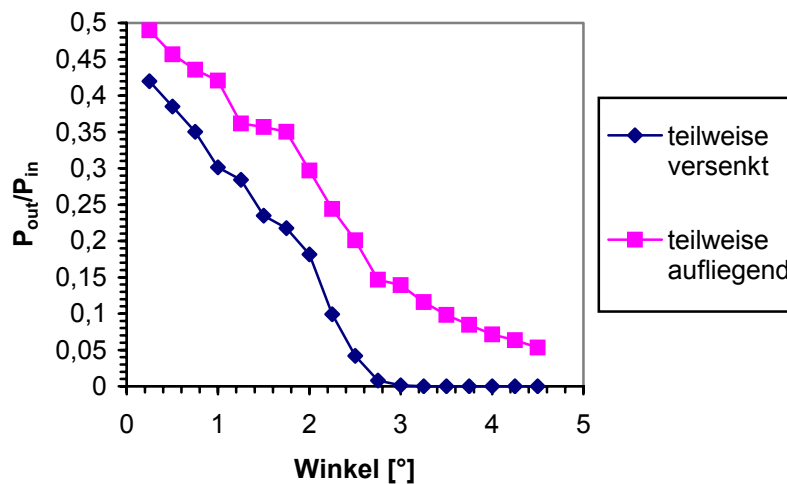


Abb. 5-8 Verlustgrad in einem Arm eines symmetrischen Y-Verzweigers. Auf der Abszisse ist der Öffnungswinkel des Verzweigers dargestellt.

## **6 Untersuchung der Abhängigkeit fotolytischer Prozesse von Polymethylmethacrylat (PMMA) von äußeren Bedingungen**

Getrieben von der vielfältigen Verwendung von Polymeren als Konstruktionswerkstoff wurden in den letzten Jahrzehnten die Beständigkeit von Polymeren gegenüber Umgebungseinflüssen wie ionisierender Strahlung, thermischen, mechanischen oder biologischen bzw. chemischen Einflüsse zahlreich untersucht. Das Verständnis der Degradationsmechanismen war hierbei für den Einsatzbereich und das Auffinden von Stabilisierungsmaßnahmen unerlässlich. Ausführliche Darstellungen findet man beispielsweise in [Gras88], [Schn81], [Dole78], [Scot90], [Jell78], [Geus75]. Das Verständnis der Degradationsmechanismen in der Mikrostrukturtechnik kam beispielsweise bei der Lithographie oder ablativen Verfahren wie laser- oder plasmaunterstützten Verfahren zur Anwendung. Die Modifikation der physikalischen, insbesondere der dielektrischen Eigenschaften der Polymere durch Degradation fand jedoch in der Mikrostrukturtechnik selten Anwendung.

Eine der wichtigsten Voraussetzungen für das Auffinden relevanter Prozessparameter und deren Optimierung bei der Herstellung von UV-induzierten Wellenleitern ist die Kenntnis der Reaktionsmechanismen und Reaktionskinetik der fotochemischen Umwandlung in Abhängigkeit von äußeren Bedingungen und der damit verbundenen Änderungen relevanter physikalischer Größen. Neben der Untersuchung des Verhaltens von reinem und technischem Polymethylmethacrylat (PMMA) gegenüber ionisierender Strahlung wurden auch Möglichkeiten der Beeinflussung der Reaktionen durch äußere Bedingungen bzw. nachgeschaltete sekundäre Prozesse untersucht. Zur Charakterisierung der Veränderung der chemischen Struktur des Polymers wurden hierzu spektroskopische Methoden (UV/VIS-, IR-, Raman-Spektroskopie) herangezogen. Die optischen Eigenschaften sowie deren Zeit- und Temperaturverhalten wurde mit Hilfe der Modenlinienspektroskopie bzw. mittels DSC untersucht. Durch ein inverses WKB-Verfahren konnten hierbei aus den gemessenen Modenspektren Brechungsindexprofile rekonstruiert werden. Zur weiteren Analyse der Brechungsindexprofile wurden gemessene Modenlinienspektren mit universell berechneten Modendiagrammen verglichen.

### **6.1 Experimenteller Aufbau**

Als Lichtquelle für die Herstellung der Wellenleiter durch Fotolyse diente ein UV-Strahler UVAPRINT CM (Dr. Höhnle GmbH), der mit einer Quecksilber-Xenon Hochdrucklampe (Bogenleistung 150 W/cm) ausgestattet war. Das Licht der Bogenlampe wurde mit Hilfe eines parabolischen Reflektors auf einen 45°-Kaltspiegel fokussiert (Abb. 6-1). Der Reflexionsbereich des Spiegels lag zwischen 220 nm und 420 nm, der IR und VIS-Anteil des Spektrums wurde in ein Kühlsystem geleitet. Die Lampenintensität konnte hierbei zwischen 0 - 2.4 mW/cm<sup>2</sup> geregelt werden (gemessen bei 240 nm am Ort der Probe). Die Homogenität

der Intensitätsverteilung über einen 4"-Wafer betrug  $\pm 5\%$ . Die in dieser Arbeit verwendeten Bestrahlungsdosiswerte wurden alle bei 240 nm gemessen. Einflusses der Prozessgasatmosphäre wurde die Probe in eine Prozesskammer gebracht, die evakuiert oder mit unterschiedlichen Inertgasen befüllt werden konnte. Als Vakuumfenster diente ein 5 mm dickes Suprasilfenster, der erreichte Enddruck lag bei ca.  $10^{-1}$  mbar.

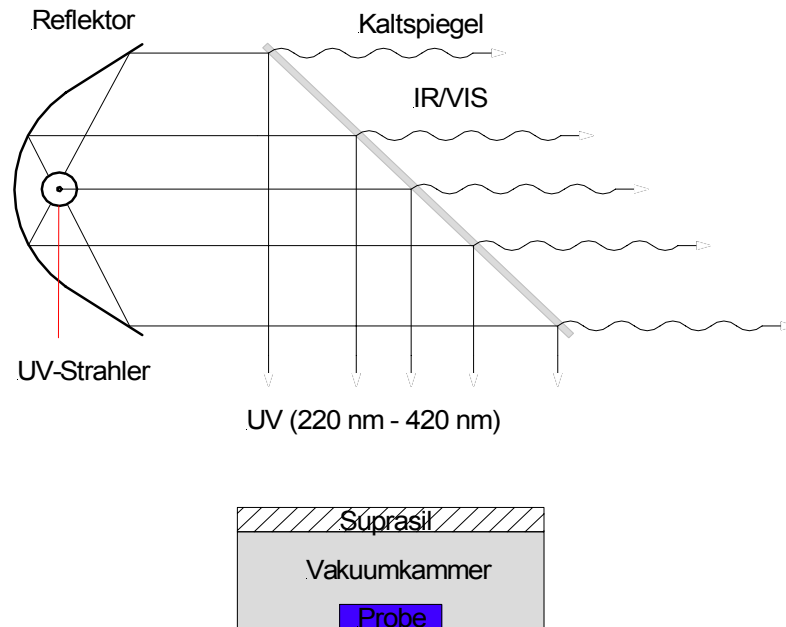


Abb. 6-1 Schematische Darstellung der Belichtungsapparatur.

## 6.2 Materialien

Bei der industriellen Herstellung von Polymethylmethacrylat können durch Wahl verschiedener Initiatoren, chemischer Zusätze, Copolymerisation, Morphologie oder Taktizität die physikalischen und chemischen Eigenschaften in einem großen Bereich variiert werden. Da chemische Additive als Verunreinigungen im Material bzw. bei der Copolymerisation zwei Monomere als Comonomere in eine Polymerkette inkorporiert werden, können sie das fotochemische Verhalten des Polymers empfindlich beeinflussen. Da Morphologie und Taktizität einen großen Einfluss auf das Diffusionsverhalten von reaktionsbeeinflussenden Gasen innerhalb des Polymers haben, können auch sie drastische Auswirkungen auf das fotochemische Verhalten haben. Zur Ableitung relevanter Prozessparameter wurde die fotochemische Reaktionen zuerst an einem reinem Homopolymer untersucht. Die Übertragbarkeit der Reaktionen und deren Einfluss auf für den Heißprägeprozess relevantes technisches PMMA wurde anhand verschiedener kommerzieller Materialien überprüft. Als Modellsystem für ein reines Homopolymer diente ein kommerzieller Photoresist von MircoChem Corp, gelöst zu 9 Gew. % in Chlorbenzen, mit einem mittleren Molekulargewicht von 950000 g/mol [Micro03]. Für die spektroskopische Charakterisierung wurden einige  $\mu\text{m}$  dicke PMMA-Schichten auf einen vergoldeten Silizium-Wafer (IR-, Raman-Spektroskopie) oder Quarzglas (UV/VIS-Spektroskopie) aufgeschleudert und anschließend das Lösungsmittel durch einen Tempersschritt ausgetrieben ( $170^\circ\text{C}/30$  min

im Ofen). Verwendet wurde weiterhin für den Prägeprozess relevantes technisches PMMA, ein Copolymer aus 95 Gew.% Methylmethacrylat und 5 Gew. % Methylacrylat von BASF, das unter dem Handelsnamen Lucryl G77 Q11 geführt wird, weiterhin ein nicht UV-stabilisiertes, unvernetztes Homopolymer von Röhm GmbH & Co. KG, Handelsname Degalan, sowie ein Homopolymer von Notz-Plastic, das unter dem Handelsnamen Hesa©Glas erhältlich ist. Für deren spektroskopische Charakterisierung wurde ein ATR (Attenuated Total Reflexion) Aufsatz verwendet, bzw. es wurden für Transmissionsmessungen durch Prägen ca. 5 µm dicke Polymerfolien hergestellt.

### 6.3 Spektroskopische Untersuchungen

#### 6.3.1 Einfluss von Additiven und Copolymerisation

Speziell bei organischen Verbindungen beruht der primäre Prozess der Fotolyse durch UV-Strahlung auf der Anregung von nichtbindenden Elektronen, wie sie z.B. in Carbonylgruppen oder anderen ungesättigten Gruppen vorliegen, in antibindenden  $\pi^*$ - oder  $\sigma^*$ -Zustände. In Abb. 6-2 ist das UV-Spektrum von dem reinen Homopolymer PMMA 950K dargestellt. Zu erkennen ist, dass der einzige UV-aktive elektronische Übergang in dem zur Verfügung stehenden Wellenlängenbereich (220 nm - 420 nm) zwischen ca. 200 nm – 250 nm liegt. Die maximale Extinktion bei 215 nm liegt bei 0,65, bei einer Schichtdicke von 3,2 µm. Mit  $E = \log I_0 / I = \alpha \cdot d$  erhält man eine optischen Eindringtiefe (die Tiefe, bei der die Intensität von einem Anfangswert  $I_0$  auf  $1/e$  abgeklungen ist) von ca. 5 µm. Die der Carbonylverbindung der Esterseitenkette zugeschriebene Absorptionsbande [Choi88] ist durch einen  $n \rightarrow \pi^*$  Übergang bedingt. Diese angeregten  $\pi^*$ -Zustände sind die Ausgangszustände für die fotochemische Umwandlung. Weitere in der Carbonylverbindung vorkommende Valenzelektronen sind  $\sigma$ - und  $\pi$ -Elektronen, die erlaubten energetisch nächst höheren  $\pi \rightarrow \pi^*$  oder  $n \rightarrow \sigma^*$  Übergänge liegt jedoch im Vakuum-UV-Bereich (VUV), und sind somit im Betracht kommenden Wellenlängenbereich nicht zugänglich.

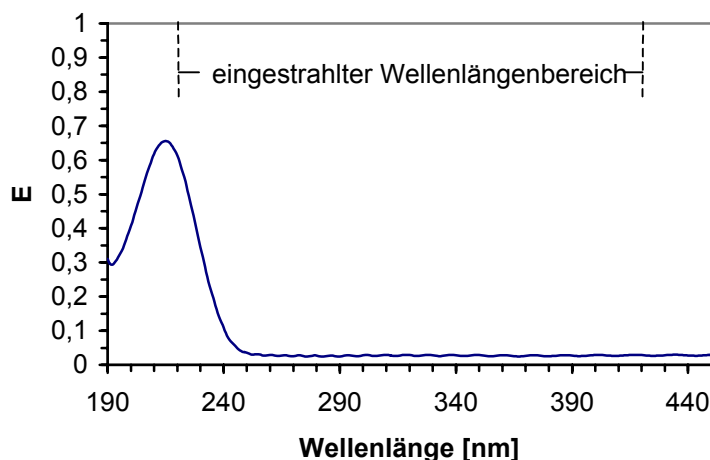


Abb. 6-2 UV/VIS-Spektrum von 3,2 µm PMMA 950K.

Wie schon oben beschrieben, können zusätzliche Additive als Fotosensibilatoren wirken und fotochemische Reaktionen in einem Wellenlängenbereich auslösen, der für reines PMMA an sich nicht wirksam ist. Um auch geringe Konzentrationen von UV-aktiven Additiven nachweisen zu können, wurden UV/VIS-Spektren von 500 µm dicken Folien aufgenommen. In Abb. 6-3 sind die Absorptionsspektren der verschiedenen Materialien gezeigt. Für  $\lambda \leq 280 \text{ nm}$  dominiert bei allen Materialien der  $n \rightarrow \pi^*$  Übergang der Carbonylgruppe der Esterseitenkette. Für  $\lambda > 280 \text{ nm}$  sind bei Lucryl G77 Q11 und Hesa©Glas deutliche Unterschiede zu erkennen. Die optische Eindringtiefe ist in diesem Wellenlängenbereich mit  $\geq 500 \text{ µm}$  sehr groß, sodass mögliche durch Anregung von UV-aktiven Elektronenübergängen der Additive ausgelöste fotochemische Reaktionen in einem großen Volumen stattfinden werden. Da jedoch für die UV-induzierte Herstellung von monomodigen Wellenleitern nur fotochemische Reaktionen in oberflächennahen Bereichen von wenigen µm relevant sind, ist zu erwarten, dass der dominierende  $n \rightarrow \pi^*$  Übergang der Carbonylverbindung aufgrund seiner großen Extinktion der dominierende Ausgangszustand der Fotolyse der hier verwendeten Materialien bildet. Andererseits können Additive selbst durch Sekundärprozesse mit den durch Absorption von Photonen entstandenen Radikalen, Molekülen oder Atomen reagieren. Doch auch hier ist aufgrund der geringen Konzentration zu erwarten, dass die dominierenden Degradationsmechanismen sich von reinem PMMA nicht unterscheiden werden und somit die Modifizierung der dielektrischen Eigenschaften bei allen Materialien von demselben Mechanismus bestimmt wird. Spektroskopische Untersuchungen und Untersuchungen des sich einstellenden Modenspektrums zeigten bei allen verwendeten Materialien die gleiche Bestrahlungsdosisabhängigkeit und bestätigen somit einen materialunabhängigen dominierenden Reaktionsmechanismus.

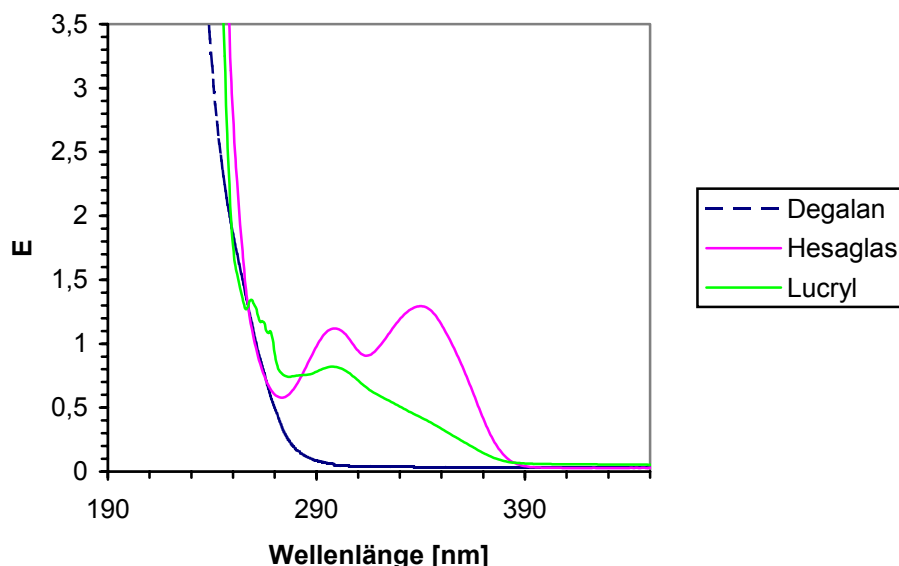


Abb. 6-3 Vergleich der UV/VIS-Spektren von 500 µm dicken Folien PMMA..

Neben chemischen Additiven wurde auch die Fragestellung untersucht, inwieweit das Copolymer Lucryl G77 Q11 ein anderes fotochemisches Verhalten zeigt. Diese Fragestellung ist insbesondere dafür interessant da im Gegensatz zu Polymethylmethacrylat



(PMMA), bei Polymethylacrylat (PMA) eine Vernetzung stattfindet, obwohl die primäre photochemische Reaktion der Esterseitenkettenabspaltung dieselbe ist. In [Gras88] wurde das fotochemische Verhalten von Copolymeren aus Methylmethacrylat (MMA) und Methylacrylat (MA) mit unterschiedlicher Zusammensetzung beschrieben. In Abb. 6-4 sind die Vernetzungs- bzw. Hauptkettenbruchraten in Abhängigkeit der Zusammensetzung nach [Gras88] gezeigt. Es ist zu erkennen, dass die Vernetzungsrate mit zunehmendem Anteil Methylmethacrylat sinkt. Bei einem Anteil von 55 - 60 mol % MMA ist die Vernetzungsrate auf null abgesunken. Somit dominieren auch bei dem verwendeten Copolymer Lucryl G77 Q 11, das eine Zusammensetzung von 95 Gew. % Methylmethacrylat und 5 Gew. % Methylacrylat hat, dieselben Abbaumechanismen wie bei einem Homopolymer. Es ist zu erwarten, dass sich auch hier die Mechanismen der Modifizierung der dielektrischen Eigenschaften gegenüber einem Homopolymer aus PMMA nicht unterscheiden.

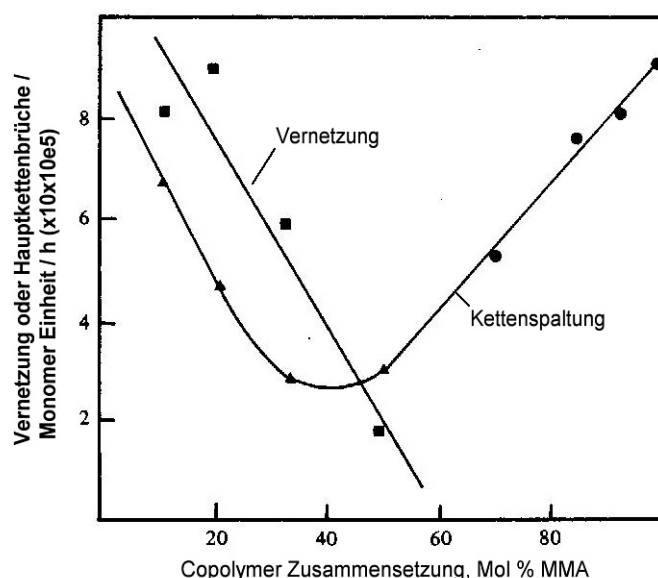


Abb. 6-4 Vernetzungs- und Hauptkettenbruchrate in Abhängigkeit der Zusammensetzung eines Copolymers aus Methylmethacrylat (MMA) und Methylacrylat (MA) nach [Gras88].

### 6.3.2 Einfluss von Sauerstoff und Ozon

Ein großer Einfluss auf das fotochemische Verhalten von Polymeren wird der Anwesenheit von Sauerstoff zugeschrieben, dabei können sich sowohl die Mechanismen als auch die Kinetik der Fotolyse verändern. Sauerstoff kann zum einen bereits in der Probe gelöst vorliegen oder aber während oder nach der Bestrahlung in das Material eindiffundieren. Aufgrund seiner hohen Reaktivität und seiner großen Beweglichkeit kann er mit den während der Bestrahlung entstehenden Radikalen reagieren. Es kann hierbei zu folgenden Oxidationsprozessen kommen.

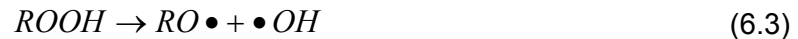


Die Radikale  $R\bullet$  entstehen hierbei durch sekundäre Prozesse bei der Fotolyse. Die

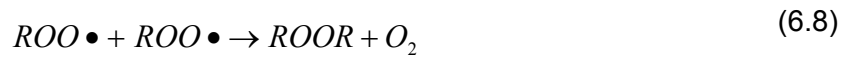
entstehende Peroxidradikale  $ROO\bullet$  können durch H-Abstraktion zu Hydroperoxiden weiterreagieren:



Die entstandenen Hydroperoxide  $ROOH$  können dann in bekannter Weise weiterreagieren, wobei bekannte Oxidationsstrukturen entstehen, die die Radikalstelle im Polymer wandern lassen [Dole78].



In der letzten Stufe kommt es dann zu einer Abbruchreaktion, indem zwei Radikale rekombinieren. Die Kettenreaktion bricht ab:



Eine weitere Einflussgröße beim oxidativen Abbau von Polymeren kann der Gegenwart von Ozon zugeschrieben werden [Dole78]. Ozon entsteht bei der fotochemischen Reaktion des Sauerstoffs im tiefen UV-Bereich in geringen Konzentrationen. Trotz seiner geringen Konzentration spielt das Ozon bei den fotochemischen Reaktionen von Polymeren eine wichtige Rolle. Die durch Ozon hervorgerufenen Reaktionen verlaufen hierbei ähnlich wie bei der Sauerstoffeinwirkung jedoch mit einer wesentlich größeren Reaktionskinetik [Dole78]. Bei gesättigten Polymeren wirkt Ozon als Oxidationsinitiator:



Die entstehenden Radikale können dann nach obigen Reaktionen weiterreagieren. Diese allgemeinen Reaktions-Schemata können auch auf Polymethylmethacrylat angewandt werden. Die durch ionisierende Strahlung ausgelöste Oxidation findet hierbei zunächst unter Beteiligung des Sauerstoffs statt, der im Polymer gelöst ist. Sobald dieser verbraucht ist, reagiert das Polymer auch mit Sauerstoff, der während der Bestrahlung in das Material eindiffundiert. Aus diesen Gründen muss man beim Bestrahlen von Polymeren an sauerstoffhaltiger Atmosphäre zwischen langzeitiger Bestrahlung mit kleinen Dosisraten und kurzzeitiger Bestrahlung mit hoher Dosisrate unterscheiden. Bei langzeitiger Bestrahlung mit kleinen Dosisraten nimmt die Menge des während der Bestrahlung in das Polymer eindiffundierten Sauerstoffs immer einen Sättigungswert an. Bei kurzzeitiger Bestrahlung mit großen Dosisraten reagiert vor allem der im Polymer vorhandene Sauerstoff, wobei der während der Bestrahlung eindiffundierte Sauerstoff vernachlässigt werden kann. Bei gleicher

Bestrahlungsdosis können so große Unterschiede im fotochemischen Verhalten auftreten. Bei den in dieser Arbeit verwendeten Intensitäten von  $0.8 \text{ mW/cm}^2$ ,  $1 \text{ mW/cm}^2$ ,  $2.4 \text{ mW/cm}^2$  wurde jedoch eine Abhängigkeit von der Dosisrate nicht festgestellt. Deutlicher Einfluss kann dagegen der Anwesenheit von Sauerstoff bei der Bestrahlung auf die Reaktionsmechanismen zugeschrieben werden.

Abb. 6-5 und Abb. 6-6 zeigen die UV/VIS-Spektren von PMMA 950 K bei Bestrahlung unter Luft und Vakuum. Zu erkennen ist, dass durch den Bestrahlungsvorgang selbst eine neue Absorptionsbande bei ca. 195 nm entsteht. Die energetische Lage und das Verschwinden dieser Absorptionsbande bei Auslagerung der Proben in Bromwasser (siehe Abb. 6-16) ist ein Indiz für das Entstehen ungesättigter C=C-Bindungen. Wegen der wesentlich größeren Intensität dieses  $\pi \rightarrow \pi^*$  Übergangs, verdeckt er hierbei den  $n \rightarrow \pi^*$  Übergang der Carbonylgruppe. Bei Bestrahlung an Luft ist jedoch für sehr hohe Bestrahlungsdosen eine Abnahme der Intensität des  $\pi \rightarrow \pi^*$  zu beobachten, was auf einen oxidativen Abbau der Doppelbindung hindeutet. Durch das Auftreten neuer Absorptionsbanden und deren Verschiebung mit der eingestrahlt Bestrahlungsdosis ist die optische Eindringtiefe bzw. der Absorptionskoeffizient  $\alpha$  somit selbst von der eingestrahlt Dosis und vom Ort abhängig. Das oben beschriebene Verhalten wurde für alle Arten von PMMA festgestellt. Gleiche Ergebnisse wie unter Vakuum wurden auch unter inerter Argon-Atmosphäre erzielt.

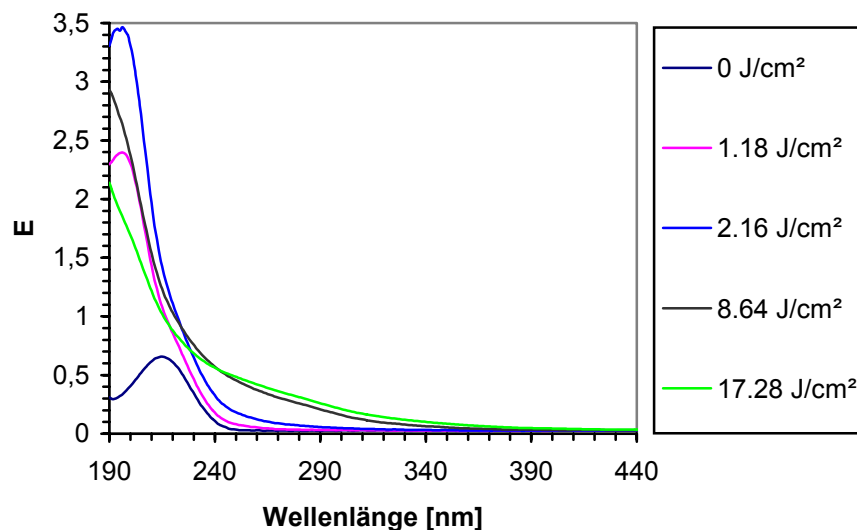


Abb. 6-5 UV/VIS-Spektrum von  $3.2 \mu\text{m}$  PMMA 950 K nach Bestrahlung an Luft.

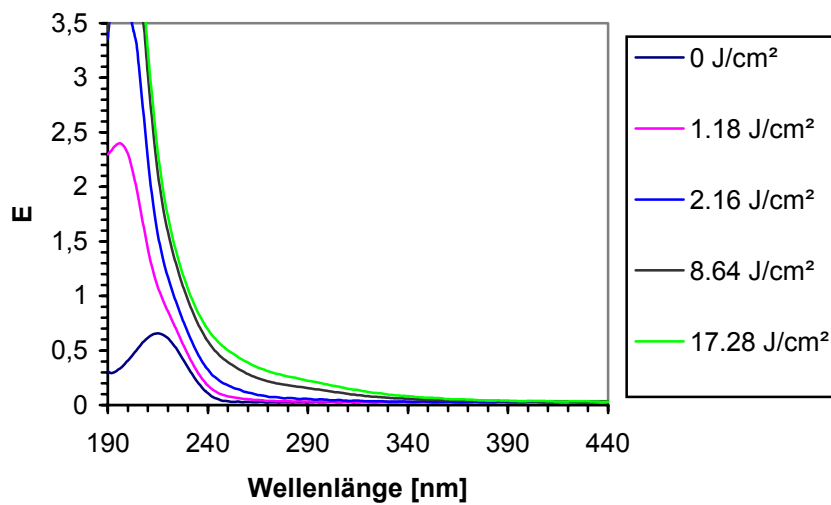


Abb. 6-6 UV/VIS-Spektrum von 3.2 µm PMMA 950 K nach Bestrahlung im Vakuum.

Obwohl die Fotooxidations- und Fotodegradationsmechanismen von PMMA sehr zahlreich im Hinblick auf entstehende gasförmige Reaktionsprodukte untersucht wurden [Woch00], [Choi88], [Jell78], wurde jedoch nur wenig Beachtung den im fotochemisch veränderten Material zurückbleibenden Oxidationsprodukten gewidmet. Die Untersuchung der Oxidationsprodukte erfolgte mit Hilfe der IR-Spektroskopie. Zur Übersicht ist in Abb. 6-7 ein IR-Absorptionsspektrum von unbestrahltem PMMA dargestellt, Tab. 6-1 gibt die Zuordnung der wichtigsten Absorptionsbanden wieder.

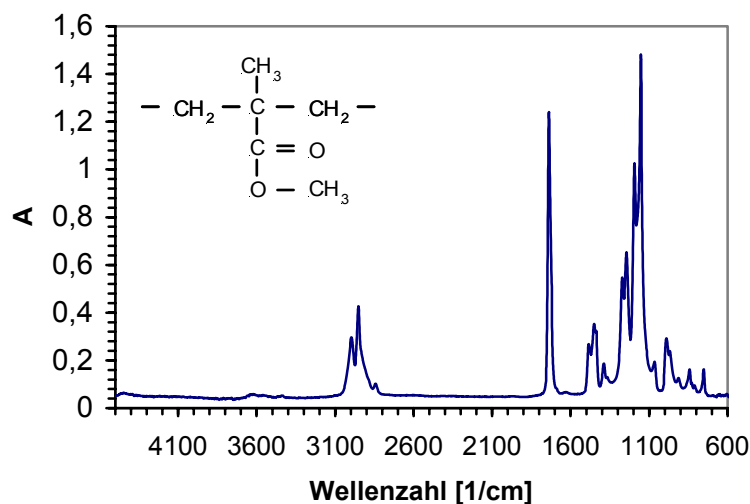


Abb. 6-7: IR-Absorptionsspektrum von einer 1.8 µm dicken PMMA 950K Schicht gemessen in Reflexion auf einem vergoldeten Si-Wafer.

Wellenzahl [ $\text{cm}^{-1}$ ]	Schwingungsform	Gruppe
3000 - 2800	(C-H)-Valenzschwingung $\nu_{s, as}$	(OCH <sub>3</sub> ), (CH <sub>2</sub> ), (CH <sub>3</sub> )
1739	(C=O)-Valenzschwingung	(C=O) der Estergruppe
1500 –1350	(C-H)-Deformationsschwingung $\delta_{s, as}$	(CH <sub>3</sub> ), (CH <sub>2</sub> ),
1263, 1243, 1193, 1153	(C-O)-Deformationsschwingung	(OCH <sub>3</sub> ) der Estergruppe
1300-600	Fingerprintbereich	

Tab. 6-1: Zuordnung der wichtigsten Absorptionsbanden bei Polymethylmethacrylat.nach [Humm91] und [Colo01].

Abb. 6-8 und Abb. 6-9 zeigen die IR-Absorptionsspektren nach unterschiedlicher Bestrahlungsdosis an Luft und im Vakuum. Unter beiden Bedingungen ist eine starke Abnahme der Absorptionsbanden der (CH)-Valenzschwingung, (C=O)-Valenzschwingung und der (CH)- und (CO)-Deformationsschwingungen, aufgrund der Abspaltung der Esterseitenkette und deren weitere Aufspaltung in kleinere leicht flüchtige Fragmente wie CH<sub>4</sub>, CH<sub>3</sub>OH, CO<sub>2</sub>, CO, HCOOCH<sub>3</sub> zu beobachten [Moor91], [Woch00], [Choi88], [Jell78], [Dole78]. Weiterhin ist bei Bestrahlung an Luft mit zunehmender Bestrahlungsdosis das Anwachsen eines breiten Peaks zwischen 3100  $\text{cm}^{-1}$  – 3600  $\text{cm}^{-1}$  zu erkennen. Dieses Photooxidationsprodukt kann einer Hydroxylgruppe R-OH zugeordnet werden. Da Hydroxylgruppen starke Oberschwingungen im Wellenlängenbereich von 1  $\mu\text{m}$ -2  $\mu\text{m}$  besitzen, der für den Einsatzbereich der Wellenleiter im NIR relevant ist, tragen sie zur Dämpfung der Wellenleiter bei (siehe Tab. 3-1). Durch Tempern der Proben bei 100°C wurde versucht, leicht flüchtige Moleküle mit Hydroxyl-Gruppen auszutreiben, es konnte jedoch kein Rückgang des Peaks beobachtet werden. Weiterhin ist zu erkennen, dass die Absorptionsbanden der unter Sauerstoff bestrahlten Proben gegenüber denjenigen unter Vakuum stark verbreitert sind. Der Grund hierfür liegt in der größeren Anzahl unterschiedlicher Nachbargruppen in der Nähe der absorbierenden funktionellen Gruppen.

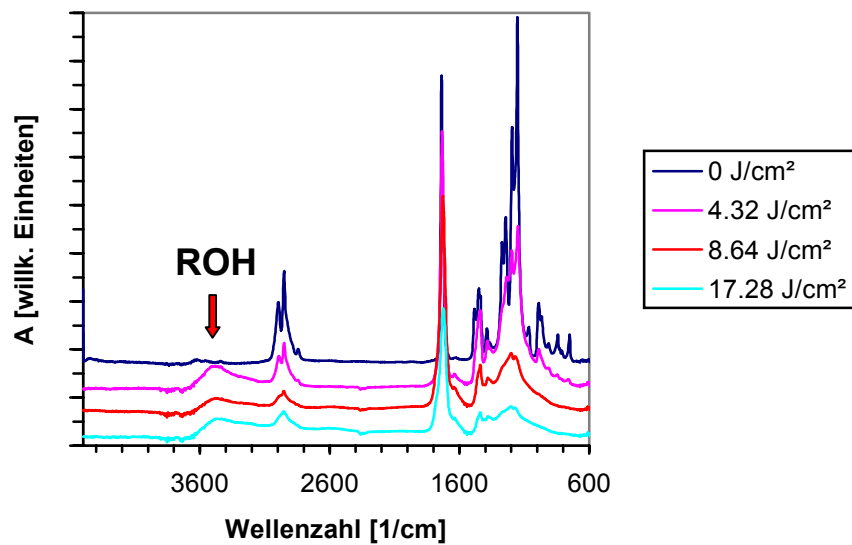


Abb. 6-8 IR-Absorptionsspektrum von einer 1.8 µm dicken PMMA 950 K Schicht nach Bestrahlung an Luft.

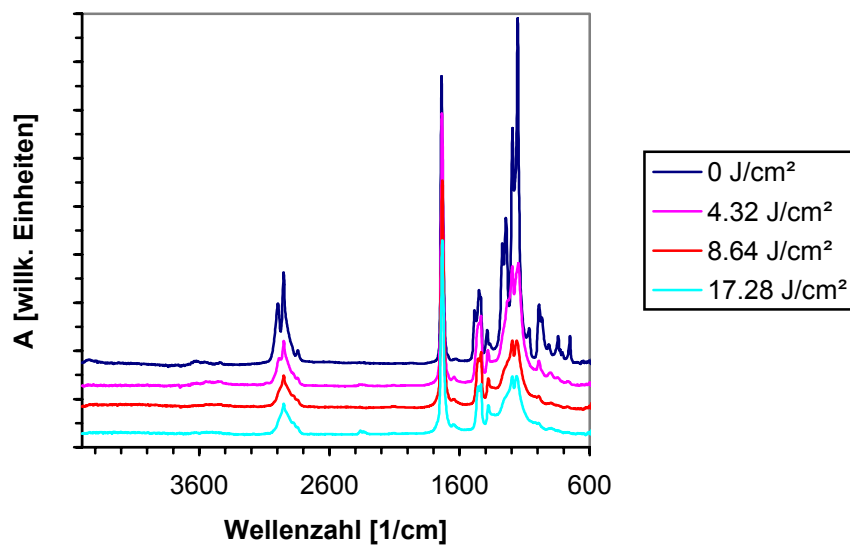


Abb. 6-9 IR-Absorptionsspektrum von einer 1.8 µm dicken PMMA 950 K Schicht nach Bestrahlung unter Vakuum.

Aufgrund der Abspaltung der Esterseitenkette und deren weitere Zersetzung in leicht flüchtige Produkte (siehe Kapitel 2.7.1), ist die Abnahme der Carbonylbande ein Maß für die Abbaugeschwindigkeit des Polymers. Abb. 6-10 zeigt die Abnahme der Carbonylbande in Abhängigkeit der Bestrahlungsdosis unter Sauerstoff und Vakuum. Die Abnahme hängt hierbei näherungsweise linear von der eingestrahelten Dosis ab. Die Geschwindigkeit des Abbaus ist somit im Vakuum oder in inerter Atmosphäre kleiner als beim Bestrahlen in Gegenwart von Sauerstoff. Die Wahl der Bestrahlungsarten, d.h. in Anwesenheit von Sauerstoff oder unter Sauerstoffabschluss, hat jedoch großen Einfluss auf die Beständigkeit

der Wellenleiter. Drastisch wirkte sich die Lagerung in Wasser bei Raumtemperatur aus. Die bestrahlte Schicht der unter Sauerstoff bestrahlten Proben zeigte eine deutliche Trübung, eine Brechungsindexmessung konnte nicht mehr durchgeführt werden. Diese Trübung konnte auch durch Auslagerung der Proben im Trockenofen bei 70°C nicht rückgängig gemacht werden. Anders hingegen verhält sich die unter Vakuum bestrahlte Schicht, hier konnte auch nach mehrtägiger Auslagerung der Probe in Wasser keine Trübung festgestellt werden. Brechungsindexmessungen vor und nach Auslagerung zeigten keine Unterschiede. Gleiches Verhalten wie unter dem Einfluss von Wasser wurde auch in anderen polaren Flüssigkeiten wie Methanol festgestellt. Spektroskopische Untersuchungen der Wasseraufnahme von unbestrahltem und unter verschiedenen Atmosphären bestrahltem Material ergaben jedoch keinen weiteren Aufschluss.

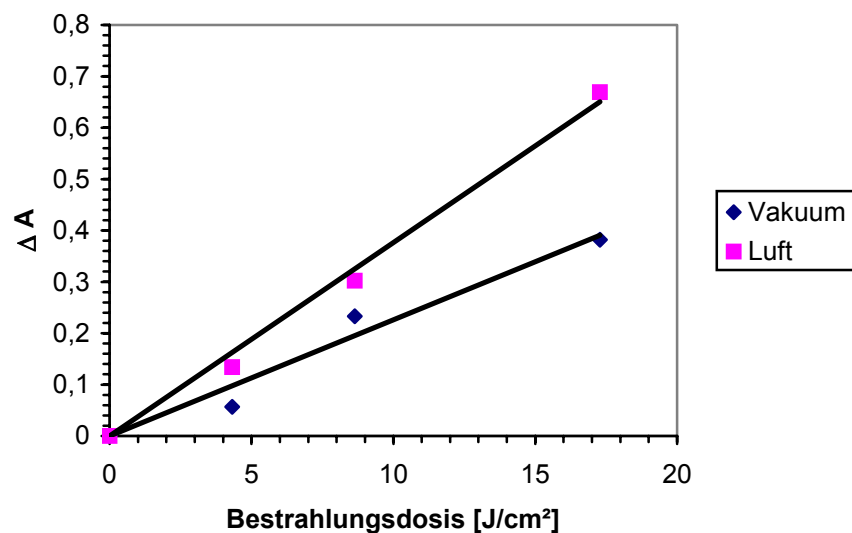


Abb. 6-10 Änderung der Absorption der Carbonylbande in Abhängigkeit der Bestrahlungsdosis.

### 6.3.3 Elektrophile Addition von Halogenen

Eine weitere durch die Fotolyse entstehendes Strukturelement ist die Bildung von ungesättigten Bindungen. Moore et al. charakterisierten diese mit  $H^1$  und  $C^{13}$  NMR Spektroskopie [Moor91]. Das Verhältnis von Vinyliden- ( $>C=CH_2$ ) zu Vinylengruppen ( $-CH=CH-$ ) betrug hierbei 9:1 (Kapitel 2.7.1). Der Grund, wieso das Entstehen von ungesättigten Bindungen in der IR-Spektroskopie nicht beobachtet wird, liegt in der Symmetrie des Moleküls und der damit verbunden geringen Polarität. Bei ähnlichen nächsten Nachbarn der Doppelbindungen, wie es in der Vinyliden- und Vinylen Konfiguration vorkommt (siehe auch Abb. 2-2), ist die Bindung aufgrund ähnlicher Elektronegativität der Nachbarn sehr unpolar. Die Raman-Spektroskopie hingegen eignet sich besonders zur Charakterisierung unpolarer oder wenig polarer Bindungen. Abb. 6-11 zeigt das Raman Spektrum einer 3.2  $\mu m$  dicken Probe vor und nach der Bestrahlung mit 17.28  $J/cm^2$ . Deutlich

ist der für ungesättigte Doppelbindungen charakteristische Peak bei  $1645\text{ cm}^{-1}$  nach der Bestrahlung mit  $17.28\text{ J/cm}^2$  zu erkennen.

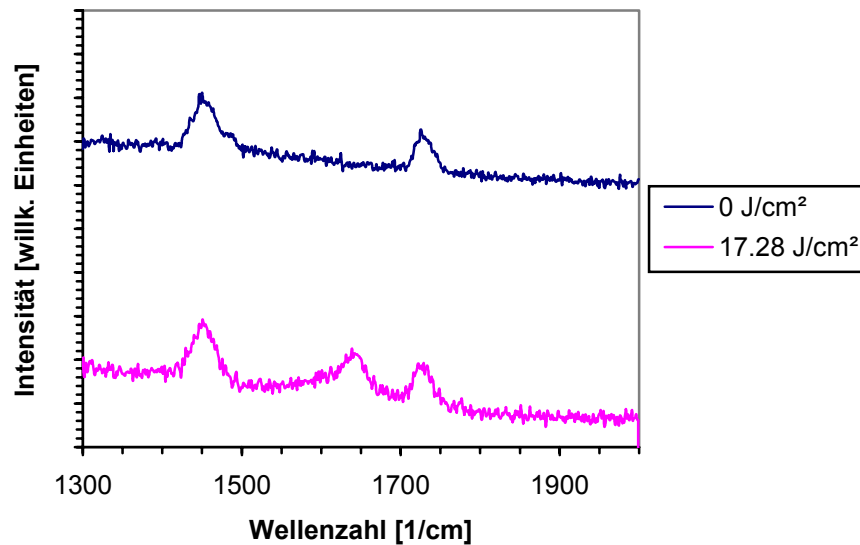
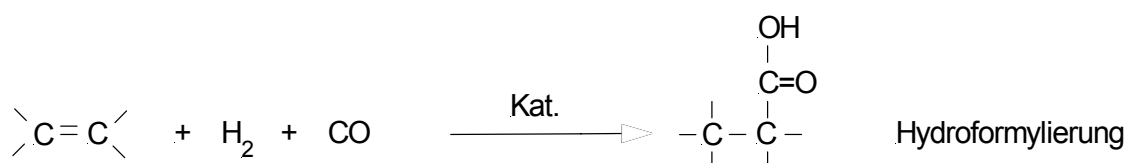
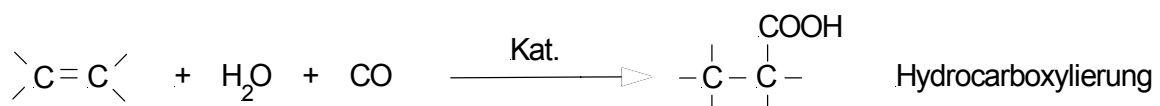


Abb. 6-11 Raman Spektrum von einer  $3.2\text{ }\mu\text{m}$  dicken PMMA 950 K Schicht nach Bestrahlung unter Vakuum und Luft.

Das Auftreten von Doppelbindungen eignet sich besonders für die weitere Passivierung bzw. Stabilisierung des fotochemisch veränderten Materials im Hinblick auf den Einsatzbereich der Wellenleiter. Eine C=C Doppelbindung stellt aufgrund ihrer  $\pi$ -Bindungen ein Zentrum leicht polarisierbarer Ladungsdichte dar und ist somit zu elektrophilen Additionsreaktionen befähigt. Nukleophile Additionsreaktionen sind nur dann möglich, wenn die Elektronendichte der Doppelbindung durch elektronenanziehende Substituenten verringert (delocalisiert) wird [Chris82]. Abb. 6-12 gibt einen Überblick über wichtige Additionsreaktionen an C=C Doppelbindungen.





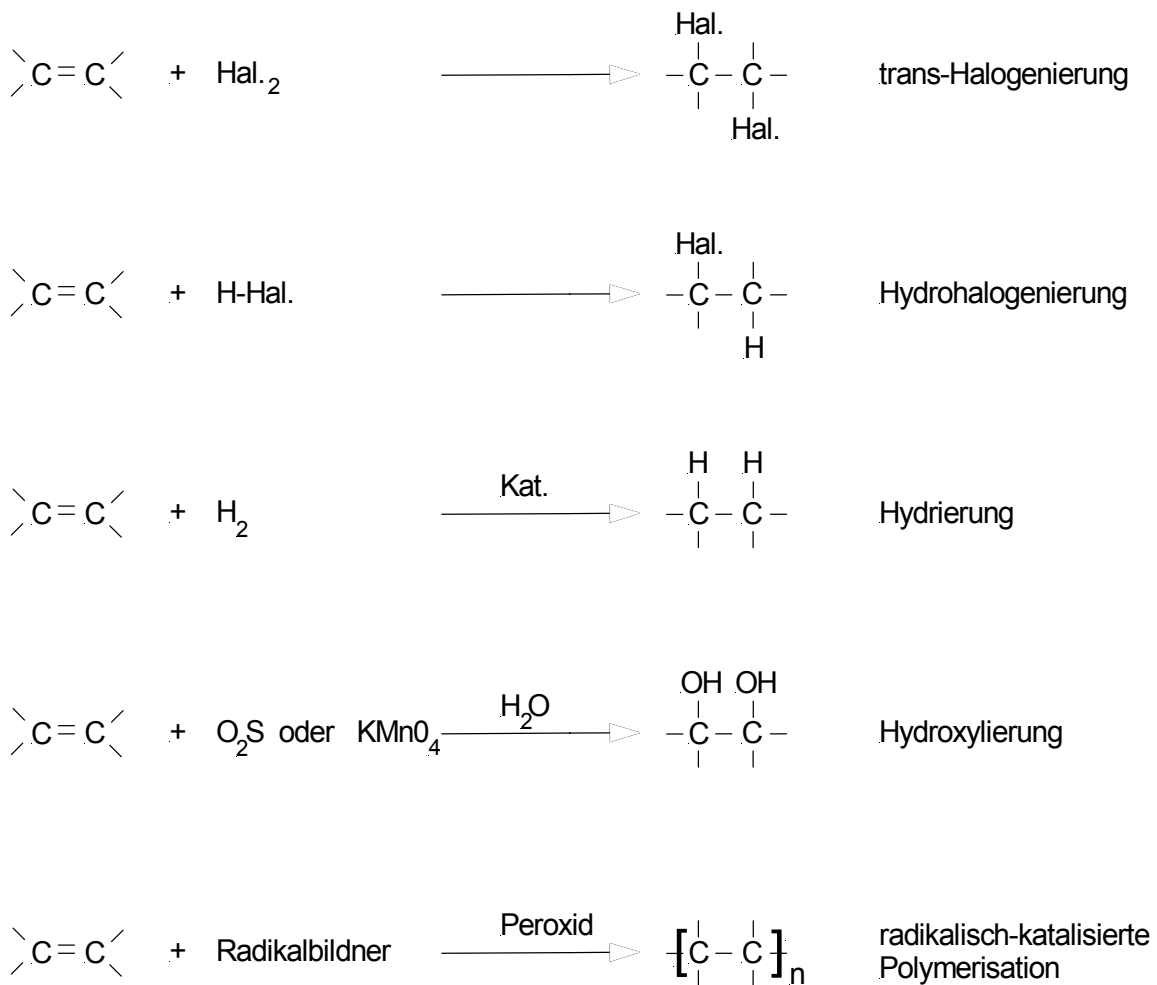


Abb. 6-12 Überblick über wichtige Additionsreaktionen

Die Suche nach einer einfachen effizienten Methode im Hinblick auf kürzere Belichtungszeiten, höhere Brechzahlhübe und erhöhte thermische Stabilität ( Kapitel 7.1) der Wellenleiter führt auf die Halogenaddition. Abhängig von Temperatur, Konzentration Lösungsmittel etc. können bei allen vier Halogenen F, Cl, Br, J auch Reaktionen mit ungesättigten Bindungen auftreten. Da jedoch nur eine Addition an ungesättigten Bindungen, d.h. im fotochemisch veränderten Bereich stattfinden soll, ist die Wahl der Additionsbedingungen von besonderem Interesse. Aufgrund der sehr großen Reaktivität gegenüber ungesättigten Bindungen und der kleinen molaren Refraktion ( $R_m=0.898$ ) eignet sich Fluor nicht als elektrophiles Reagenz. Die Addition von Jod ist aus sterischen Gründen erschwert (voluminöse Atome) und zudem leicht reversibel, so dass die Reaktion für die weitere Modifizierung/Stabilisierung nicht in Frage kommt. Chlor ist aufgrund seiner kleineren molaren Refraktion ( $R_m=6.045$ ) gegenüber Brom ( $R_m=8.897$ ) und seiner geringeren Neigung zu Additionsreaktionen weniger zur Brechzahlmodifikation geeignet als Brom.

Die Addition von Brom kann je nach Reaktionsbedingung sowohl als ionische Reaktion als auch Radikalreaktion ablaufen. Überwiegend radikalisch verläuft die Reaktion in der

Gasphase, hingegen überwiegend ionisch verläuft die Bromaddition in polaren Lösungsmitteln. In vorliegender Arbeit wurde die Bromaddition in polaren Lösungsmitteln nach der Belichtung und Tempern (70°C/15h) der Proben als nachfolgender Prozessschritt durchgeführt. Der Tempersschritt diente zum Austreiben leicht flüchtiger Degradationsprodukte und dem Abbau von langlebigen Radikalen, die die Reaktion in unkontrollierbarer Weise beeinflussen können. Abb. 6-13 stellt den Mechanismus der Halogenaddition dar. Die Halogenaddition ist eine Zwei-Stufen-Reaktion. In einem ersten Schritt entsteht bei Annäherung eines Br<sub>2</sub>-Moleküls an die Doppelbindung eine lockere Bindung mit dem π-Elektronenpaar, so dass sich ein sogenannter π-Komplex bildet. Wird nun das Halogenmolekül durch Wirkung eines Lösungsmittels stark polarisiert, so kann es zu einer heterolytischen Spaltung des Brommoleküls kommen und der π-Komplex lagert sich zu einem positiv geladenen cyclischen Bromoniumion um. Stark polare Lösungsmittel oder Katalysatoren können die heterolytische Trennung beeinflussen und bestimmen somit die Reaktionskinetik. Indem das aus dem primär gebildeten π-Komplex hervorgehende cyclische Bromoniumion das Bromanion an der Gegenseite aufnimmt, erklärt sich die bevorzugte Transaddition.

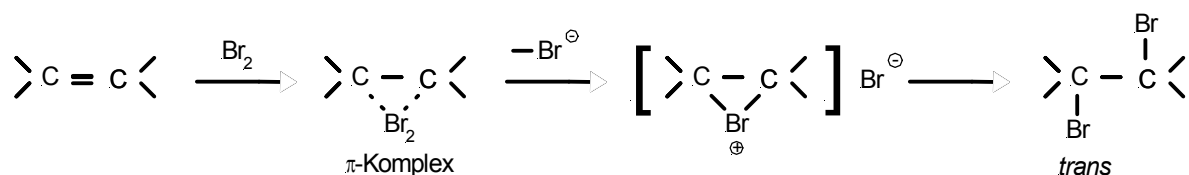


Abb. 6-13 Mechanismus der elektrophilen Bromaddition an eine Doppelbindung

In wässrigen oder alkoholischen Medien kommt es noch zu weiteren Konkurrenzreaktionen  
Abb. 6-14.

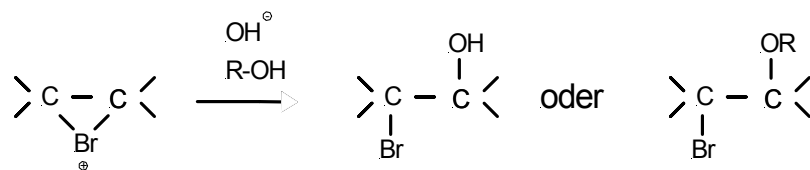


Abb. 6-14 Konkurrenzreaktionen bei der Bromaddition in wässrigem oder alkoholischem Medium.

Da die Beständigkeit des fotochemisch veränderten Materials gegenüber Lösungsmitteln nicht bekannt ist, wurde in dieser Arbeit die Beständigkeit gegenüber verschiedenen polaren und unpolaren Lösungsmitteln überprüft. Klassische indifferente organische Lösungsmittel für die Bromierung wie Chloroform, Tetrachlorkohlenstoff, Eisessig kamen hierfür jedoch nicht in Betracht, da schon unmodifiziertes PMMA gegenüber ihnen nicht beständig ist. Weiterhin musste darauf geachtet werden, dass manche Lösungsmittel, wie z.B. Pyridin oder Dioxan, Brom komplex binden können, wodurch die Bromierung verhindert wird. Es zeigte sich

hierbei, dass das fotochemisch veränderte PMMA gegenüber den polaren Lösungsmitteln Wasser und Ethanol und den unpolaren Lösungsmittel n-Hexan und Cyclohexan beständig ist. Bei Raumtemperatur und ohne Katalysatoren sind jedoch nur die polaren Lösungsmittel Wasser und Ethanol für die Bromierung geeignet, da in unpolaren Lösungsmitteln die Reaktion nicht bzw. nur sehr langsam ablaufen. Abb. 6-16 zeigt das UV/VIS Spektrum einer mit einer Dosis von  $2.16 \text{ J/cm}^2$  bestrahlten Probe PMMA 950 K nach unterschiedlichen Auslagerungszeiten in einer 0.1 % Bromwasser-Lösung. Zu erkennen ist eine Abnahme des  $\pi \rightarrow \pi^*$  Übergangs bei 195 nm, was auf eine Additionsreaktion an der Doppelbindung hindeutet. Ferner ist das Entstehen eines neuen Peaks bei 275 nm zu erkennen. Da bei der UV/VIS Spektroskopie die Effekte von Nachbaratomen additiv sind, und das "restliche" Molekülskelett die Lage der Absorptionsbanden nicht beeinflusst, können aus Lage der Bande Rückschlüsse auf die Konstitution des Chromophores gezogen werden. Als Basischromophore zeigte die Carbonylgruppe der Esterseitenkette ihr Intensitätsmaxima bei 216 nm (Abb. 6-2). Eine zusätzliche Br-Atom am  $\beta$ - oder  $\gamma$ -C-Atom, wie es bei der Bromierung entstehen sollte, bewirkt ein Inkrement von ca. 30 nm [Hess02]. Aufgrund der Konkurrenzreaktionen in wässrigen Medium sollten weiterhin eine OH-Gruppe am  $\beta$ - oder  $\gamma$ -C-Atom gebunden sein, die ein zusätzliche Inkrement um ca. 30-40 nm bewirken. Somit kann dieser Peak aus einer Verschiebung des  $n \rightarrow \pi^*$  Übergangs der Carbonylverbindung zu größeren Wellenlängen aufgrund der Addition von Brom und einer OH-Gruppe erklärt werden. Auch bei der IR-Spektroskopie lassen sich aus der Lage der Carbonylabsorption Einflüsse der molekularen Umgebung ablesen. Die relativ große Frequenzverschiebung der Carbonylbande zu höheren Frequenzen nach Tempern der Proben deutet hier weiterhin auf Lactonbildung hin. Aufgrund von Ringspannungen können bei cyclischen Bindungen sehr große Frequenzverschiebungen entsehen [Hess02]. Die hier gefundenen Frequenzverschiebung deutet auf einen Fünfring hin (Abb. 6-15). Für die Lage der C-Br Bindung werden in der Literatur Werte von  $515 \text{ cm}^{-1}$  -  $680 \text{ cm}^{-1}$  angegeben. Aufgrund der geringen Empfindlichkeit des Detektors in diesem Wellenzahlbereich ist ein Nachweis nicht möglich. Für die weitere Strukturaufklärung müssen in Zukunft noch weitere Methoden, wie NMR oder Massenspektroskopie herangezogen werden.

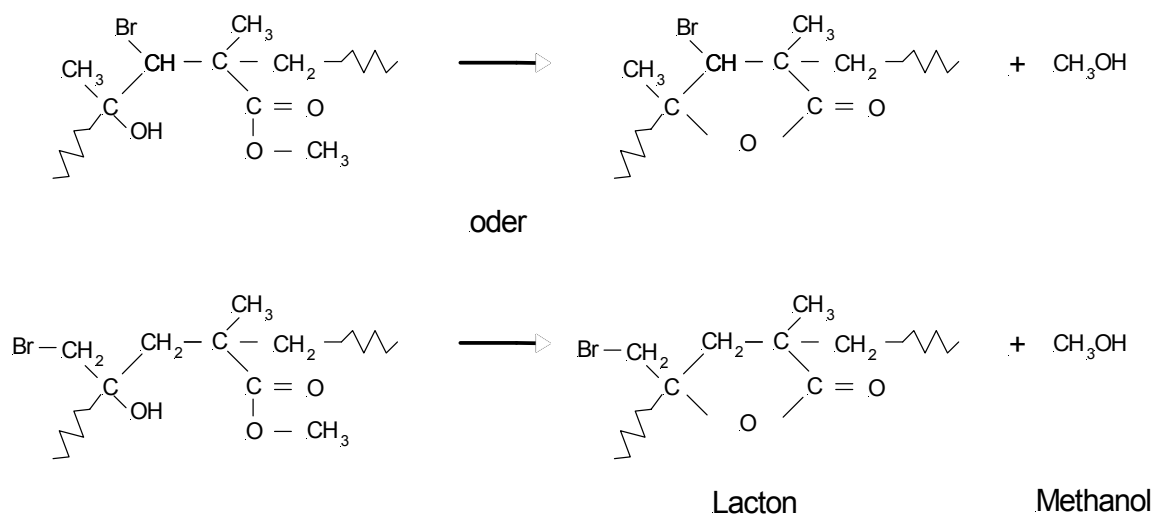


Abb. 6-15 Mögliche Reaktion nach der Bromierung: Lactonbildung

Basierend auf den Ergebnissen der UV/VIS-Spektroskopie kann eine Optimierung der Reaktionszeit, d.h. das Erreichen der vollständigen Addition an alle ungesättigten Verbindungen ermittelt werden. Da diese Reaktionszeit selbst von der eingestrahlten Dosis abhängt, muss für jeden Dosiswert eine neue Reaktionszeit ermittelt werden. Weiterhin wurde beobachtet dass bei zu langer Auslagerung der Proben in Bromwasser die Proben Spannungsrisse zeigten. Im Rahmen dieser Arbeit hat sich eine Reaktionszeit von 5 h bei Raumtemperatur in einer 0.1 % Bromwasserlösung bewährt. Die Proben wurden nach der Bromierung für 15 h bei 70°C getrocknet. Bezüglich den Reaktionsbedingungen Temperatur, Reaktionszeit, Konzentration ergibt sich jedoch ein großes Parameterfeld, das weiter optimiert werden kann.

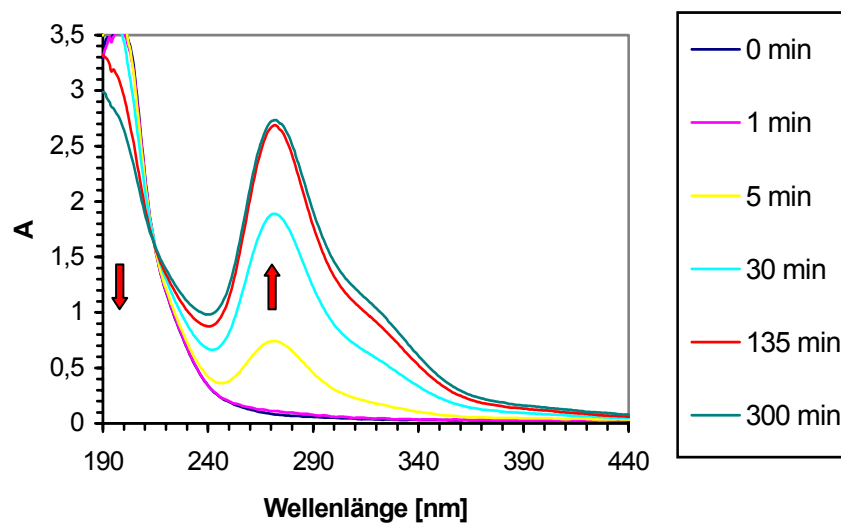


Abb. 6-16 UV/VIS-Spektrum von PMMA 950K nach Bestrahlung unter Vakuum mit einer Dosis 2.16 J/cm<sup>2</sup> und anschließender Bromierung in 0.1 % Bromwasser bei RT.

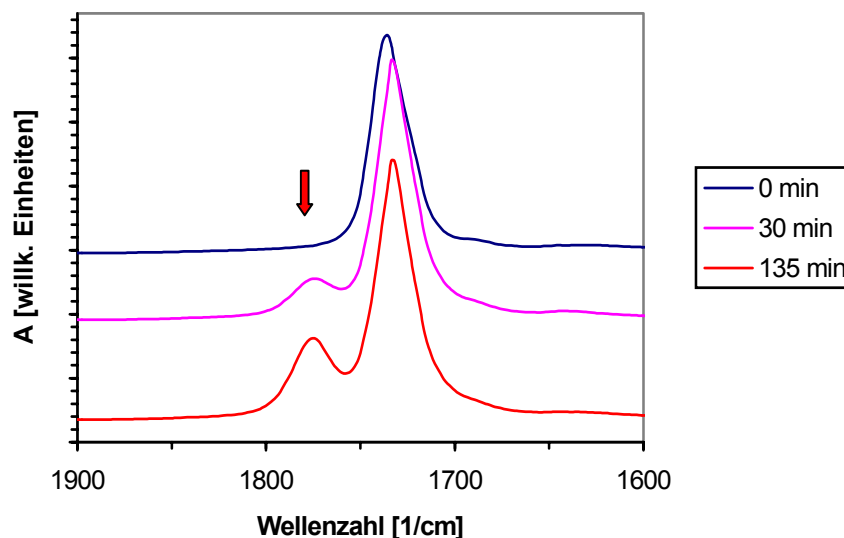


Abb. 6-17 IR-Absorptionsspektrum der Carbonylbande von PMMA 950K nach Bestrahlung unter Vakuum mit einer Dosis 2.16 J/cm<sup>2</sup> und anschließender Bromierung in 0.1 % Bromwasser bei RT.

#### **6.4 Untersuchung der Benetzbarkeit-, Oberflächenladungsdichte und Zelladhäsion**

Für sensorische Anwendungen werden an den Wellenleiter und dessen Oberfläche besondere Anforderungen gestellt. Diese sind neben einer hohen Robustheit und Langzeitstabilität die Möglichkeit einer schnellen und reversiblen Wechselwirkung mit dem betrachteten Analytssystem. Für die Biosensorik muss der Wellenleiter z.B. auf Änderungen von pH-Werten eines flüssigen Mediums und auf Adsorptionsfähigkeit gegenüber biologischen Substanzen untersucht werden. Es öffnet sich hier ein weites Feld, das die Wechselwirkung von biologischen Substanzen mit Polymeroberflächen charakterisiert. Im Rahmen dieser Arbeit wurden grundlegende Aspekte eines integriert optischen Sensors untersucht, dessen optische Eigenschaften durch immobilisierte lebende Zellen auf den Wellenleiteroberflächen beeinflusst werden bzw. der auf Änderungen der Zellstruktur (z.B. Änderung der Zellmembran oder des Cytoskelllets) reagiert. Für die Realisierung des Sensors können hierfür interferometrische bzw. resonante optische Strukturen zum Einsatz kommen, wie beispielsweise Farby Perot- [Konz90], Michelson-Interferometer [Inge94], Ringresonatoren [Krio02] oder multimodige Interferenzkoppler (MMI). Der Einsatz integriert optischer Strukturen in biologischen Systemen ist bisher auf nicht lebende Systeme wie z.B. Proteine, Antigen-Antikörper Reaktionen oder den Nachweis von Pestiziden beschränkt. Der Einsatz lebender Zellen als Transducer stellt dagegen eine wesentliche Neuerung dar.

Zur möglichen direkten Anlagerung biologischer Substanzen auf dem Wellenleiter wurde hier die Benetzbarkeit und Korrosion in wässrigem Medium in Abhängigkeit vom pH-Wert untersucht.\* Neben Benetzbarkeit und Korrosionsverhalten spielt weiterhin eine gute Haftung zwischen den Bio-Molekülen und dem Wellenleiter eine entscheidende Rolle. Dies bedeutet im Fall nicht kovalenter, rein adsorptiver Bindungen von Proteinen bzw. Zellen die Oberfläche zu hydrophobisieren bzw. hydrophilieren. Die fort- (advancing) und rückschreitenden (receding) Kontaktwinkel wurden an unter Luft oder Vakuum bestrahlten und bromierten Proben aus Lucryl G77 Q11 gemessen. Die Bestrahlungsdosis betrug bei allen Proben  $2.16 \text{ J/cm}^2$ , die Bromierung wurde in 0.1 % Bromwasser für 5 h bei Raumtemperatur durchgeführt. Die Kontaktwinkel in Abhängigkeit vom pH-Wert der gepufferten Testflüssigkeit sind in Abb. 6-18 und Abb. 6-19 dargestellt. Für die fortschreitenden Winkel erhält man nahezu pH-Wert unabhängige Werte für alle Proben. Der große fortschreitende Winkel der unter Luft bestrahlten Proben deutet auf unpolare Gruppen an der Oberfläche hin. Dies steht jedoch im Widerspruch mit dem im IR-Spektrum gefundenen Hydroxylgruppen. Der Grund hierfür kann in der unterschiedlichen Informationstiefe von IR-Spektroskopie und Kontaktwinkelmessung oder in einer unregelmäßig modifizierten Oberfläche liegen, da der fortschreitende Kontaktwinkel sich immer an den hydrophobsten Komponenten einer unregelmäßig modifizierten Oberfläche orientiert. Während bei der IR-Spektroskopie die Informationstiefe mehrere Mikrometer beträgt, ist sie bei Kontaktwinkelmessungen nur wenige Angström groß. Die unter Vakuum

---

\* Die hier beschriebenen Kontaktwinkel-, Farbstoffbindungs- und Zelladhäsionsuntersuchungen wurden am Institut für Medizintechnik und Biophysik in Zusammenarbeit mit Herrn A. Welle durchgeführt.

bestrahlten und bromierten Proben zeigen hingegen einen kleineren fortschreitenden Winkel, der unterhalb des unbehandelten Materials liegt. Dies deutet auf die Bildung von polaren Gruppen an der Oberfläche hin, die nicht deprotonierbar sind. Die rückschreitenden Kontaktwinkel zeigen im Gegensatz zu den fortschreitenden Kontaktwinkel eine pH-Wert-Abhängigkeit. Der abfallende fortschreitenden Kontaktwinkel mit zunehmendem pH-Wert der modifizierten Proben spiegelt die Deprotonierbarkeit der Wellenleiteroberfläche wieder. Die kleinen rückschreitenden Kontaktwinkel der unter Vakuum bestrahlten Probe weisen auf den hydrophilen Charakter der Oberfläche hin. Weiterhin sind die Hysteresen, welche durch große Oberflächenrauigkeit, Umordnungsprozesse und Bedeckungsinhomogenitäten verursacht werden können, bei den modifizierten Oberflächen wesentlich ausgeprägter als bei den unbehandelten. Mögliche irreversible Umordnungsprozesse bzw. Quellen der modifizierten Schicht während der Messung konnte durch aufeinanderfolgende Messungen an der gleichen Stelle des Films ausgeschlossen werden, da keine weitere Veränderung der Kontaktwinkel in den nachfolgenden Messungen zu beobachten war.

Die Wellenleiter zeigen somit im betrachteten pH-Wert Bereich keine Korrosionserscheinungen. Es konnte somit auch hier gezeigt werden, dass durch Wahl der Bestrahlungsparameter bzw. Bromierung die Oberflächen im Vergleich zum unbehandelten Material einen hydrophileren oder hydrophoberen Charakter bekommen.

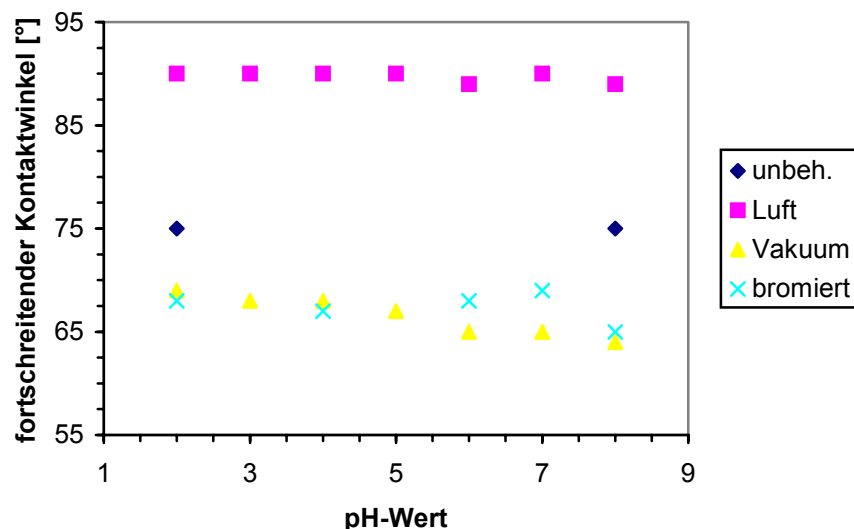


Abb. 6-18 Advancing Kontaktwinkel für Lucryl G77 Q11 für verschiedene pH-Werte. Bestrahlungsdosis der modifizierten Oberflächen 2.16 J/cm<sup>2</sup>.

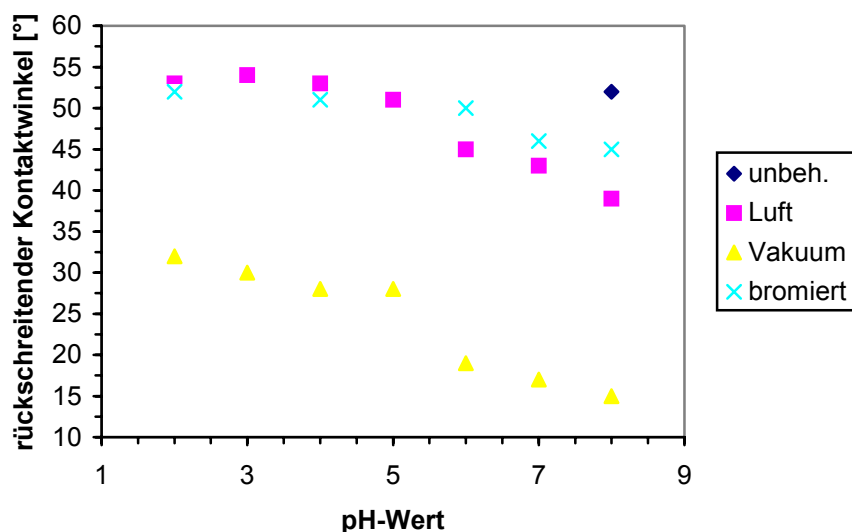


Abb. 6-19 Receding Kontaktwinkel für Lucryl G77 Q11 für verschiedene pH-Werte. Bestrahlungsdosis der modifizierten Oberflächen 2.16 J/cm<sup>2</sup>.

Adsorptions- und Desorptionsvorgänge an Oberflächen sind weiterhin eng verbunden mit der Oberflächenladungsdichte. Die Bestimmung der Oberflächenladungsdichte erfolgte durch Kristallviolett-Bindungs-Untersuchungen. Unter der Annahme eines idealen Adsorptions-/Desorptions-Verhaltens konnte von der Menge des auf der Oberfläche gebundenen, kationischen Farbstoffes auf die negative Oberflächenladungsdichte geschlossen werden (siehe Kapitel 4.2.2). Tab. 6-2 stellt die Oberflächenladungsdichten von unbehandelter, und UV modifizierter Proben gegenüber. Während das unter Vakuum modifizierte PMMA kaum eine Zunahme an negativen Oberflächenladungen zeigt, steigt sie für die unter sauerstoffhaltiger Atmosphäre bestrahlte Probe stark an.

Unbehandelt [e/100Å <sup>2</sup> ]	Luft [e/100Å <sup>2</sup> ]	Vakuum [e/100Å <sup>2</sup> ]
0,4	1,5	0,6

Tab. 6-2: Negative Oberflächenladungsdichte unbehandelter und UV-modifizierter Proben Lucryl G77 Q11, Bestrahlungsdosis 2.16 J/cm<sup>2</sup>.

Zur Demonstration des geänderten Zelladhäsionsverhalten wurden Lucryl G77 Q11 Platten über eine Chrommaske strukturiert. Abb. 6-20 zeigt eine Phasenkontrastmikrographie lebender Zellen (L929 Fibroblasten) auf einem an Luft strukturierten Substrat. Hierzu wurden die Proben mit einer Zellsuspension in Standardzellkulturmedium inkubiert, nicht adhärenente Zellen nach zwei Stunden durch Mediumwechsel entfernt und die adhärenente Zellen

weiterkultiviert. Die Fibroblasten bilden nach einem Tag in der Kultur ihre typische Struktur aus. Unabhängig von der Strukturierung unter Vakuum oder Luft wurde gleiches Adhäsionsverhalten gefunden. Da unter Vakuum hergestellte Proben hydrophiler bzw. unter Luft hergestellte Proben hydrophober sind als das intrinsische Material kann die Anlagerung mit dieser Größe nicht erklärt werden. Auch die deutlich unterschiedlichen Oberflächenladungsdichten können dieses Verhalten nicht erklären.

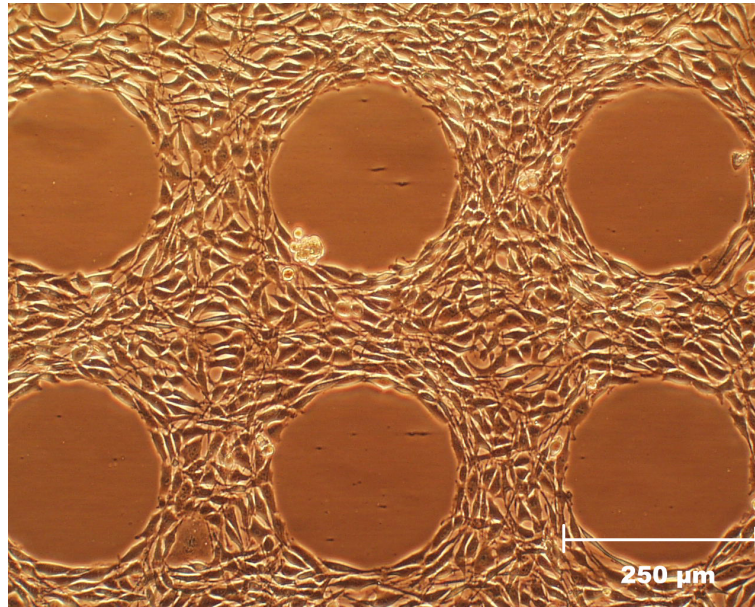


Abb. 6-20 Phasenkontrastmikrographie: Lebende Zellen (L929 Fibroblasten), die in UV-modifizierten Bereichen einer PMMA-Oberfläche haften und in unmodifizierten Bereichen nicht haften und beim Mediumwechsel entfernt werden.



## 7 Optische Eigenschaften

Die durch die Fotolyse bedingte Veränderung der dielektrischen Eigenschaften wird in diesem Kapitel beschrieben. Kapitel 7.1 beschreibt die Abhängigkeit der effektiven Brechzahlen von der Dosisdeposition und deren Zeit- und Temperaturverhalten von verschiedenen Auslagerungsbedingungen. Bei der Beschreibung wird zunächst auf die Ergebnisse der Zeitabhängigkeit eingegangen, da sie für das Verständnis der Dosisabhängigkeit erforderlich sind. Kapitel 7.2 und 7.3 beschäftigt sich mit den entstandenen Brechzahlprofilen und deren theoretischer Beschreibung.

### 7.1 Zeit- und Temperaturverhalten

Die Reaktionen, die während der Bestrahlung im Polymer ablaufen, können auch nach Ende der Bestrahlung weitergehen. Die durch die Bestrahlung entstandenen Makroradikale sind jedoch im Material fest eingebunden, ihre Beweglichkeit ist sehr gering. Ihre Lebensdauer kann bei Raumtemperatur mehrere Tage betragen [Ranb77]. Somit werden Prozesse, die in Lösung normalerweise sehr rasch ablaufen, unterdrückt. Selbst freie Radikale sind im Polymer wenig beweglich. Meist können nur niedermolekulare Produkte wie CO, CO<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>, H<sub>2</sub> aus dem Polymer heraus- oder hineindiffundieren. Ein Tempern der bestrahlten Proben nach Ende der Bestrahlung führt zu einer größeren Beweglichkeit der Makroradikale und damit zu einem beschleunigten Abbau der Radikale und weiterhin zum Ausgasen niedermolekularer Bruchstücke.

In Abb. 7-1 ist die Abhängigkeit der durch Modenlinienspektroskopie ermittelten effektiven Brechzahl von der Temperzeit bei 70°C für Lucryl G77 Q11 nach einer Bestrahlungsdosis von 2.16 J/cm<sup>2</sup> gezeigt. Zu erkennen ist, dass bereits nach 1 Stunde ein stationärer Zustand der effektiven Brechzahlen erreicht ist. Die Streuung der Messwerte für Temperzeiten größer 1 Stunde liegt in der Größenordnung des Messfehlers der Modenlinienspektroskopie. Die Zeiten bis zum Erreichen des stationären Zustandes waren zwar von der Bestrahlungsdosis und von der Temperatur abhängig, jedoch wurde die Temperzeit mit 15 Stunden ausreichend lang gewählt, damit sich unabhängig von der Temperatur im Bereich zwischen 60°C und 80°C, der Bestrahlungsdosis, Atmosphärenbedingung und dem Material immer ein stationärer Zustand einstellte. Das sich einstellende stationäre Modenspektrum war hierbei in dem gewählten Temperaturbereich unabhängig von der Temperatur. Auch nach Lagerzeiten von über einem Jahr konnte kein messbarer Unterschied im Modenspektrum mehr festgestellt werden. Bei Raumtemperatur konnte auch nach einer Woche noch ein leichter Anstieg der effektiven Brechzahlen beobachtet werden. Im Folgenden wurden alle Proben für 15 Stunden bei 80°C getempert.

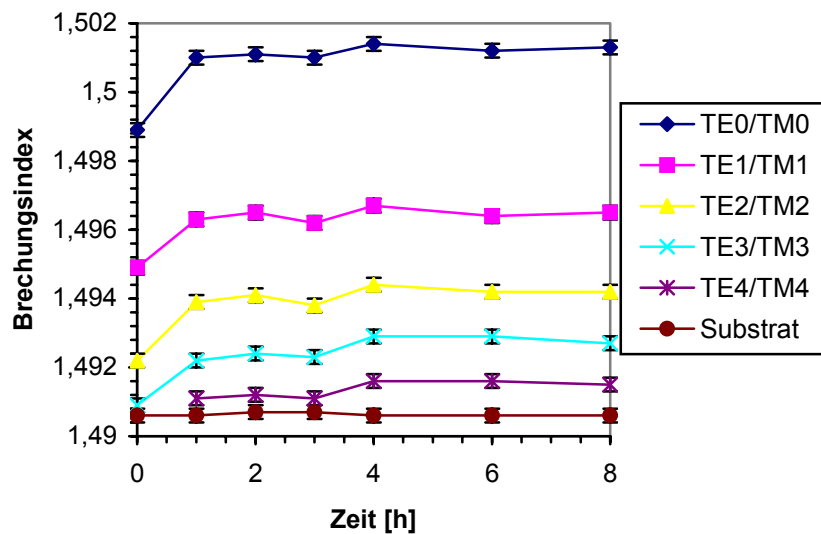


Abb. 7-1 Temperaturabhängigkeit von  $N_{\text{eff}}$  für Lucryl G77 Q11 für eine Bestrahlungsdosis von  $2.16 \text{ J/cm}^2$  bei  $70^\circ\text{C}$ .

Einhergehend mit der zeitlichen Veränderung der effektiven Brechzahlen wurde auch eine Schrumpfung des Polymers beobachtet. Die Volumenkompaktierung ist im Hinblick auf Prozessvorhalte und innere Spannungen von Bedeutung. Innere Spannungen können zu Spannungsrissen oder einer Anisotropie der Wellenleiter aufgrund des Spannungsoptischen Effektes führen. Abb. 7-2 zeigt eine lichtmikroskopische Aufnahme von Wabenstrukturen, die durch eine Chromquarz-Maske belichtet wurden. Die belichteten Ränder der Waben sind aufgrund des Volumenschrumpfs des Materials als Vertiefungen zu erkennen. Die quantitative Auswertung der Volumenkontraktion in Abhängigkeit von Bestrahlungsdosis und Auslagerungsbedingungen ist in Abb. 7-3 zu sehen. Gemessen wurde die Stufenhöhe zwischen bestrahlten und unbestrahlten Bereichen mit Hilfe eines Tastschnittmessgerätes. Zu erkennen ist ein linearer Anstieg der Stufenhöhe mit der eingestrahelten Dosis in einem Bereich zwischen  $0 \text{ J/cm}^2$  und  $25 \text{ J/cm}^2$ . Für Dosiswerte größer als  $25 \text{ J/cm}^2$  ist jedoch keine weitere Materialkompaktierung zu beobachten. Unmittelbar nach Bestrahlungsende (d.h. 0 h bei Raumtemperatur (RT)) ist die Stufenhöhe wesentlich kleiner als nach Auslagerung bei Raumtemperatur für 2448 h oder bei  $70^\circ\text{C}$  für 15 h. Auch hier unterstützt ein Tempersschritt das Ausgasen von leicht flüchtigen Produkten und somit das Erreichen eines stationären Endzustandes und einen Abbau der inneren Spannungen aufgrund von Relaxationsprozessen nach der Fotolyse.

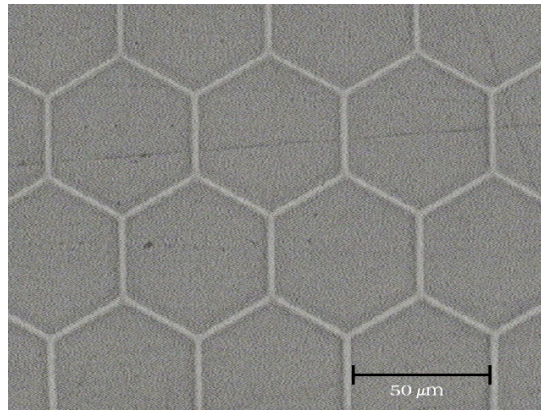


Abb. 7-2 Lichtmikroskopische Aufnahme einer durch eine Chomquarz-Maske belichteten Wabenstruktur in Lucryl G77 Q11.

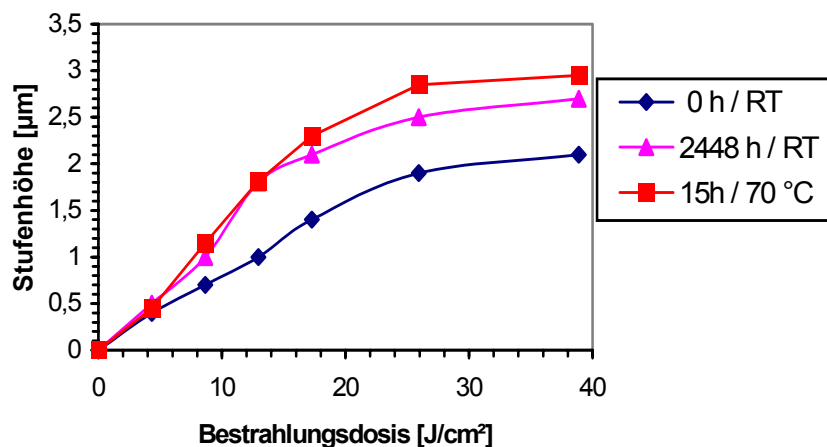


Abb. 7-3 Volumenschumpf in Abhängigkeit der Auslagerbedingungen.

Für die Einstellung eines bestimmten Modenspektrums ist weiterhin die Kenntnis der Abhängigkeit der effektiven Brechzahlen von der Bestrahlungsdosis notwendig. In Abb. 7-4 und Abb. 7-5 ist diese für Lucryl G77 Q11 bei 633 nm und 1550 nm gezeigt. Zu erkennen ist ein sehr steiler Anstieg der effektiven Brechzahlen für Dosiswerte unter 10 J/cm<sup>2</sup>, danach tritt für höhere Moden außer für die Grundmode eine Sättigung ein. Der effektive Brechungsindex der Grundmode steigt weiterhin linear mit der eingestrahlten Dosis an. Der Grund hierfür liegt in dem Anstieg des Absorptionskoeffizienten im eingestrahlten Wellenlängenbereich (siehe Kapitel 6.3.2). Mit zunehmender Bestrahlungsdosis werden nur noch oberflächennahe Bereiche des Polymers modifiziert und somit steigt noch der effektive Brechungsindex der Grundmode an, bei höheren Moden wird ein Sättigungswert erreicht. Unabhängig von Bestrahlungsdosis, Temperaturbedingungen und Material wurde keine Doppelbrechung zwischen TE- und TM-Moden gefunden. Bei der für die optische Nachrichtentechnik relevanten Wellenlänge von 1550 nm sind erst bei ca. 10 J/cm<sup>2</sup> höhere Moden als die Grundmode ausbreitungsfähig. Bei 10 J/cm<sup>2</sup> haben die effektiven Brechzahlen der Grundmode einen für schwache Führung ausreichenden Brechzahlhub von  $5 \cdot 10^{-3}$  gegenüber der Substratbrechzahl erreicht. Da die effektiven Brechzahlen von Filmwellenleitern jedoch stets größer sind als die von Streifenwellenleitern bei gleichem Brechzahlprofil (siehe Kapitel 3.1.1), ist zu erwarten, dass die optimale Dosis für Streifenwellenleiter größer

als  $10 \text{ J/cm}^2$  ist. Die Reproduzierbarkeit der Dosisabhängigkeit der effektiven Brechzahlen liegt in der Größenordnung des Messfehlers der Modenlinienspektroskopie von ca.  $2 \cdot 10^{-4}$ . Dieselben Dosisabhängigkeiten der effektiven Brechzahlen wurde auch für die anderen verwendeten Arten PMMA gemessen. Es konnte weiterhin auch kein Unterschied der Dosisabhängigkeit zwischen unter Sauerstoff und Vakuum bestrahlten Proben festgestellt werden. Dies deutet darauf hin, dass Oxidationsprodukte keinen wesentlichen Beitrag zur molaren Refraktion liefern (siehe Kapitel 2) und ferner die Degradationskinetik nahezu Material- und Atmosphärenunabhängig ist (siehe Kapitel 6). Eine Übertragbarkeit der Herstellungsparameter hinsichtlich Dosisdeposition und Temperbedingungen ist somit gewährleistet.

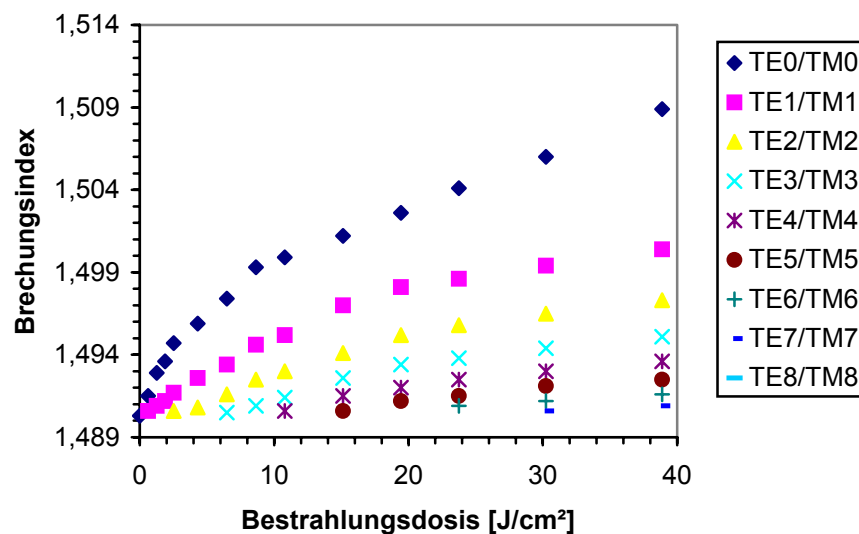


Abb. 7-4 Abhängigkeit von  $N_{\text{eff}}$  für Lucryl G77 Q11 von der Bestrahlungsdosis für eine Wellenlänge von 633 nm.

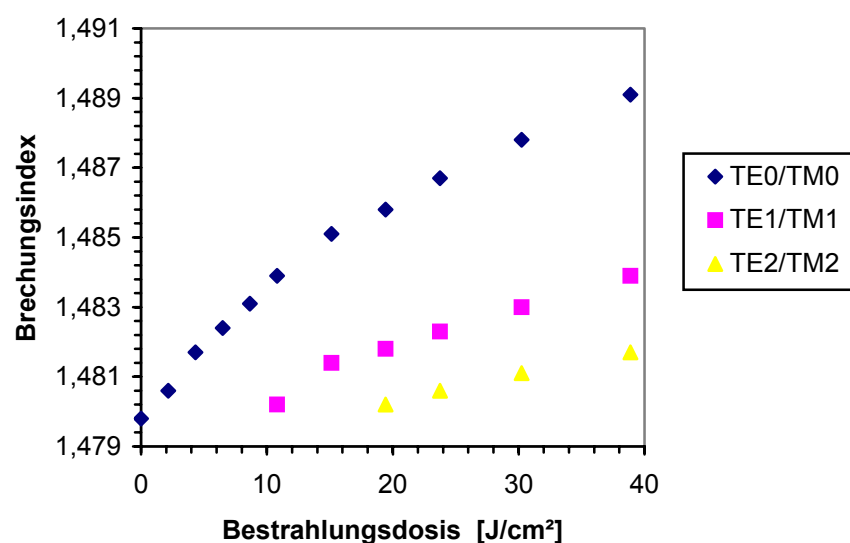


Abb. 7-5 Abhängigkeit von  $N_{\text{eff}}$  für Lucryl G77 Q11 von der Dosis für eine Wellenlänge von 1550 nm.

Wie in Kapitel 6.3.3 erläutert, wurde versucht durch Bromaddition an ungesättigte Verbindungen die Brechindexänderungen zu vergrößern und somit die langen Belichtungszeiten zu verkürzen. Die Proben wurden hierzu unter Vakuum bestrahlt, für 15 h bei 70°C getempert und anschließend für 5 h in einer Lösung aus 0.1 % Br/H<sub>2</sub>O bei Raumtemperatur ausgelagert. Durch Spülen der Proben in einer Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>/H<sub>2</sub>O-Lösung wurde das überschüssige Brom neutralisiert. Durch Abblasen mit N<sub>2</sub> und anschließendem Auslagern bei 70°C für 15 h wurden die Proben getrocknet. Abb. 7-6 zeigt die Abhängigkeit von  $N_{\text{eff}}$  für Lucryl G77 Q11 von der Bestrahlungsdosis nach Auslagerung für 5 h in einer 0.1 % Br/H<sub>2</sub>O Lösung für eine Wellenlänge von 633 nm. Die zu erwartenden größeren Brechindexhübe aufgrund der größeren molaren Refraktion einer C-Br Bindung ( $R_m=8.89$ ) gegenüber einer C=C Bindung ( $R_m=1.65$ ) sind deutlich zu erkennen. Während der maximale effektive Brechungsindex der nur durch Belichtung hergestellten Proben bei 1.5089 liegt, ist dieser Wert bei den bromierten Proben schon nach einer Bestrahlungsdosis von 4.32 J/cm<sup>2</sup> erreicht. Der maximal erreichte Brechungsindexhub der Grundmode der bromierten Proben ist mit 0.351 fast doppelt so groß wie für die nur belichteten Proben. Damit ergibt sich die Möglichkeit, die langen Belichtungszeiten drastisch zu reduzieren. Im Hinblick auf Langzeitstabilität wurden auch hier die Modenspektren und IR-Spektren nach mehrmonatiger Auslagerung unter Laborbedingungen nochmals untersucht. Auch hier ergaben sich im Rahmen der Messgenauigkeit keine Unterschiede.

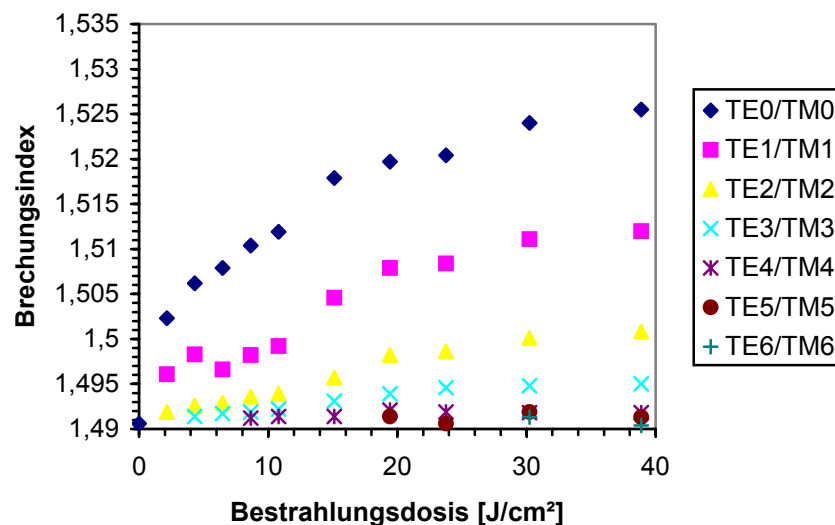


Abb. 7-6 Abhängigkeit von  $N_{\text{eff}}$  für Lucryl G77 Q11 von der Dosis nach Auslagerung für 5 h in einer 0.1 % Br/H<sub>2</sub>O Lösung für eine Wellenlänge von 633 nm.

Für den breitbandigen monomodigen Einsatz der Wellenleiter in einem breiten Wellenlängenbereich ist die Kenntnis der Dispersion des Brechungsindex notwendig. In Abb. 7-7 sind die Dispersionskurve der effektiven Modenbrechzahlen und des Substratbrechungsindex einer Probe Lucryl G77 Q11 mit einer Bestrahlungsdosis von 12.96 J/cm<sup>2</sup> dargestellt. Die Dispersion von Substrat und TE0/TM0 Mode verläuft in dem untersuchten Wellenlängenbereich nahezu parallel. Die effektiven Modenbrechzahlen höherer Moden nehmen zu größeren Wellenlängen im Vergleich zum Substratindex ab. Bei 1550 nm beträgt der Brechzahlhub von TE0/TM0 gegen über Substrat  $5 \cdot 10^{-3}$ , und ist somit für schwach

führende Strukturen ausreichend. Aufgrund der im NIR ähnlichen und sehr kleinen Dispersionen von Modenbrechzahlen und Substrat können die Wellenleiter für einen monomodigen Einsatz in einem breiten Wellenlängenbereich ausgelegt werden.

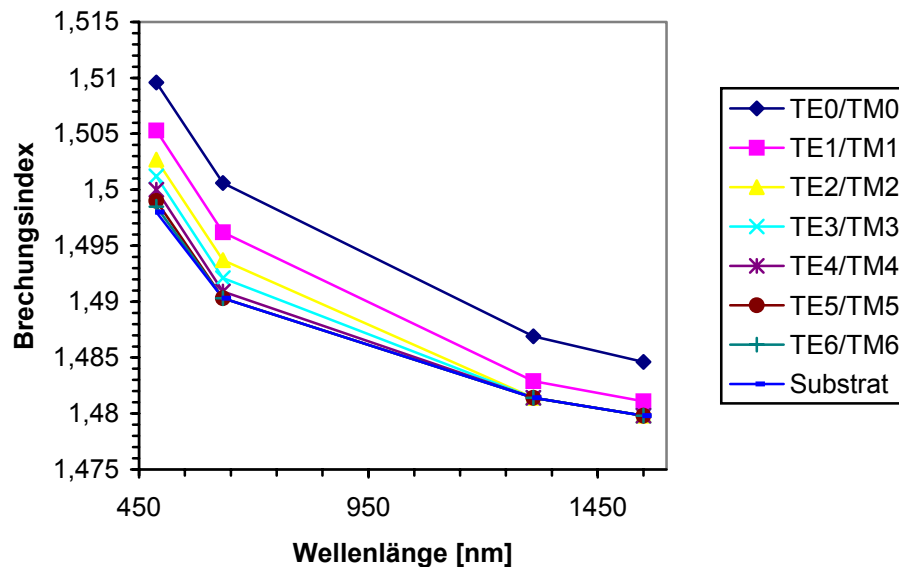


Abb. 7-7 Dispersionkurve der Effektiven Modenbrechzahlen und Substratbrechungsindex für Lucryl G77 Q11 nach einer Bestrahlzeit von 25.92 J/cm<sup>2</sup>.

### 7.1.1 Abhängigkeit der effektiven Brechzahlen von der Temperatur

Für den Einsatz optischer Wellenleiter für Sensorik und Telekommunikation ist weiterhin die Temperaturabhängigkeit der effektiven Brechzahlen von Interesse. Nach (4.6) ist die Temperaturabhängigkeit des Brechungsindex vom thermischen Ausdehnungskoeffizienten und der Brechzahl des verwendeten Materials abhängig. Sprunghafte Änderungen des thermischen Ausdehnungskoeffizienten treten an der Glasübergangstemperatur  $T_g$  von Thermoplasten auf. Ein weiterer Effekt, der mit der sprunghaften Änderung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten zusammenhängt, ist eine sprunghafte Änderung der Geometrie der Wellenleiter bei  $T_g$ . Ein diskontinuierliches Verhalten der Modenbrechzahlen ist die Folge, oberhalb und unterhalb  $T_g$  besitzen die effektiven Brechzahlen eine andere Temperaturabhängigkeit. Die Messung der Temperaturabhängigkeit der effektiven Modenbrechzahlen wurde mit der Modenlinienspektroskopie bei 633 nm durchgeführt. Hierzu wurde das Prisma in einem Temperaturbereich von 20°C – 75°C geheizt und die effektiven Modenbrechzahlen beim Aufheizen und Abkühlen in 5°C Schritten gemessen. Aufgrund der sehr großen Relaxationszeiten der molekularen Prozesse, die das thermische Verhalten des Materials bestimmen [Cari86] wurde nach jedem Aufheiz- bzw. Abkühlschritt die Temperatur solange gehalten, bis das Material einen thermodynamischen Gleichgewichtszustand erreicht hat, d.h. keine Veränderung der Modenbrechzahlen beobachtet wurde. Die Messung beim Aufheizen und Abkühlen ermöglicht ferner das Auffinden temperaturbedingter nicht reversibler Brechungsindexänderungen anhand einer Hysterese. Abb. 7-8 und Abb. 7-9 zeigen die Abhängigkeit der effektiven Brechzahlen von

der Temperatur einer unbestrahlten ( $0 \text{ J/cm}^2$ ) und einer mit einer Dosis von  $4.32 \text{ J/cm}^2$  bestrahlten Probe. Die Substratbrechzahl der unbestrahlten Probe weist im untersuchten Temperaturbereich keine Unstetigkeit auf, der Glasübergang liegt hier oberhalb des gewählten Bereichs. Der thermooptische Koeffizient beträgt  $-1.54 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$ . Hingegen zeigen die Modenbrechzahlen der bestrahlten Probe in Abb. 7-9 eine Diskontinuität in ihrer Temperaturabhängigkeit, die für Modenbrechzahlen niedriger Ordnung wesentlich ausgeprägter ist. Durch Anpassen einer linearen Regressionsgerade an die Messwerte weit oberhalb und unterhalb der Unstetigkeitsstelle kann weiterhin der thermooptische Koeffizient der effektiven Modenbrechzahlen bestimmt werden. Unterhalb  $T_g$  ist er mit  $-1.51 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$  wesentlich kleiner als oberhalb  $T_g$  mit  $-2.44 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$ . Unterhalb  $T_g$  zeigen somit der Substratbrechungsindex und der effektive Brechungsindex der Wellenleiter nahezu die gleiche Temperaturabhängigkeit. Oberhalb  $T_g$  nähern sich jedoch Substratbrechindex und effektiver Modenbrechindex des Wellenleiters immer näher an, sodass die wellenführenden Eigenschaften allmählich verloren gehen. Die Bestimmung des Glasübergangs stellt somit eine einfache Möglichkeit dar den Arbeitsbereich der UV-induzierten Wellenleiter abzuschätzen. Die genaue Bestimmung der Glasübergangstemperatur erweist sich jedoch als schwierig, da der Übergangsbereich sehr breit ist. Als Glasübergangstemperatur wurde der Mittelwert zwischen dem Anfang und Ende der linearen Bereiche oberhalb und unterhalb dieses Übergangsbereichs definiert. Dieser Bereich wird jedoch mit zunehmender Bestrahlungsdosis aufgrund zunehmender Materialinhomogenität immer breiter, sodass eine genaue Bestimmung des Glasübergangs und des thermooptischen Koeffizienten nur bedingt möglich ist.

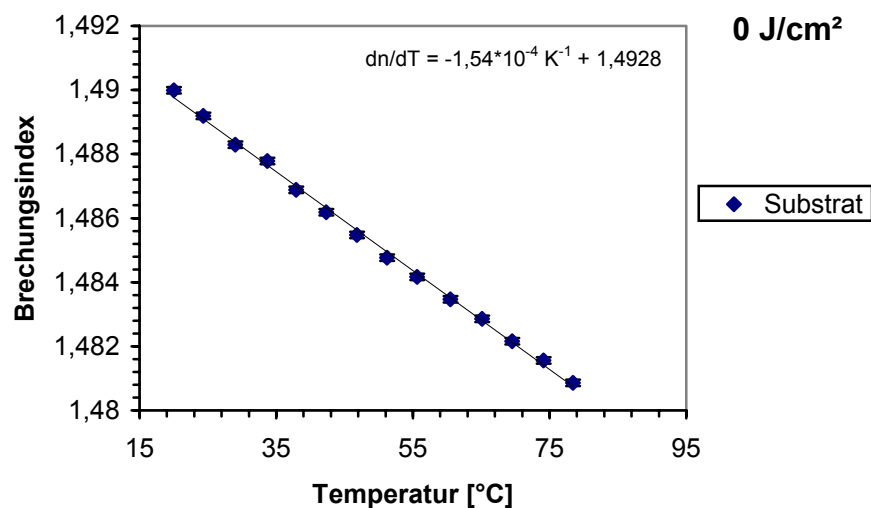


Abb. 7-8 Abhängigkeit der Substratbrechzahl von der Temperatur für eine Wellenlänge von 633 nm.

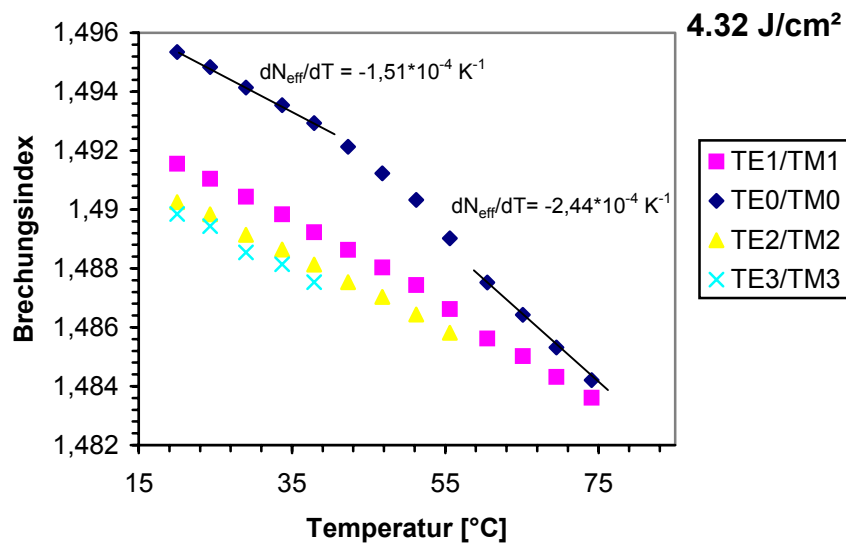


Abb. 7-9 Abhängigkeit von  $N_{\text{eff}}$  von der Temperatur für eine Wellenlänge von 633 nm.

Als alternative Methode zur Bestimmung der Glasübergangstemperatur wurden deshalb DSC-Messungen herangezogen (siehe Kapitel 4.2.2). Es wurden hierfür ca. 10  $\mu\text{m}$  dünne Polymerfilme beidseitig bestrahlt. Abb. 7-10 stellt die mittels temperaturabhängigen Modenlinienmessungen und DSC (Aufheizrate 10 K/min) bestimmten Glasübergangstemperaturen der Materialien Degalan und Lucryl G77 Q11 gegenüber. Es zeigte sich, dass durch die Fotolyse ein drastisches Absinken der Glasübergangstemperatur zu beobachten ist. Weiterhin zeigte sich eine gute Übereinstimmung der aus temperaturabhängigen effektiven Modenbrechzahlen und DSC bestimmten Glasübergänge. Für beiden Materialien erhält man näherungsweise die gleiche Dosisabhängigkeit, was auf eine Material-unabhängige Reaktionskinetik bei der Fotolyse hindeutet (siehe auch Kapitel 7.1). Somit muss bei der Herstellung der Wellenleiter ein Kompromiss zwischen Brechzahlhub und Absinken der Glasübergangstemperatur gefunden werden. Typische Dosiswerte, die einen monomodigen Einsatz der Streifenwellenleiter gewährleisten, liegen oberhalb 10 J/cm<sup>2</sup> (Kapitel 8.1.2), hier ist jedoch die Glasübergangstemperatur auf 40°C-50°C abgesunken. Für den Einsatz in einem optischen Netzwerk wird jedoch nach den Telecordia Spezifikationen [Tele98] Temperaturstabilität bis 80°C vorausgesetzt, sodass zu erwarten ist, dass diese Spezifikation nicht erfüllt werden kann. Für die Sensorik ist jedoch die Temperaturstabilität bei den meisten Anwendungen von untergeordneter Bedeutung, so dass hier 40°C-50°C ausreichend sein kann.



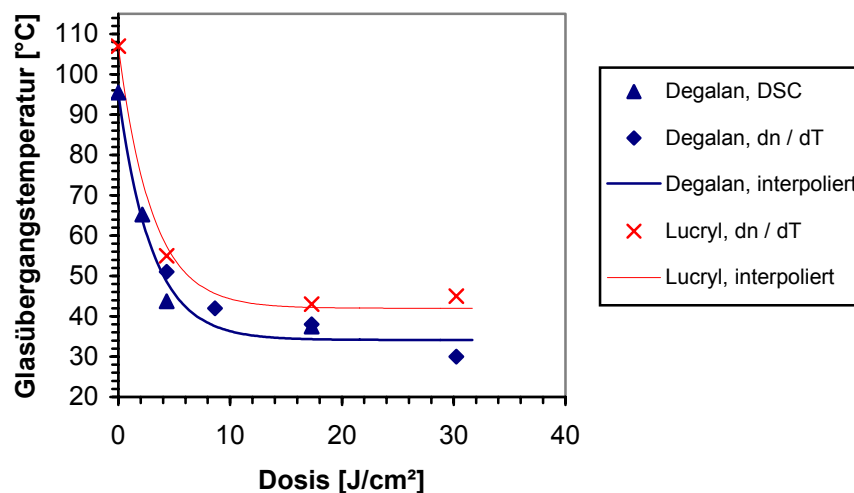


Abb. 7-10 Glasübergangstemperatur in Abhängigkeit der Bestrahlungsdosis an Luft für Lucryl G77 Q 11 und Degalan.

Wie in Kapitel 6.3.3 beschrieben, wurde durch Bestrahlung im Vakuum und Addition von Brom versucht, die thermische Stabilität des fotochemisch veränderten Materials zu erhöhen. Zu den molekularen Parametern, die den Glasübergang eines Netzwerkes beeinflussen, gehören die Kettensteifigkeit und intermolekulare Kräfte (z.B. Van-der-Waals-Kräfte, sterische Wechselwirkung) zwischen den Polymerketten. Die intermolekularen Kräfte können hierbei beispielsweise durch Größen wie Molekulargewicht, Vernetzungsgrad, Seitenkettenlänge, Taktizität beeinflusst werden [Krev90]. Bei der Addition von Brom an ungesättigte Bindungen erfolgt nun eine Änderung der intermolekularen Wechselwirkung, die eine Erhöhung der Glasübergangstemperatur zur Folge hat. Ferner kann die Bestrahlungsdosis aufgrund der größeren molaren Refraktion einer C-Br Bindung drastisch reduziert werden, sodass auch hier eine erhöhte Temperaturstabilität der Wellenleiter zu erwarten ist.

Abb. 7-11 zeigt hierzu die Glasübergangstemperatur in Abhängigkeit der Bestrahlungsdosis unter Vakuum bestrahlter und bromierten Proben. Die unter Vakuum bestrahlten Proben zeigen gegenüber denen an Luft (siehe Abb. 7-10) einen geringfügig kleinere Abnahme mit zunehmender Bestrahlungsdosis. Bei 10 J/cm<sup>2</sup> ist die Übergangstemperatur jedoch bereits von 96°C auf ca. 60°C abgefallen, was auch hier einen Einsatz für optische Telekommunikationsnetzwerke in Frage stellt. Hingegen zeigen die bromierten Proben für kleine Dosiswerte bis 8.64 J/cm<sup>2</sup> kaum einen Abfall gegenüber dem fotochemisch unveränderten Bulkmaterial. Da für die bromierten Proben bereits eine Bestrahlungsdosis von 4.32 J/cm<sup>2</sup> ausreichend ist um eine gute Wellenführung zu gewährleisten (Kapitel 8.1.2), ist zu erwarten, dass hier die Temperaturanforderungen der Telecordia-Spezifikationen erfüllt werden können.

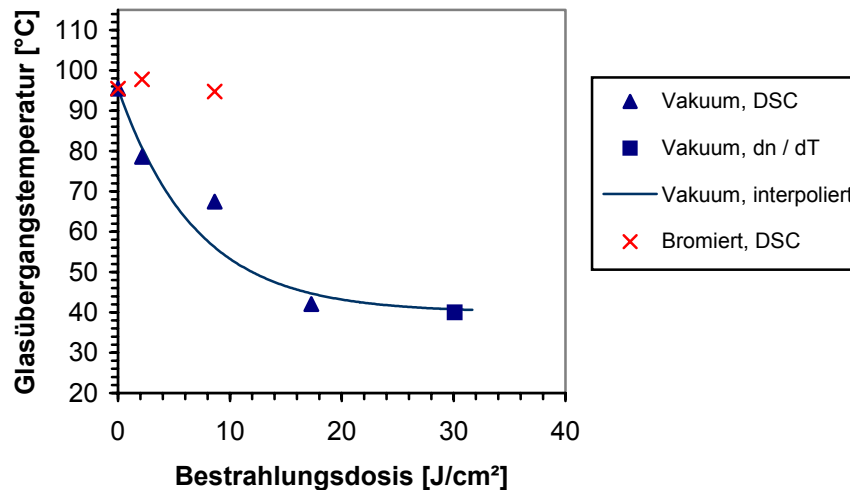


Abb. 7-11 Glasübergangstemperatur in Abhängigkeit der Bestrahlungsdosis unter Vakuum und nach der Bromierung für Degalan.

## 7.2 Brechzahlprofilrekonstruktion nach dem inversen WKB-Verfahren

Für Simulationen und Herstellung integriert optischer Bauelemente ist die Kenntnis der Brechzahlprofile notwendig. Aus der Kenntnis der Modenspektren konnten mittels eines inversen WKB-Verfahrens Brechungsindextiefenprofile rekonstruiert werden (Kapitel 4.1.1). Einige Brechzahlprofilen in Abhängigkeit der Bestrahlungsdosis sind in Abb. 7-12 wiedergegeben. Aufgrund des veränderten Absorptionsverhaltens während der Bestrahlung und Abnahme der Anzahl spaltbarer Bindungen in der Oberflächenschicht durch die Bestrahlung selbst kann kein rein exponentieller Abfall des Brechungsindex mit zunehmender Abstand von der Oberfläche erwartet werden. In der Literatur wurde das Brechzahlprofil durch ein modifiziertes Lambert-Beer-Gesetz und einer lokalen Quantenausbeute für einen Ein-Photonenprozess beschrieben [Schös97a]. Für relevante Dosiswerte für die Wellenleiterherstellung, die zwischen  $10 \text{ J/cm}^2$ - $20 \text{ J/cm}^2$  liegen, besteht jedoch kein großer Unterschied zwischen dem bestimmten Brechzahlverlauf und einer Exponentialfunktion. Die Exponentialfunktion kann an die einzelnen Profile mit sehr geringer Abweichung angepasst werden.

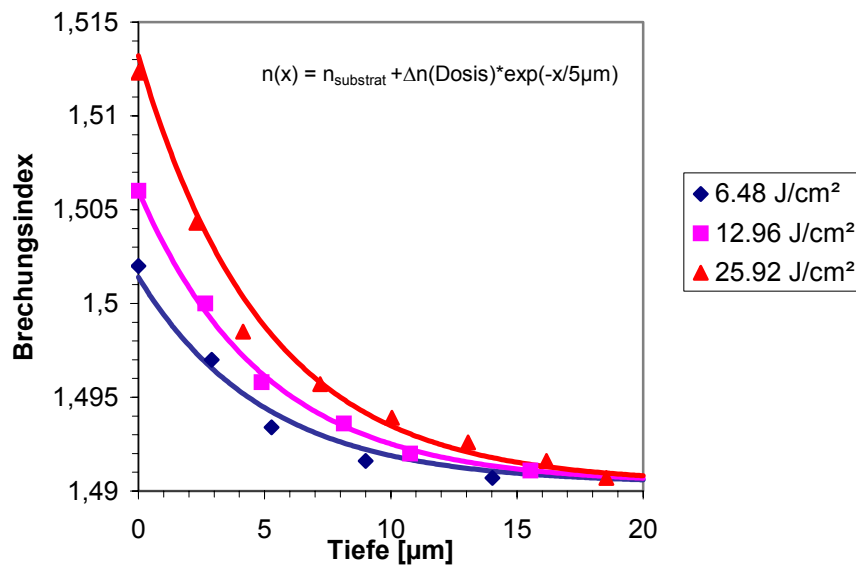


Abb. 7-12 Aus der inversen WKB-Methode berechnete Brechungsindextiefenprofil bei 633 nm für verschiedene Bestrahlungsdosis.

Aufgrund der geringen Anzahl von Moden bei 1550 nm (siehe Abb. 7-5) ist eine Profilrekonstruktion bei dieser Wellenlänge nicht möglich bzw. sehr ungenau. Wie Abb. 7-13 zeigt, sind jedoch die Brechzahlprofile im Wellenlängenbereich von 488 nm bis 633 nm kaum von der Wellenlänge abhängig. Da die Dispersion der effektiven Brechzahlen der des unbestrahlten Substrats ähnelt und die Dispersion zu größeren Wellenlängen hin immer kleiner wird, können diese Brechungsindexprofile auch für den in der optischen Nachrichtentechnik interessanten Wellenlängenbereich im NIR angenommen werden.

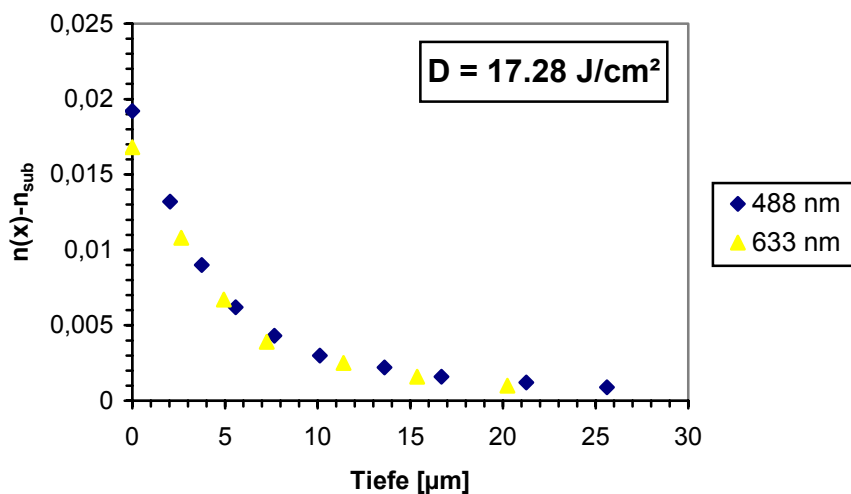


Abb. 7-13 Vergleich der Brechzahlprofilen bei verschiedenen Wellenlängen bei einer Bestrahlungsdosis von 17.28J/cm².

### 7.3 Vergleich mit universell berechneten Modendiagrammen

Im Nahen Infrarotbereich ist es hingegen möglich, universelle B-V-Modendiagramme für rein exponentielle Profilfunktionen zum Vergleich mit den ermittelten experimentellen Messdaten zu verwenden. Als Profilfunktion wurde eine Exponentialfunktion mit einer Abklingkonstanten von  $\tau = 5 \mu\text{m}$  verwendet.

$$\begin{aligned} n(x) &= n_s + \Delta n \exp(-|x|/\tau) && \text{für } x \leq 0 \\ n_0 & && \text{für } x > 0 \end{aligned} \quad (7.1)$$

Für diese Kurve wurde das Phasendiagramm numerisch berechnet (siehe 3.1.2). Die Kurven sind in Abb. 7-14 dargestellt. Durch Vergleich der gemessenen  $N_{\text{eff}}$ -Werte kann nun geprüft werden, ob die aus dem inversen WKB-Verfahren ermittelte Profilfunktion dem tatsächlichen Profil entspricht. Hierzu wurden an einer Serie von Proben die Substratbrechzahlen und effektiven Brechzahlen in Abhängigkeit der Bestrahlungsdosis im für die Wellenleiterherstellung relevanten Dosisbereich von  $10 \text{ J/cm}^2$ - $20 \text{ J/cm}^2$  bestimmt, was einer Variation des V-Parameters entspricht. Anschließend wurde  $B = (N_{\text{eff}} - n_s) / (\Delta n)$  gegen  $V = 2k\tau\sqrt{2n_{\text{sub}}(\Delta n)}$  für verschiedene Wellenlängen, d.h. verschiedene Wellenzahlen  $k$ , aufgetragen. Die unbekannte Oberflächenbrechzahl  $n_0$  wurde so gewählt, dass die Übereinstimmung beim Grundmodus optimal ist. Man sieht, dass eine gute Übereinstimmung für alle Messwerte bei allen Wellenlängen im gewählten Dosisbereich erzielt wird. Neben der Bestätigung, dass der aus der inversen WKB-Methode bestimmte Profilverlauf bei  $488 \text{ nm}$  und  $633 \text{ nm}$  dem tatsächlichen Profil entspricht, bestätigen die sehr gute Übereinstimmung der gemessenen und berechneten effektiven Brechzahlen im NIR obige Resultate bzgl. Brechzahlprofile in diesem Wellenlängenbereich.

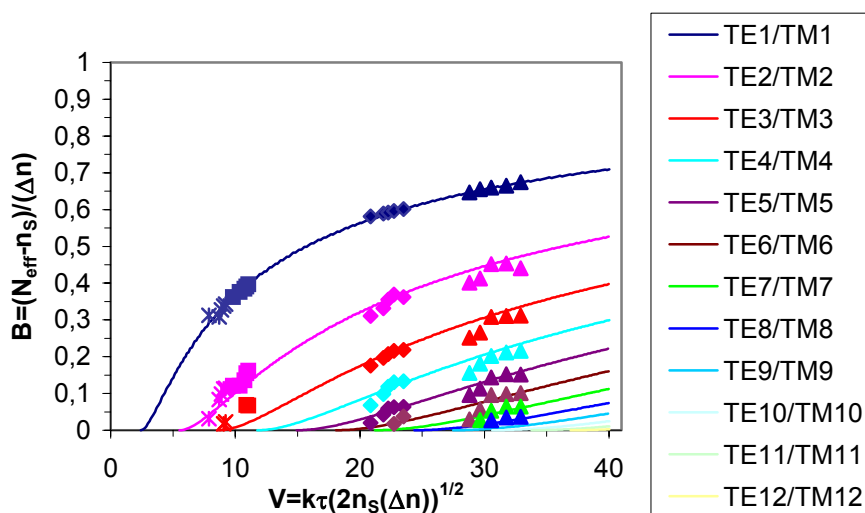


Abb. 7-14 Vergleich gemessener  $N_{\text{eff}}$  mit universellen Modendiagrammen für eine rein exponentielle Profilfunktion mit einer Abklingkonstanten von  $5 \mu\text{m}$ . Die  $N_{\text{eff}}$  Werte wurden bei 4 Wellenlängen gemessen: Dreiecke:  $488 \text{ nm}$ , Rauten  $633 \text{ nm}$ , Quadrate  $1300 \text{ nm}$ , Kreuze  $1550 \text{ nm}$ .

## 8 Herstellung und Prozessoptimierung von Streifenwellenleitern

Wie in Kapitel 2.7.2 beschrieben, werden für die Strukturierung von Streifenwellenleitern in dieser Arbeit zwei Methoden verwendet.

### 8.1 Strukturierung mittels Chrommaske

Bei der ersten Methode erfolgt die laterale Strukturierung der Wellenleiter über eine Chrommaske. Als Substrat können hierbei aufgeschleuderte dünne PMMA-Filme auf einem niederbrechenden Trägersubstrat dienen. Eine interessante Alternative stellt jedoch die Verwendung von Halbzeugen in Form von Platten dar, deren Oberfläche planarisiert und poliert wurde. Aufgrund der geringen Eindringtiefe der UV-Strahlung von wenigen Mikrometern (siehe Kapitel 7) kann der Wellenleiter direkt in die Oberfläche eingeschrieben werden. Somit können thermische Verzüge aufgrund unterschiedlicher thermischer Ausdehnungskoeffizienten von PMMA-Film und Trägersubstrat vermieden werden. Der Vorteil gegenüber bestehenden Materialien und Methoden ist weiterhin durch die deutlich kostengünstigeren PMMA Halbzeuge und einfacheren Herstellungsprozesse gegeben. Als Material wurde Hesa®glas verwendet, das sich durch seine ausgezeichnete Ebenheit und Oberflächengüte auszeichnet. Die Ebenheit beträgt ca. 10 µm über einer Fläche von 4.5 cm x 2.5 cm, der Mittenrauhwert  $r_a$  ca. 5 nm.

Zur Prozesscharakterisierung und Optimierung wurden Nahfeld- und Einfügedämpfungsmessungen durchgeführt. Die Oberflächengüte und qualitative Beurteilung der Wellenleiterstrukturen erfolgte mittels Rasterkraftmikroskopie und Lichtmikroskopie. Neben der Prozesscharakterisierung und Optimierung dient die Strukturierung mittels Chrommaske auch der Abschätzung der prozesstechnischen Grenzen im Hinblick auf die optischen Eigenschaften der Strukturierung mittels vorgeprägten Substraten. Basierend auf den Simulationsergebnissen von Kapitel 5 wurden hierzu gerade Streifenwellenleiter verschiedener Breite (5.5 µm, 7.5 µm und 9.5 µm) und Y-Verzweiger mit Öffnungswinkel von 1°, 2.5° und 4° verwendet. Hierzu wurden aus den Hesa®glas Platten Substrate unterschiedlicher Länge hergestellt. Für die Ankopplung der Faser wurden die Endflächen vor der Bestrahlung poliert.

#### 8.1.1 Lichtmikroskopie

Die qualitative Untersuchung der Wellenleiter mittels Auflicht- und Durchlicht-Mikroskopie hinsichtlich des Auftretens von Wellenleiterdefekten aufgrund von Spannungsrissen, Blasenbildung oder Verunreinigungen von Partikeln dient in einem ersten Schritt einer qualitativen Bewertung der Strukturen. Es zeigte sich, dass Spannungsrisse und Blasenbildung für die unter Vakuum und Luft hergestellten Wellenleiter nur bei sehr hohen Bestrahlungsdosen auftreten, die jedoch für eine monomodige Wellenleiterherstellung nicht relevant sind (Kapitel 8.1.2). Exemplarisch zeigt Abb. 8-1 links eine lichtmikroskopische

Aufnahme eines Y-Verzweiger mit einer Bestrahlungsdosis von  $12.96 \text{ J/cm}^2$ . Zu erkennen ist weiterhin, dass auch die Verzweigerspitze mit einer Verrundung von  $1.5 \mu\text{m}$  gut abgebildet wird. Als problematisch erwies sich jedoch die anschließende Bromierung der unter Vakuum hergestellten Wellenleiter. Hier kam es auch bei Dosiswerten, die für die monomodige Wellenleiterherstellung relevant sind, bei zu langen Bromierungszeiten zur Spannungsrisssbildung. Auch Tempern über der Glasübergangstemperatur des modifizierten Materials führte zu keiner Ausheilung der Spannungsrisse (Abb. 8-1 rechts). Durch Reduktion der Bromierungszeit von 5 h auf 3 h in einer 0.1 %  $\text{Br}_2/\text{H}_2\text{O}$ -Lösung konnte jedoch die Spannungsrisssbildung verhindert werden. Allerdings sollte in dieser Zeit noch keine vollständige Umsetzung bei der Bromierung stattgefunden haben. Jedoch können durch Variation der Temperatur, Konzentration, Zeit und Lösungsmittel weitere Optimierungen durchgeführt werden.

Die Überprüfung der Maßabweichungen vom Sollmaß wurde in einem nächsten Schritt durchgeführt. Maßabweichungen können einerseits aufgrund von thermischen Verzügen oder andererseits aufgrund des Proximity-Effekts entstehen. Die Folge davon ist eine Dosisverschmierung im Resist. Thermische Verzüge können hierbei durch die stark unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Substratmaterials (Hesa©glas  $6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ), Maskenblanks (Suprasil:  $5 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ ) und der Maskenabsorber (Chrom  $6 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ ) auftreten. Durch die hohen Bestrahlungsdosen und der damit verbundenen Erwärmung der Maskenabsorber und freiliegenden obersten Substratschicht bzw. auch in geringerem Maße der Maskenmembran und tieferliegenden Bereiche im Substrat können so unterschiedliche Längenausdehnungen resultieren, aus den die thermischen Verzüge entstehen. Hinzu kommt, dass aufgrund der schlechten Wärmeleitfähigkeit des Substrats (Hesa©glas  $0.19 \text{ kcal/mhK}$ ) bzw. Bestrahlung unter Vakuum die Wärme schlecht abgeführt werden kann. Aufgrund des Volumenschumpfs- und der damit verbundenen Kantenverrundung war jedoch lichtmikroskopisch keine genaue Überprüfung von Maßabweichungen der nur wenige Mikrometer großen Strukturen möglich. Eine Messung der Wellenleiterbreite mittels Rasterkraftmikroskopie oder Rasterelektronenmikroskopie wurde in dieser Arbeit nicht durchgeführt.

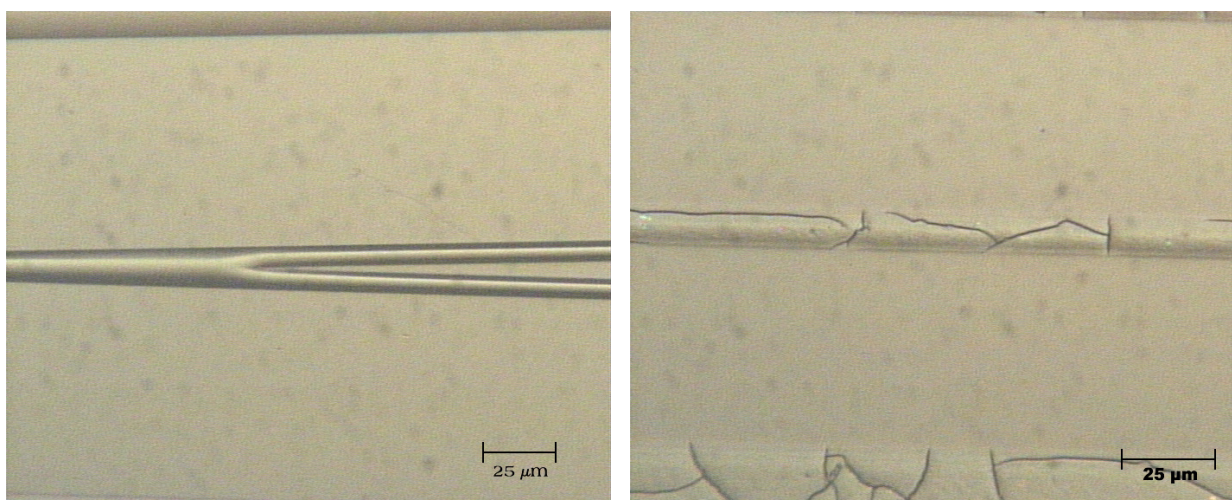


Abb. 8-1 Durchlicht-Mikroskopische Aufnahme eines Y-Verzweigers (links) und eines geraden Wellenleiters (rechts), die unterschiedlich prozessiert wurden.

### 8.1.2 Nahfeldmessungen

Eine weitere qualitative Beurteilung der Streifenwellenleiter kann durch die Analyse des Nahfelds erfolgen (Kapitel 4.1.3). Die Nahfelder der Wellenleiter wurden bei einer Wellenlänge von 1550 nm gemessen. Der in Abb. 2-1 gezeigte 5.5  $\mu\text{m}$  breite, mit einer Bestrahlungsdosis von 12.96 J/cm<sup>2</sup> hergestellte Wellenleiter ist einmodig. Auch durch Dejustieren der Einkoppelfaser können keine Moden höherer Ordnung angeregt werden. Abb. 8-3 zeigt das dazugehörige Intensitätsprofil parallel und senkrecht zur Oberfläche. Parallel zur Oberfläche erhält man eine näherungsweise gaussförmige Intensitätsverteilung. Die FWHM liegt bei ca. 10  $\mu\text{m}$ , was auf die weit ausgedehnten evaneszenten Felder aufgrund einer schwachen Führung in horizontaler Richtung zurückzuführen ist. In vertikaler Richtung ist die Intensitätsverteilung aufgrund des exponentiell abfallenden Brechzahlprofils und der großen Brechzahldifferenz zwischen Luft und Wellenleiter stark asymmetrisch. Die gemessenen Modenfelder zeigen eine sehr gute Übereinstimmung mit den simulierten in Abb. 5-4. Darüber hinaus ist kein Streulicht im Mantelmaterial zu erkennen, was auf geringe Oberflächenrauheiten des Wellenleiters hindeutet.

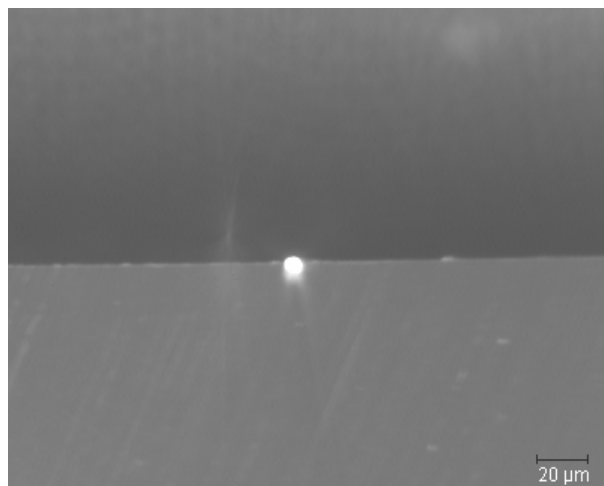


Abb. 8-2 Nahfeldmessung eines 5.5  $\mu\text{m}$  breiten Wellenleiters bei  $\lambda = 1550$  nm.

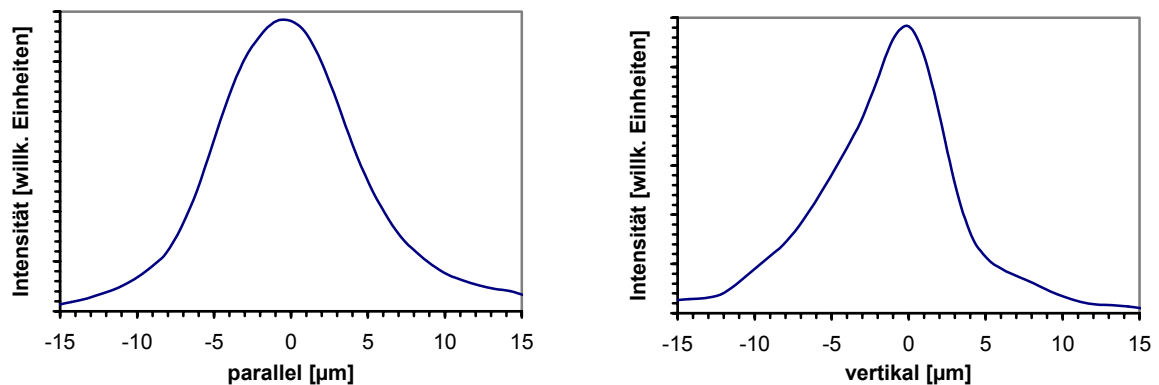


Abb. 8-3 Horizontale und vertikale Intensitätsverteilung eines 5.5  $\mu\text{m}$  breiten Wellenleiters.



Die Bestimmung der Cut-Off-Bestrahlungsdosis, d.h. die Bestrahlungsdosis, bei der neben der Grundmode auch höhere Moden ausbreitungsfähig sind, erfolgte hier ebenfalls durch Nahfeldmessungen. Durch Dejustieren der Einkoppelfaser gegenüber dem Wellenleiter wurde versucht, höhere Moden anzuregen. Mit Hilfe von Abb. 8-4 soll die Vorgehensweise erläutert werden. Dargestellt sind die Modenprofile parallel und vertikal zur Oberfläche in Abhängigkeit von der Bestrahlungsdosis für einen 9.5  $\mu\text{m}$  breiten Wellenleiter. Parallel zur Oberfläche erhält man bei 8.64  $\text{J}/\text{cm}^2$  nur ein Intensitätsmaximum. Bei Erhöhung der Dosis auf 12.96  $\text{J}/\text{cm}^2$  sind jedoch schon zwei Intensitätsmaxima zu erkennen, die auf eine zweite Mode parallel zur Oberfläche schließen lassen. In vertikaler Richtung sind die Verhältnisse anders. Aufgrund der größeren Eindringtiefe der UV-Strahlung zu Beginn der Bestrahlung werden auch tieferliegende Bereiche von der Brechungsindexmodifikation erfasst. Es sind mehrere Moden ausbreitungsfähig. Aufgrund der anfangs sehr geringen Brechungsindexmodifikation ist die Führung jedoch sehr schwach, die Modenfelder sind entsprechend groß. Bei 8.64  $\text{J}/\text{cm}^2$  erhält man so zwei Moden. Mit zunehmender Bestrahlungsdosis steigt der Absorptionskoeffizient im eingestrahlichten Wellenlängenbereich stark an, es werden nur noch oberflächennahe Gebiete von der Brechungsindexmodifikation erfasst (Kapitel 6.3.2). Die Wellenführung findet nur noch bis zu einer Tiefe von wenigen Mikrometern statt. Der Wellenleiter wird aufgrund des "Confinement" monomodig. Dieser Fall tritt bei dem hier dargestellten Wellenleiter bei 12.96  $\text{J}/\text{cm}^2$  ein. Danach tritt eine Sättigung des Absorptionskoeffizient ein, der Wellenleiter bleibt auch bei 17.28  $\text{J}/\text{cm}^2$  monomodig.

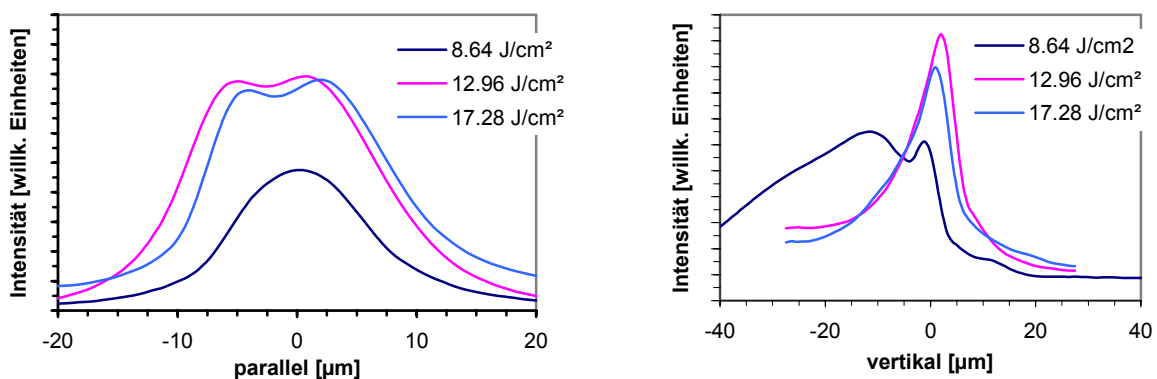


Abb. 8-4 Horizontales und vertikales Modenprofil in Abhängigkeit der Bestrahlungsdosis unter Vakuum.

Trägt man nun die Modenzahlen (erste Ziffer: Horizontal, zweite Ziffer: Vertikal) in Abhängigkeit der Bestrahlungsdosis für verschiedene Wellenleiterbreiten auf, so erhält man das in Abb. 8-5 dargestellte Diagramm. Aufgrund der gleichen Modenspektren und der damit gleichen Brechzahlverteilung besteht zwischen den unter Vakuum und unter Luft bestrahlten Proben kein Unterschied. Sie sind im linken Diagramm zusammengefasst. Im rechten Diagramm sind die bromierten Proben dargestellt. Man erkennt, dass für die unter Vakuum und Luft hergestellten Wellenleiter die Monomodigkeit bei einer Bestrahlungsdosis zwischen 12.96  $\text{J}/\text{cm}^2$  und 17.28  $\text{J}/\text{cm}^2$  bei einer Wellenleiterbreite von 5.5  $\mu\text{m}$  und 7,5  $\mu\text{m}$  gewährleistet ist. Bei den bromierten Wellenleitern im rechten Diagramm ist jedoch kein Bereich für eine monomodige Wellenleiterherstellung ausfindig zu machen. Hier kann die Wellenleiterdicke nicht über die Eindringtiefe kontrolliert werden. In diesem Fall kann durch



Aufschleudern eines Resists mit definierter Dicke auf einem Substrat oder durch Anpassen des eingestrahlten Spektrums und der damit verbundenen geänderten Eindringtiefe die Monomodigkeit gewährleistet werden. Dies wurde jedoch in dieser Arbeit nicht durchgeführt. Bei  $4.32 \text{ J/cm}^2$  zeigte es sich jedoch, dass die zweite Mode erst am entstehen ist und auch hier ein quasi einmodiger Betrieb des Wellenleiters mit sehr geringen Koppelverlusten zu einer Monomodefaser gewährleistet ist (Kapitel 8.1.3).

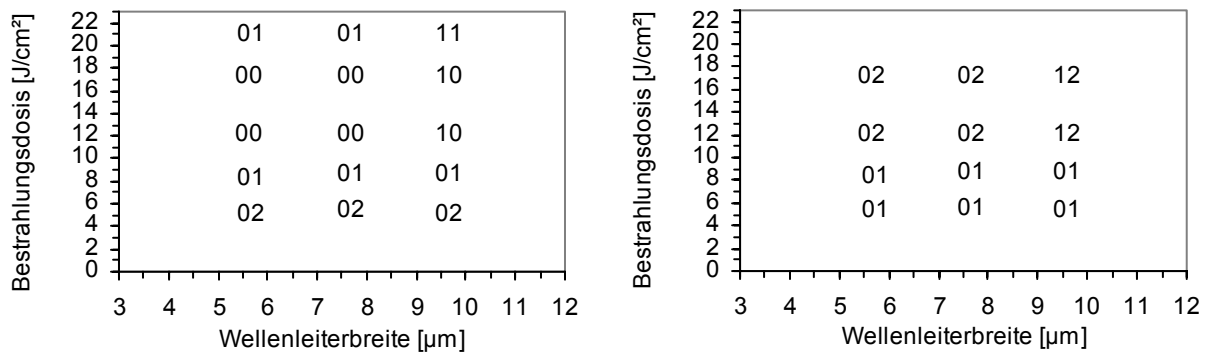


Abb. 8-5 Cut-off Bestrahlungsdosis in Abhängigkeit der Wellenleiterbreite und Prozessierung. Links: Unter Vakuum oder Luft hergestellter Wellenleiter. Rechts: Bromierte Wellenleiter.

Im Folgenden wurde für die Wellenleiterherstellung unter Vakuum und Luft eine Bestrahlungsdosis von  $12.96 \text{ J/cm}^2$ , für die bromierten Proben eine Dosis von  $4.32 \text{ J/cm}^2$  und einer Bromierungszeit von 5 h in einer 0.1 %  $\text{Br}_2/\text{H}_2\text{O}$  Lösung bei Raumtemperatur verwendet. Mit diesen Parametern wurden gerade Wellenleiter unterschiedlicher Länge und Y-Verzweiger mit verschiedenen Öffnungswinkeln hergestellt. Zum Abschluss ist in Abb. 8-6 noch die Nahfeldaufnahme eines Y-Verzweigers mit einem Öffnungswinkel von  $2.5^\circ$  gezeigt. Wie man sieht, findet eine symmetrische Aufteilung in die einzelnen Verzweigerarme statt. Im Bereich zwischen den Verzweigerarmen ist kein Streulicht zu erkennen, was auf geringe Verluste im Taperbereich und an der Verzweigerspitze schließen lässt.

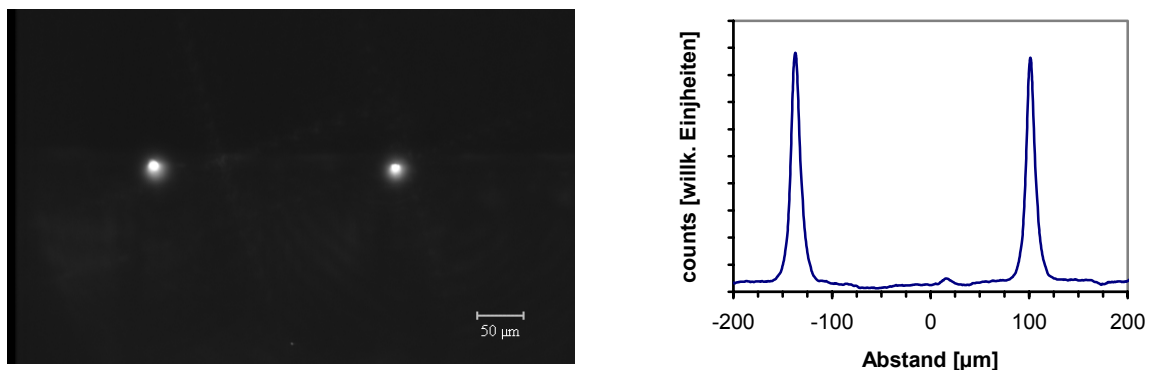


Abb. 8-6 Nahfeldmessung bei  $\lambda = 1550 \text{ nm}$  eines symmetrischen Y-Verzweigers. Wellenleiterbreite  $5.5 \text{ µm}$ . Bestrahlungsdosis  $12.96 \text{ J/cm}^2$  unter Vakuum.

### 8.1.3 Einfügedämpfung

Neben der Einmodigkeit muss für eine Beurteilung der Wellenleiter die Einfügedämpfung ermittelt werden. Dafür wird zunächst eine Referenz aufgenommen, die aus der Dämpfungsmessung bei Stoßkopplung der beiden Glasfasern besteht. Anschließend positioniert man die Wellenleiter zwischen die Glasfaserenden. Die Differenz dieser beiden Messungen ergibt die Einfügedämpfung der integriert optischen Komponente. Sowohl bei der Referenz als auch bei der Messung mit Wellenleiter wurde Indexmatching-Öl verwendet. Neben Messungen bei einer festen Wellenlänge bei 1550 nm wurden auch spektrale Einfügedämpfungsmessungen im Bereich von 1100 nm-1700 nm durchgeführt. Basierend auf den Nahfeldmessungen wurden die Prozessparameter zur Wellenleiterherstellung so gewählt, dass für die Wellenleiterbreiten 5.5  $\mu\text{m}$  und 7.5  $\mu\text{m}$  ein Erhalt der Monomodigkeit gewährleistet ist. Dies bedeutet für die unter Vakuum und Luft hergestellten Wellenleiter eine Dosis von 12.96 J/cm<sup>2</sup> und für die bromierten Proben eine Dosis von 4.32 J/cm<sup>2</sup> (Kapitel 8.1.2). Abb. 8-7 zeigt nun die Einfügedämpfung gerader Wellenleiter unterschiedlicher Längen und Breiten. Aus den Ausgleichsgeraden kann nun die intrinsische Wellenleiterdämpfung ohne Kopplungsverluste bestimmt werden. Es zeigte sich, dass die unter Vakuum hergestellten Wellenleiter mit einer Dämpfung von 0.9 dB/cm wesentlich besser sind als die unter Luft, die eine Dämpfung von 1.7 dB/cm aufweisen. Obwohl die unter Luft und Vakuum hergestellten Wellenleiter mit einer Breite von 9.5  $\mu\text{m}$  zweimodig sind, zeigen sie nahezu die gleichen Einfügedämpfungen wie die Einmodigen. Ebenso zeigen die bromierten Wellenleiter mit 1.3 dB/cm Dämpfungswerte, die zwischen denen unter Vakuum und Luft liegen. Extrapoliert man die Ausgleichsgerade bis zum Schnittpunkt mit der Abszisse, so erhält man die Faser-Wellenleiter Koppelverluste. Für die unter Vakuum und Luft prozessierten Wellenleiter erhält man Koppelverluste von ca. 0.9 dB und bei den bromierten ca. 0.7 dB. Aufgrund der schwachen Führung der Wellenleiter und den damit verbundenen weit ausgedehnten evaneszenten Feldern sind die Koppelverluste wellenbreiten-unabhängigen.

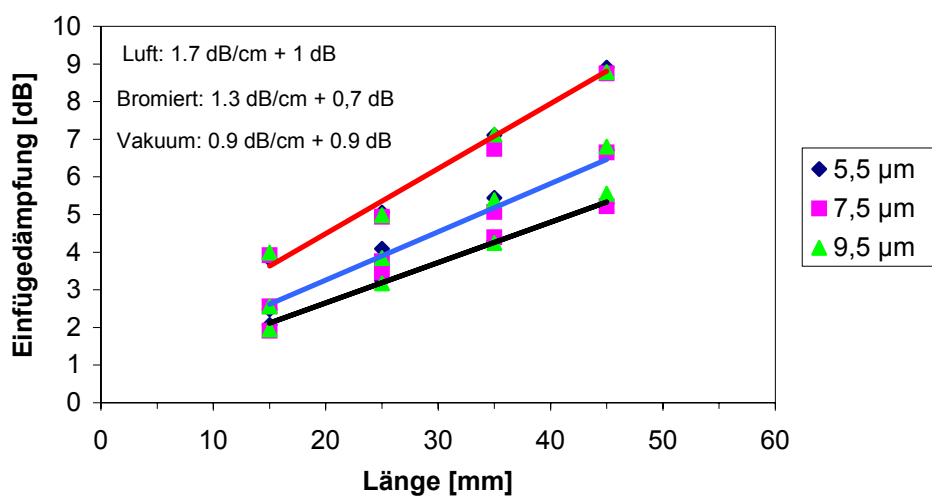


Abb. 8-7 Einfügedämpfung bei 1550 nm in Abhängigkeit der Wellenleiterlänge und Breite.

Für den breitbandigen Einsatz integriert optischer Komponenten ist weiterhin der spektrale Verlauf der Absorption von Interesse. Um den Einfluss der Fotolyse auf die spektrale Absorption im NIR qualitativ zu untersuchen, wurde zunächst ein Referenzspektrum einer unbehandelten 500  $\mu\text{m}$  dicken Folie Hesa©glas aufgenommen. Abb. 8-8 zeigt das Transmissionsspektrum. Man sieht, dass die für die optischen Nachrichtentechnik verwendeten optischen Fenster bei 1300 nm und 1550 nm sich nicht im Bereich der Absorptionsmaxima der Oberschwingungen der CH-Bindungen befinden. Jedoch ist aufgrund der endlichen Breite der Oberschwingungen ein Einfluss auf die Dämpfung in den optischen Fenstern bemerkbar. So beeinflusst die sehr intensive Bande der  $2\nu(\text{CH})$ , deren Maximum bei ca. 1620 nm liegt, die Dämpfung bei 1550 nm. Bei 1300 nm tragen die Oberschwingungen der Streck- ( $3\nu(\text{CH})$ ) und Kombinationsschwingung ( $2\nu(\text{CH})+\delta(\text{CH})$ ) zur Dämpfung bei. Weitere bei PMMA vorkommende Oberschwingungen im NIR sind Schwingungen der Carbonylbande. Die vierte Oberschwingung liegt hier bei ca. 1430 nm, ist aber aufgrund der wesentlich stärkeren Intensität der  $2\nu(\text{CH})+\delta(\text{CH})$  Bande überdeckt.

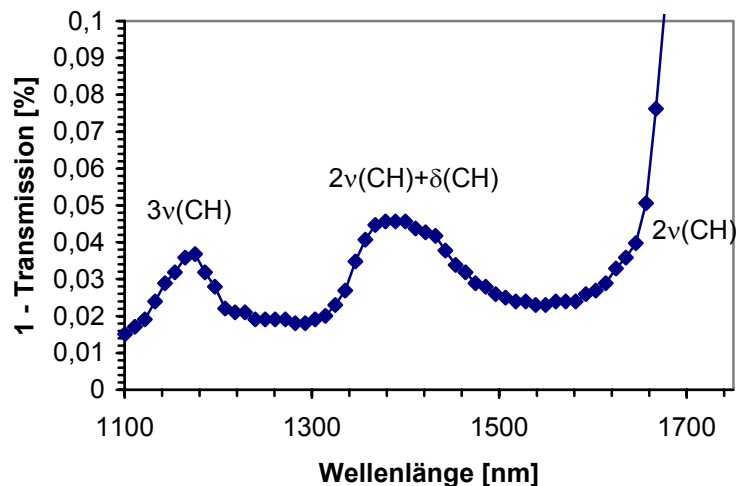


Abb. 8-8 Transmissionsspektrum einer 500  $\mu\text{m}$  dicken Hesa©glas.

Abb. 8-9 stellt hierzu im Vergleich die spektrale Einfügedämpfung von 2,5 cm langen und 7,5  $\mu\text{m}$  breiten Wellenleitern dar. Qualitativ erhält man den gleichen Verlauf wie die spektrale Absorption des intrinsischen Materials in Abb. 8-8. Das durch die Infrarotspektroskopie festgestellte Entstehen von R-OH Oxidationsprodukten bei der Prozessierung an Luft zeigt hier im Bereich 1200 nm-1350 nm keinen Einfluss. Im Bereich um 1550 nm zeigen die unter Vakuum hergestellten Wellenleiter wesentlich bessere Dämpfungswerte als die anderen. Das Maximum einer R-OH Oberschwingung sollte bei ca. 1440 nm auftreten, es wird somit von  $2\nu(\text{CH})+\delta(\text{CH})$  Bande überdeckt. Die größeren Dämpfungswerte um 1550 nm können so nur von Ausläufern dieser Banden beeinflusst werden. Welchen Beitrag hier von den einzelnen Bindungen ausgeht, konnte jedoch nicht geklärt werden.

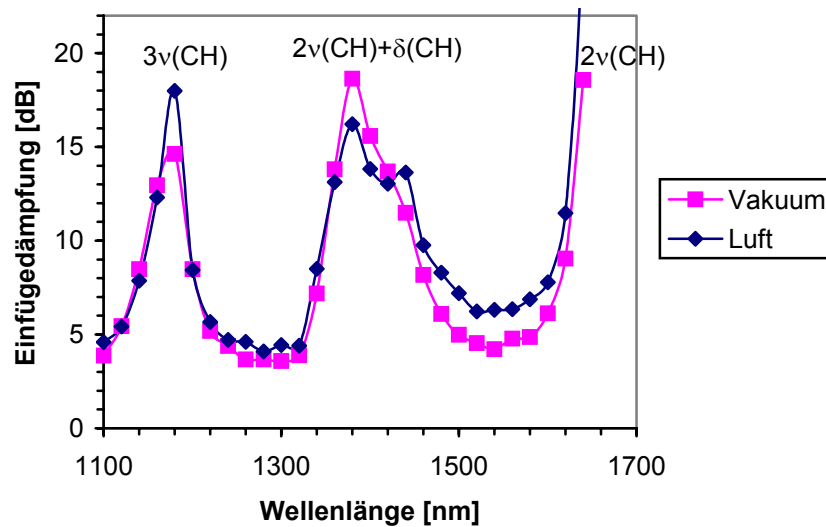


Abb. 8-9 Spektrale Einfügedämpfung 7.5 µm breiter und 2.5 cm langer Wellenleiter Bestrahlungsdosis 12.96 J/cm<sup>2</sup>.

Neben der spektralen Absorption im Bereich von 1100 nm-1700 nm wurden auch polarisationsabhängige Einfügedämpfungsmessungen in einem Spektralbereich von 1520 nm-1620 nm durchgeführt.\* Die polarisationsabhängige Einfügedämpfung wurde mit einem "Photonic All-Parameter Analyzer" von Agilent Technologies bestimmt. Hierbei werden die Verluste bei vier Polarisationszuständen bei jeder Wellenlänge gemessen. Diese vier Werte bilden die Koeffizienten der erste Reihe einer Mueller Matrix, aus der die polarisationsabhängigen Verluste (engl. polarization dependent loss, PDL) bestimmt werden können [Wage02], [Crai03]. Wie in Abb. 8-10 zu erkennen ist, liegen sie im Mittel unterhalb von 0.15 dB im gesamten optischen Fenster von 1520 nm-1620 nm für einen 13 mm langen geraden Wellenleiter. Niedrige polarisationsabhängige Verluste sind für optische Netzwerke essentiell. Für integriert optische Bauelemente treten so keine zusätzlichen Verluste auf, die in einer Polarisationsabhängigkeit resultieren. Eine Aufspaltung in HE- und EH-Polarisationszustände ("polarization diversity") für den Einsatz integriert optischer Komponenten ist somit aufgrund der extrem kleinen polarisationsabhängigen Verluste eventuell nicht nötig. Für polarisationserhaltende Bauelemente sind weiterhin keine zusätzlichen polarisationserhaltenden Maßnahmen notwendig.

\* Die Messungen wurden von Herrn Gaganidze am Institut für Materialforschung 1 durchgeführt.

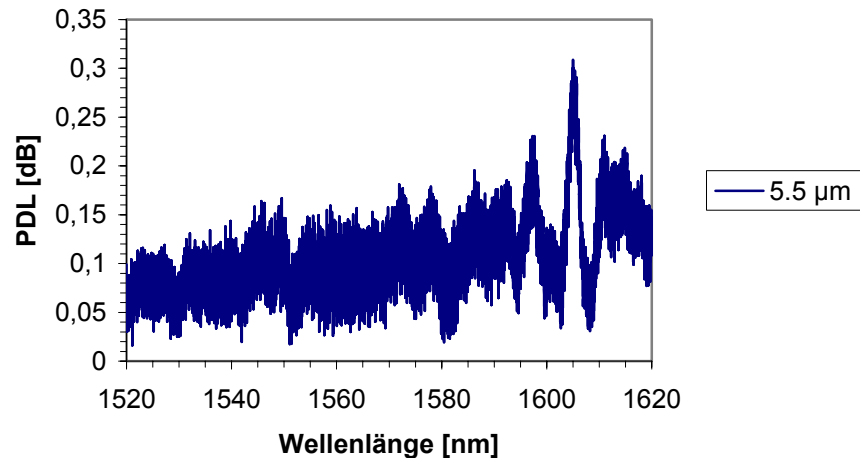


Abb. 8-10 Spektrale polarisationsabhängige Verluste für einen 13 mm langen, 5.5 µm breiten Wellenleiter.

Im Anschluss an die geraden Wellenleiter wurden nun die hergestellten Y-Verzweiger untersucht. Die spektrale Einfügedämpfung eines Verzweigers mit einem Öffnungswinkel von  $2.5^\circ$  ist in Abb. 8-11 dargestellt. Die Aufteilung in die beiden Verzweigerarme über dem gesamten Spektralbereich ist sehr gleichmäßig. In jedem Verzweigerarm hat man einen Verlust von ca. 6.5 dB. Insgesamt erhält man so für die Einfügedämpfung des Verzweigers ca. 3.5 dB. Dies ist ca. 1 dB mehr als für ein gerader Wellenleiter gleicher Länge. Diese zusätzlichen Verluste sind hauptsächlich auf den relativ großen Verzweigeröffnungswinkel von  $2.5^\circ$  und Spitzenverrundungen von  $1.5 \mu\text{m}$  zurückzuführen (Abb. 5-8). Kleinere Öffnungswinkel bzw. Spitzenverrundungen sind jedoch bei der Herstellung von Wellenleitern über vorgeprägte Substrate nicht möglich (Kapitel 8.2.5.)

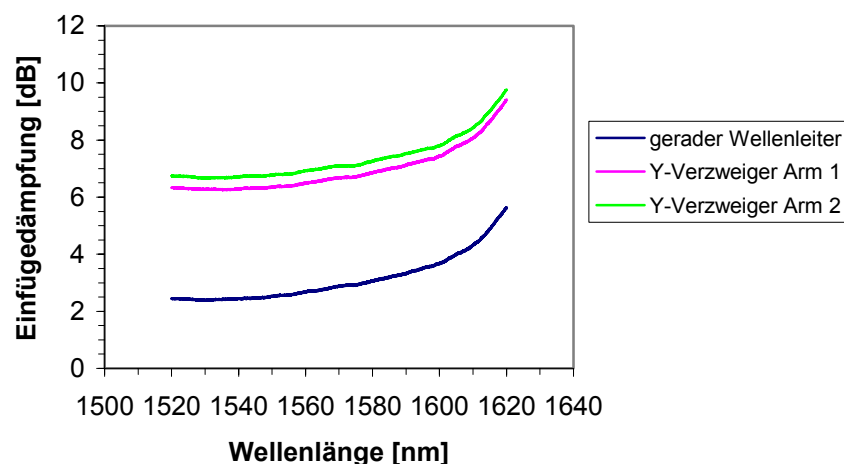


Abb. 8-11 Einfügedämpfung in beiden Armen eines Y-Verzweigers mit einem Öffnungswinkel von  $2.5^\circ$ .

Auch hier wurden polarisationsabhängige Einfügedämpfungsmessungen in den beiden Armen des Verzweigers durchgeführt. Polarisationsabhängige Verluste können hier durch die Modenaufweitung im Taperbereich oder durch Herstellungstoleranzen der Verzweigerspitze entstehen. Abb. 8-12 zeigt die Ergebnisse dieser Messung. Im Vergleich zu einem geraden Wellenleiter ist nur ein geringfügiger Anstieg in den beiden Ausgangsarmen festzustellen. Weiterhin zeigen beide Arme nahezu identische Verluste, was für den Einsatz als Leistungsteiler auch notwendig ist.

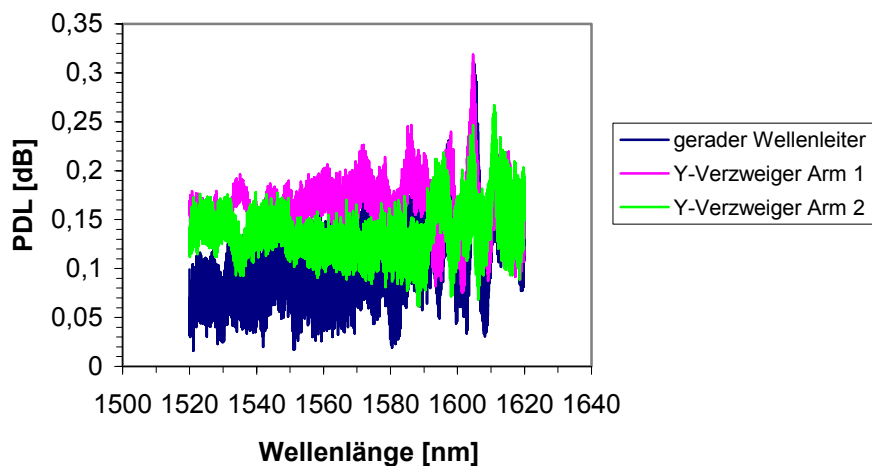


Abb. 8-12 Polarisationsabhängige Verluste in beiden Armen eines Y-Verzweigers mit einem Öffnungswinkel von  $2.5^\circ$ .

### 8.1.4 Thermische Belastung

Für die Untersuchungen zur thermischen Stabilität wurden gerade Wellenleiter bei verschiedenen Temperaturen für 15 h im Ofen getempert. Nach jeder Temperzyklus wurde die Probe auf Raumtemperatur abgekühlt und erneut die Einfügedämpfung bestimmt. Die Temperatur wurde in Schritten von  $40^\circ\text{C}$  bis  $95^\circ\text{C}$  erhöht. Abb. 8-13 zeigt die Ergebnisse der unter Vakuum bzw. durch zusätzliche Bromierung hergestellten Wellenleiter. Bis  $95^\circ\text{C}$  ist hier im Rahmen der Messgenauigkeit kein Unterschied in der Einfügedämpfung festzustellen. Das in Kapitel 7.1 gefundene Absinken der Glasübergangstemperatur wirkt sich hier nicht negativ aus. Gemäß den Telecordia Spezifikationen müssen faseroptische Komponenten Betriebstemperaturzyklen von  $-40^\circ\text{C}$ - $85^\circ\text{C}$  erfüllen bei 90 % relativer Feuchte. Zumindest für die Temperbedingungen bis  $85^\circ\text{C}$  könnten die Wellenleiter diese Bedingung erfüllen. Für die weiteren Untersuchungen müssen die Einfügedämpfungen der Wellenleiter in situ auf einem heizbaren Probenhalter bzw. im Klimaschrank durchgeführt werden, um Rückschlüsse auf ihren Einsatzbereich ziehen zu können. Gegen Feuchteinflüsse sind Schutzschichten und Kapselung möglich.

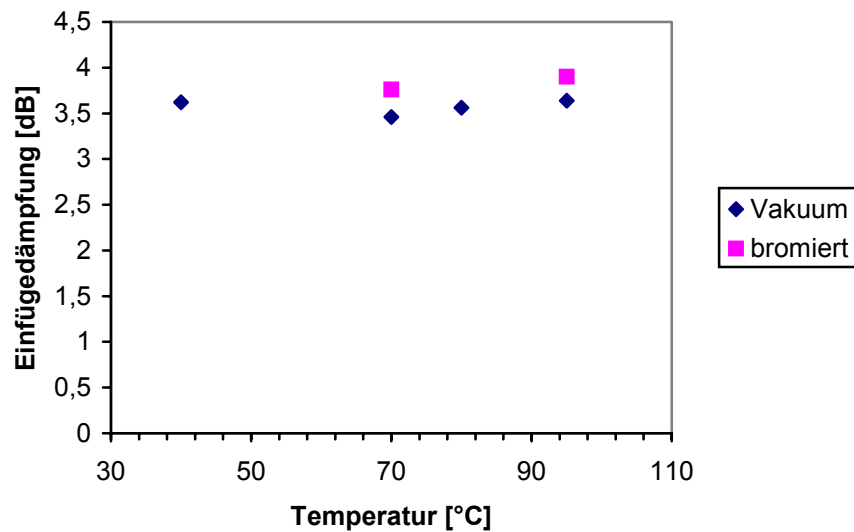


Abb. 8-13 Einfügedämpfung bei 1550 nm von 7.5  $\mu\text{m}$  breiten Wellenleitern, die unter Vakuum bzw. durch zusätzliche Bromierung hergestellt wurde.

## 8.2 Strukturierung mittels vorgeprägten Substrat

Da bei der Herstellung von Wellenleitern neben der einfachen Herstellung der integriert optischen Komponenten auch die zuverlässige und kostengünstige Aufbau- und Verbindungstechnik eine entscheidende Rolle spielt, wurde eine zweite Maskierungsmethode entwickelt (siehe Kapitel 2.7.1). Sie basiert auf der Strukturierung von Wellenleitern auf einem durch einen Formeinsatz vorgeprägten Substrat (Abb. 8-14). Diese Methode gewährleistet die Integration der Wellenleiter innerhalb einer mikrooptischen Bank und somit die Möglichkeit zum passiven Ankoppeln von Glasfasern. Ein großer Vorteil dieser Technologie besteht in dem Potential der Massenvervielfältigung. Die gleichzeitig mit den Wellenleitern hergestellten Faserführungsgräben gewährleisten gegenüber der zeitintensiven aktiven Faserjustage einen reduzierten Montageaufwand von Wellenleiterkomponenten.

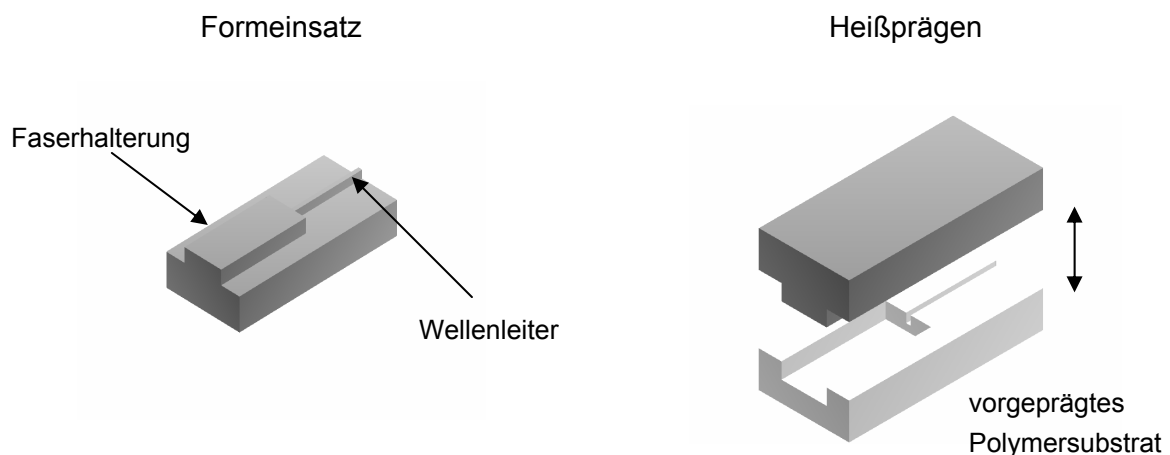


Abb. 8-14 Links: Formeinsatz mit Faserhalterung und Wellenleiter. Rechts: Vorgeprägtes Polymersubstrat.

Die Herstellung integrierter optischer Komponenten mit passiver Faser-Chip-Kopplung ist mit höchsten Präzisions- und Qualitäts-Anforderungen verbunden. Entscheidend für die optischen Verluste der Komponenten sind dabei u.a. die erreichbare Genauigkeit der Faserankopplung von ca.  $1\ \mu\text{m}$  und die Wandrauheiten der Strukturen. Seitenwandrauheiten sind in Bezug auf Oberflächenstreuerverluste an den Kanten eines Streifenwellenleiters von Bedeutung. Die für die Mikrostrukturierung eingesetzte Röntgentiefenlithographie kann die sehr hohen Genauigkeitsanforderungen an Seitenwandrauheiten für eine frei wählbare laterale Geometrie von wenigen Mikrometern erfüllen. Typische Seitenwandrauheiten von LIGA-Strukturen liegen in der Größenordnung 5-20 nm [Ache00] und erfüllen somit die Anforderung. Weiterhin ist die Seitenwandsteilheit der Maskierungsstrukturen in Zusammenhang mit der Bestrahlung der Seitenwände bei der planaren UV-Strahlung von Interesse (Abb. 8-15). Die Seitenwandsteilheit von LIGA-Strukturen ist unabhängig vom Design der Struktur. Es ergibt sich eine Zunahme der Breite nach unten von  $0.24\ \mu\text{m}$  pro  $100\ \mu\text{m}$  Strukturhöhe [Zieg99], was für eine ausreichende Abschattung der Ränder genügt.

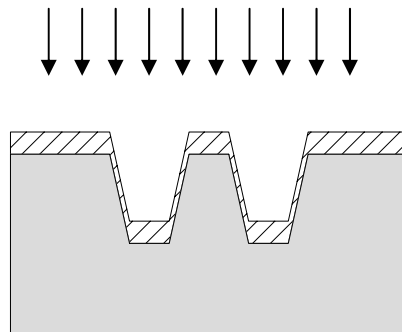
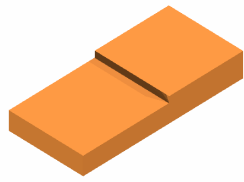


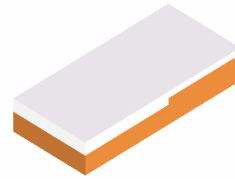
Abb. 8-15 Schematische Darstellung der Seitenwandbestrahlung.

Im Rahmen dieser Arbeit sollte nun ein Herstellungsprozess für gestufte Formeinsätze auf Basis des LIGA-Verfahrens entwickelt werden. Nach Möglichkeit sollte hierbei auf bereits etablierte "Standardprozesse" zurückgegriffen werden. Ausführliche Darstellungen des LIGA-Verfahrens findet man in [Ache00], [Menz97]. Da die Anforderungen jedoch für viele Prozessschritte nicht ausreichen, wurden Prozessmodifikationen bzw. komplett neue Prozessschritte entwickelt. Das modifizierte LIGA-Verfahren zur Herstellung gestufter mikrooptischer Bänke ist in Abb. 8-16 schematisch dargestellt. Abweichungen von Standardprozessschritten werden in folgenden Kapitel ausführlich beschrieben. In einem ersten Schritt wird durch ein geeignetes Strukturierungsverfahren ein gestuftes Substrat hergestellt. Auf diesem Substrat wird der LIGA-Prozess durchgeführt. Hierzu wird das Substrat mit einem Röntgenresist beschichtet. Der Resist wird anschließend durch Fräsen auf eine bestimmte Sollhöhe eingestellt. Durch justierte röntgentiefenlithographische Abbildung der Maske gegenüber dem vorstrukturierten Substrat wird die Maskenstruktur in den Resist übertragen. Nach dem Entwickeln des Resists wird durch galvanische Abscheidung von Nickel über die Höhe der Kunststoffstrukturen hinaus ein Formeinsatz hergestellt. Dazu wird das Substrat im nachfolgenden Schritt durch Erodieren und nasschemisches Ätzen von dem Formeinsatz getrennt. Der im Formeinsatz zurückbleibende Resist wird gestrippt, der zurückbleibende Ni-Formeinsatz kann nun für die Replikationsverfahren verwendet werden. In dieser Arbeit wurde das Heißprägeverfahren verwendet.

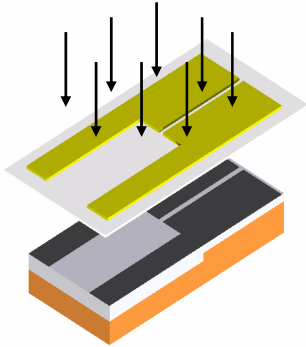




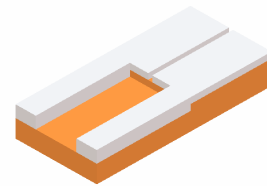
1. vorstrukturiertes Kupfersubstrat



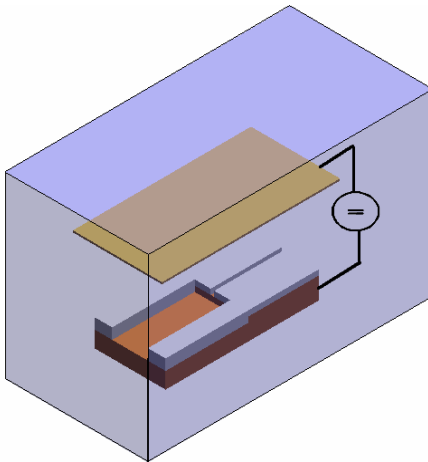
2. aufgegossener Resist auf Sollhöhe



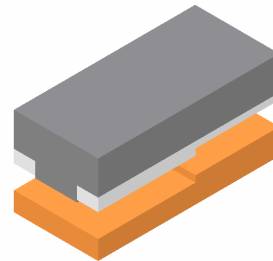
3. Justierte Röntgentiefenlithographie



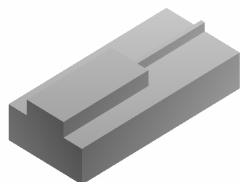
4. Entwicklung



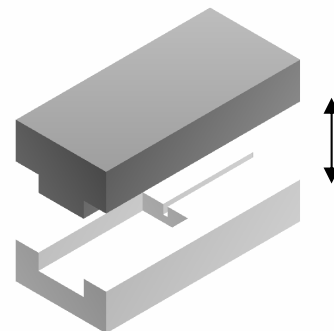
5. Ni-Galvanik



6. Substrat entfernen



7. Ni-Formeinsatz



8. Heißprägen

Abb. 8-16 Schematische Darstellung der Formeinsatzherstellung.

### 8.2.1 Gestufte Substrate

Prinzipiell besteht ein geeigneter gestufter Formeinsatz aus einem Wellenleiterbereich und einem Faserbereich, die sich auf unterschiedlichen Substratebenen befinden. Dies ist notwendig, da Wellenleiter und Faser unterschiedliche geometrische Abmessungen besitzen. Der Durchmesser der Standard-Monomodefaser beträgt  $125\ \mu\text{m}$  mit einem Kerndurchmesser von  $9.2\ \mu\text{m}$ . Die typischen Außendurchmesserschwankungen der Faser liegen in der Größe  $\pm 1\ \mu\text{m}$ . Wie in Kapitel 5 beschrieben, wird ein optimaler Modenfeldüberlapp zwischen Faser und Wellenleiter erzielt, wenn sich der Fasermittelpunkt  $3.5\ \mu\text{m}$  unter der Wellenleiteroberfläche befindet. Da bei der Grubenstruktur die Wellenleiteroberfläche direkt durch die Stufenhöhe vorgegeben wird, bedeutet dies eine Stufenhöhe im Kupfersubstrat von  $66\ \mu\text{m}$ . Im Fall des Rippenwellenleiters ist es nicht zwingend notwendig ein gestuftes Substrat zu verwenden (Abb. 2-4). Da jedoch das Aspektverhältnis bei einer Wellenleiterbreite von  $5.5\ \mu\text{m}$ - $9.5\ \mu\text{m}$  und einer Resisthöhe von  $66\ \mu\text{m}$  sehr groß ist, ist beim Heißprägen eine unvollständige Befüllung der Kavitäten oder ein Abreißen der Rippenstrukturen beim Entformen zu befürchten. Aus diesen Grund wurde bei der Rippenstruktur neben der Herstellung von ungestuften Formeinsätzen auch gestufte Formeinsätze hergestellt. Die Stufenhöhe wurde auf  $45\ \mu\text{m}$  festgesetzt, da somit das Aspektverhältnis drastisch reduziert wird und andererseits immer noch gewährleistet ist, dass der Wellenleiter an der Rippenoberseite von den restlichen Wellenleitern entkoppelt ist (Kapitel 5.1). Für die Herstellung der gestuften Substrate wurde nun ein geeignetes Strukturierungsverfahren gesucht. Denkbar sind hierbei Kombination aus Lithographie und Galvanik, Nass- oder Trockenchemisches Ätzen in Silizium [Müll96] oder Feinwerktechnische Verfahren [Wall02]. Wegen guten Erfahrungen bei der Herstellung von Fasersteckern mittels Diamantpräzisionsfräsen [Wall02] wurde diese Methode auch hier für geeigneten gehalten. Als Material wurde Kupfer ausgewählt, da es sich durch Diamantfräsen sehr gut bearbeiten lässt. Aufgrund der schlechten Planparallelität und Ebenheit der Kupfersubstrate von mehreren Mikrometern (ca.  $5\ \mu\text{m}$ - $10\ \mu\text{m}$ ) oder möglichen Keilfehlern beim Einspannen der Substrate beim Fräsen war es nötig, das ganze Substrat zu überfräsen, um somit eine exakte Ausrichtung der Substratebene zur Schneidebene der Spindel zu erreichen. Auf das so hergestellte gestufte Substrat wurde als haftvermittelnde Schicht zwischen Röntgenresist und dem Kupfersubstrat, bzw. um auch das Kupfer vor dem Entwicklersystem zu schützen, eine  $3\ \mu\text{m}$  dicke Titanschicht aufgesputtert. Durch nasschemisches Oxidieren der Titanschicht kann die Oberflächenrauigkeit der Titanschicht noch zusätzlich erhöht werden, um eine besser Haftung zwischen Röntgenresist und Titan aufgrund einer besseren mechanischen Verzahnung zu gewährleisten. Titan wird aufgrund seiner geringen Ordnungszahl und guten Resisthaftung standardmäßig im LIGA-Prozess eingesetzt.

Um die Tauglichkeit des Herstellungsverfahrens für gestufte Substrate zu prüfen, wurden Planparallelität, Ebenheit, Stufenhöhe und Oberflächenqualität mit Hilfe eines Tastschnittgeräts, die lateralen Abmessungen mit einem optischen Koordinatenmesssystem vermessen. Es zeigte sich, dass die lokale Stufenhöhe hierbei innerhalb eines Substrates auf  $\pm 1\ \mu\text{m}$  genau eingestellt werden konnte. Von Substrat zu Substrat traten jedoch Abweichungen von bis zu  $\pm 2\ \mu\text{m}$  auf. Typische  $r_a$  Werte der gefrästen Oberfläche betragen vor und nach dem Sputtern von Titan ca.  $100\ \text{nm}$ . Durch nasschemisches Oxidieren erhöhte sich dieser Wert auf ca.  $200\ \text{nm}$ - $300\ \text{nm}$ . Die Rauigkeit überträgt sich jedoch bei der

anschließenden Galvanoformung unmittelbar auf die Formeinsatzoberfläche. Nachteilig wirkt sich somit diese Rauigkeit auf die optische Qualität der Strukturen im Wellenleiterbereich und die Entformbarkeit beim Heißprägeprozess aus. Bei der Grubenstruktur zeigte es sich, dass auch ohne Oxidieren des Titans eine ausreichende Haftung zwischen Resist und Oberfläche gewährleistet ist. Dennoch ist auch deren Rauigkeit für optische Anwendungen nicht ausreichend. Bei ungestuften Formeinsätzen kann diese Rauigkeit in einem Polierschritt wieder entfernt werden. Dies ist jedoch bei gestuften Formeinsätzen nicht möglich. Deshalb wurde nun bereits bei den gestuften Substraten für die Grubenstruktur versucht, durch Polieren im Wellenleiterbereich, nach dem Titansputtern, die Oberflächenrauigkeit herabzusetzen. Da Polieren im Gegensatz zum Fräsen nicht dazu geeignet ist einen definierten Materialabtrag zu erzielen, musste ein Kompromiss zwischen verbesserter Rauigkeit und Abweichung der Stufenhöhe vom Sollmaß gefunden werden. Der  $r_a$ -Wert konnte so auf ca. 50 nm erniedrigt werden, bei einer Einhaltung der Stufenhöhen von ca.  $\pm 3 \mu\text{m}$ . Die lateralen Abmessungen konnten aufgrund von Graten an den Strukturkanten durch die mechanische Bearbeitung nur mit einer Genauigkeit von ca.  $\pm 5 \mu\text{m}$  bestimmt werden. Im Rahmen der Messgenauigkeit konnten so keine Abweichungen vom Sollmaß festgestellt werden. Aufgrund der möglichen lateralen Maßabweichungen von kleiner 5  $\mu\text{m}$  sind somit axiale Versätze von Faser und Wellenleiter zu vernachlässigen, dominierend sind die lateralen Versätze aufgrund von Abweichungen in der Stufenhöhe. Allerdings trägt die Kantenqualität insbesondere bei der Grubenstruktur maßgeblich zum Einkoppelverhalten der Wellenleiter bei, da sie die Stirnfläche des Wellenleiters bildet. Für die Rippenstruktur ist die Kantenqualität von untergeordneter Bedeutung, hier dient das gestufte Substrat der Reduzierung des Aspektverhältnisses. Jedoch können durch mögliche Hinterschnitte und Rauigkeiten die Entformkräfte beim Heißprägen drastisch erhöht werden.

### 8.2.2 Beschichtung

Bei der nun folgenden Beschichtung mit dem Röntgenresist traten insofern Abweichungen vom Standardprozess auf, da Resisthöhen im Faser- und Wellenleiterbereich unterschiedlich waren. Das standardmäßige Aufkleben von auf Sollhöhe gefrästen PMMA GS 233 Resistplättchen auf das Substrat konnte somit nicht angewendet werden. Ein anderes in der LIGA-Technik für Resistdicken  $< 100 \mu\text{m}$  eingesetztes Beschichtungsverfahren ist eine direkte Polymerisation des PMMA-Resists direkt auf dem Substrat. Das am Institut für Mikrostrukturtechnik eingesetzte und unter dem Handelsnamen Plexidon M 727 geführte Gießharz ist eine Lösung von 1.5 Teilen PMMA in 8.5 Teilen seines Monomers MMA. Als Zusätze werden, 1 Gew.-% Dimethylanilin (DMA) als thermischer Initiator, 1.5 Gew.-% Dibenzolperoxid (BPO) als Härter, 1.5 Gew. % Methacryloxypropyltrimethoxysilan (MEMO) als Vernetzer und Haftvermittler verwendet. Durch den thermischen Initiator startet die Polymerisation bei Raumtemperatur und erreicht ein Molekulargewicht von  $M_w \approx 1 \cdot 10^{-7}$  g/mol. Der durch die Polymerisation entstandene Volumenschwund beträgt ca. 20%.

Auch in dieser Arbeit wurde diese Zusammensetzung beibehalten, jedoch wurden beim anschließenden Beschichten des Substrats Änderungen gegenüber dem Standardprozess vorgenommen. Die Beschichtung des Substrats erfolgte durch Gießen des Resists. Die grobe Einstellung der Resistdicken erfolgt hierbei mittels Präzisions-Lehrenbänder der Firma Hasberg. Der Resist wurde hierzu in einen Rahmen aus Präzisionslehrbändern, der das LIGA-Strukturfeld umschließt, gegossen. Die Höhe der Präzisionslehrbänder betrug hierbei

200  $\mu\text{m}$ . Problematisch war hierbei der Einschluss von Luftblasen im Resist und das Befüllen von Vertiefungen und Kavitäten. Als vorteilhaft erwies es sich, das beschichtete Substrat nach dem Gießen im Vakuumofen für 1 min bei 0.2 bar bei Raumtemperatur ausgasen zu lassen. Die Aushärtung erfolgt anschließend unter einer Presse zwischen zwei Glasplatten unter 4 bar Flächenpressung für 4 Stunden. Die Glasplatten waren mit einer Polyimidfolie abgedeckt, um ein Ankleben des Resist an der Glasplatte zu verhindern. Durch anschließendes Tempern der Proben oberhalb  $T_g$  wurden durch Polymerisationsschwund entstandenen Spannungen wieder abgebaut. Hierzu wurde der Standardtemperprozess durchgeführt, bei dem das Tempern des beschichteten Substrats bei 110°C erfolgt. Diese Temperatur wurde eine Stunde gehalten. Die Aufheizrate betrug 15°C/min, die Abkühlrate 7.5°C/min. Die sich einstellende Resistdicke lag zwischen 250  $\mu\text{m}$ -350  $\mu\text{m}$ . Diese hohe Resistdicke war auch notwendig, da für das präzise Einstellen der Resisthöhe durch Polierfräsen die Dickenschwankungen ausgeglichen werden mussten. Wie in Kapitel 5 beschrieben wird die minimale Resisthöhe bei der Grubenstruktur durch die minimale Grubentiefe, bei der der Wellenleitern am Grubenboden von den Wellenleitern an der Oberfläche vollständig voneinander entkoppelt sind, und der Stufenhöhe für die optimale Einkoppelposition bestimmt. Dies führt bei einer Stufenhöhe von 66  $\mu\text{m}$  und einer Grubentiefe von mindestens 11  $\mu\text{m}$  auf eine Resisthöhe von 77  $\mu\text{m}$ . Einerseits kann die Resistdicke nur lokal aufgrund der Planparallelitäten und Ebenheiten von ca. 5  $\mu\text{m}$  – 10  $\mu\text{m}$  und Keilfehlern beim Einspannen der Substrate auf ca.  $\pm 1 \mu\text{m}$  eingehalten werden. Über das gesamte LIGA-Strukturfeld liegt die Ungenauigkeit jedoch bei ca. 10  $\mu\text{m}$ . Sehr große Resistdicken gewährleisteten zwar ein vollständiges Entkoppeln über dem gesamten Strukturfeld, erhöhen aber andererseits das Aspektverhältnis beim LIGA-Verfahren und den Proximityabstand, zwischen der maskierenden vorgeprägten Struktur und der zu belichtenden Wellenleiteroberfläche, bei der anschließenden UV-Belichtung. Die Resistdicke konnte so zwischen 80  $\mu\text{m}$ -90  $\mu\text{m}$  über dem gesamten Strukturfeld eingehalten werden. Für die Rippenstruktur ist die Resisthöhe durch die optimale Einkoppelposition der Faser unterhalb der Wellenleiteroberfläche bestimmt. Ferner ist hier die Oberflächenrauigkeit des Resists für die Streuverluste der Wellenleiter von Bedeutung. Hier wurde versucht, die Resisthöhe zumindest lokal beim Übergang Faser- Wellenleiterbereich, der an den Rändern des LIGA-Strukturfeldes liegt, einzuhalten. Durch nachfolgendes manuelles Polieren wurde versucht, die Oberflächenrauigkeit bei minimalen Abtrag herabzusetzen. Die  $r_a$ -Werte lagen in der Größenordnung 50 nm – 100 nm, die Abweichungen der lokalen Stufenhöhe betragen hier ca.  $\pm 3 \mu\text{m}$ .

### 8.2.3 Maskenherstellung

Für die Charakterisierung der optischen Parameter als Funktion der Fertigungsparameter wurden basierend auf den Simulationsergebnissen in Kapitel 5 zwei Masken entworfen. Die Masken enthalten Teststrukturen für Streifenwellenleiterstrukturen für die verwendeten Maskierungsverfahren mittels vorgeprägten Substraten. Die Teststrukturen bestehen aus geraden Streifenwellenleitern, verschiedener Breite (3,5  $\mu\text{m}$ , 5,5  $\mu\text{m}$ , 7,5  $\mu\text{m}$  und 9,5  $\mu\text{m}$ ) und Länge (10 mm, 20 mm, 30 mm, 40 mm und 50 mm). Als weitere Basisstruktur zur Prozesscharakterisierung und Evaluierung befinden sich symmetrische Y-Verzweiger mit Öffnungswinkel von 1°, 2,5° und 4° auf der Maske. Weiterhin wurden verschiedene Faserhalterungsstrukturen entworfen. Um eine Stoßkopplung und Klemmen der Faserenden in den Haltestrukturen zu erreichen, laufen diese keilförmig zusammen bis zu einer

minimalen Breite von 125  $\mu\text{m}$  bzw. 122.5  $\mu\text{m}$ . Neben geraden Fasergrabenwänden, bei der die Faser die Wand komplett berührt, wurden auch Fasergrabenwände mit Noppen entworfen, bei der die Faser die Wand nur in Teilbereichen berührt (Abb. 8-17). Für die Justierung der Maske gegenüber einem gestuften Kupfersubstrat sind Justierkreuze vorhanden. Um ein ungleichmäßiges Aufwachsen des Metalls bei der Goldgalvanik der Maskenherstellung bzw. ein Überwachsen großer zusammenhängender Resistflächen bei der Nickelgalvanik zur Formwerkzeugherstellung zu gewährleisten, ist es notwendig einen gleichmäßigen Bedeckungsgrad zwischen belichteten und unbelichteten Bereichen zu erzielen [Leye95]. Dies wurde erreicht, indem in periodischen Abständen Hilfsstrukturen zwischen den eigentlichen optischen Strukturen angeordnet wurden. Weiterhin wurde darauf geachtet, filigrane Strukturen wie beispielsweise die Spitze eines Y-Verzweigers in der Mitte der Maske anzuordnen, um ein Überwachsen dieser Struktur bei der Maskenherstellung zu vermeiden. Exemplarisch ist in Abb. 8-17 ein Ausschnitt aus dem Design von Faserhalterung mit Noppen, Wellenleitern und einer galvanischen Hilfsstruktur dargestellt.

Da bei dem LIGA-Verfahren relativ harte Synchrotronstrahlung zum Einsatz kommt, müssen die Goldabsorber der Maske eine Dicke von mehreren Mikrometern aufweisen, um eine ausreichende Abschattung zu gewährleisten. Die notwendige Dicke hängt hierbei von der charakteristischen Wellenlänge der Synchrotronstrahlung als auch von der Höhe des zu bestrahlenden Resists ab. Sie nimmt mit abnehmender charakteristischer Wellenlänge (also abnehmender Elektronenenergie) und zunehmender Resisthöhe zu [Menz97]. Für Resisthöhen größer 10  $\mu\text{m}$  werden in der LIGA-Technik normalerweise sogenannte Arbeitsmasken verwendet, die eine Standard-Resistdicke von ca. 55  $\mu\text{m}$  und eine Goldabsorberhöhe von ca. 20  $\mu\text{m}$  aufweisen. Die Herstellung dieser Arbeitsmasken erfolgt mittels eines Umkopierschritts durch Synchrotronstrahlung einer Zwischenmaske mit niedriger Resisthöhe. Am Institut für Mikrostrukturtechnik werden diese Zwischenmasken standardmäßig in einen 3.2  $\mu\text{m}$  dicken PMMA Resist mittels Elektronenstrahlolithographie hergestellt. Als Maskenmembran wird sowohl für Arbeitsmasken als auch für Zwischenmasken eine 2.3  $\mu\text{m}$  dicke Titanfolie verwendet, die auf einen Rahmen aufgespannt wird. Aufgrund der designspezifisch sehr kleinen Strukturen und niedrigen Resisthöhen des zu strukturierenden Formeinsatzes wurden hier mehrere Varianten der Maskenherstellung untersucht.

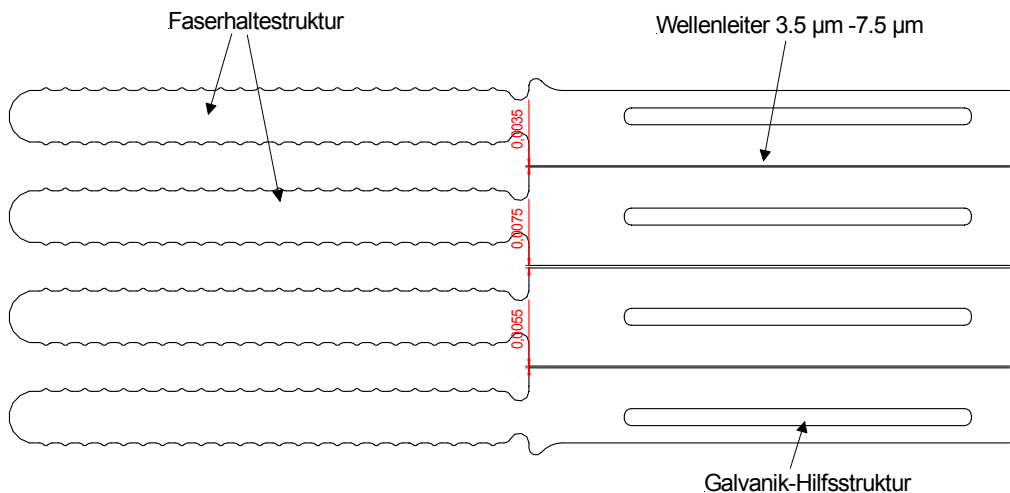


Abb. 8-17 Ausschnitt aus dem Maskendesign. Neben den eigentlichen optischen Strukturen (Faserhalterung, Wellenleiter) wurden in periodischen Abständen sogenannte Galvanik Hilfsstrukturen eingefügt

Zunächst wurden sowohl für die Gruben- wie auch für die Rippenstruktur eine konventionelle Arbeitsmaske gefertigt. Die prozesstechnische Schwierigkeit liegt bei der Grubenstruktur bei der Arbeitsmaske, da dort mehrere Zentimeter lange PMMA-Stege mit sehr großen Aspektverhältnissen auftreten, die größer sind als im eigentlichen Produkt. Es zeigte sich jedoch, dass trotz der großen Aspektverhältnisse und Länge der wellenleitenden Strukturen ein Umkopieren der Zwischenmaske auf eine Arbeitsmaske mit Standardresisthöhe möglich war. Aufgrund der Absorberhöhe von ca. 20 µm bestand auch die Möglichkeit, harte Röntgenstrahlung zu verwenden.

Im Gegensatz zur Grubenstruktur treten bei der Rippenstruktur auf der Arbeitsmaske im strukturierten Resist bis auf die Verzweigerspitze keine hohen Aspektverhältnisse auf. Hohe Aspektverhältnisse treten jedoch nach der anschließenden Goldgalvanik bei den Goldabsorbern auf. Es wurde auch in diesem Fall versucht, mit den Standardprozessparametern eine Arbeitsmaske zu fertigen. Als problematisch erwies sich in diesem Fall die Herstellung der Zwischenmaske. Hier mussten die Parameter für Elektronenstrahl-lithographie und Tempern des Resists neu angepasst werden, um eine Unterplattierung bei der nachfolgenden Goldgalvanik zu vermeiden. Mit diesen Prozessparametern ließen sich Arbeitsmasken mit gerade Wellenleiter mit breiten von 5.5 µm, 7.5 µm und 9.5 µm auf einer Länge bis zu 50 mm defektfrei herstellen. Ebenso konnten Y-Verzweiger mit Öffnungswinkel von 2.5° und 4° defektfrei hergestellt werden. Bei einem Öffnungswinkel von 1° kam es jedoch zur Ablösung der dünnen Resistspitze auf der Arbeitsmaske aufgrund von Haftungsproblemen.

Da die zu strukturierende Resisthöhe max. ca. 90 µm beträgt und somit die Goldabsorberhöhe der Zwischenmaske von 1.8 µm eine ausreichende Abschattung "weicher Röntgenstrahlung" gewährleistet, wurde alternativ versucht, eine Zwischenmaske als Arbeitsmaske für die justierte Abbildung herzustellen. Als problematisch erwies sich hier das Freizätzen von Justierkreuzen. Dies ist notwendig, da die Maskenträgerfolie aus Titan nicht transparent ist. Somit müssen für die Justierung einer Maske gegenüber einem Substrat

Öffnungen geätzt werden. Bei der Justierung wird dann ein Goldkreuz, das über der geätzten Öffnung in der Titanfolie frei gespannt ist, mit einem entsprechenden Kreuz auf der Probe zur Deckung gebracht. Bei der Prozessierung von Zwischenmasken mittels der Abhebetchnik (siehe [Menz97]) zeigte sich jedoch, dass die lokale Verstärkung der Titanfolie durch den Goldrand der Justierkreuze bei einer Absorberhöhe von 2.5  $\mu\text{m}$  nicht ausreichend ist, um die inneren Zugspannungen der Titanfolie zu kompensieren. Die Maskenmembranen sind bereits bei nur teilweise freigeätzten Justierkreuzen zerrissen. Auch modifizierte Justierkreuze mit massivem Goldrand und verrundeten Stegenden zerrissen bereits, als sie nur teilweise freigeätzt waren.

Da die abgehobenen Membranen auf Si-Wafern eine deutlich höhere innere Spannung als freigeätzte Folien auf Invar aufweisen sollten [Stob90], wurde nun versucht, Zwischenmasken auf einem Invarsubstrat zu prozessieren. Hier zeigte es sich, dass ein selektives Freiätzen der Justieröffnungen möglich war. Es traten jedoch massive Haftungsprobleme auf, die sich einerseits durch das Ablösen der Gold-Galvanikstartschicht nach dem Entfernen des Resists, nach dem Freiätzen der Justieröffnungen, zeigte. Andererseits war bereits vor dem Herstellen der Justierkreuze eine Ablösung des Resists aufgrund erhöhter Rückstreuung von sekundären Elektronen vom Invarsubstrat, gegenüber Si/C-Substraten zu beobachten. Diese Alternative wurde nicht mehr weiterverfolgt.

### 8.2.4 Bestrahlungsparameter und Entwicklungszeiten für gestufte Formeinsätze

Beim Bestrahlen und Entwickeln von Resists auf gestuften Substraten treten einige Besonderheiten auf. Liegen unterschiedliche Resisthöhen vor, so ist wegen der in der Resisttiefe abnehmenden Röntgenstrahlungsintensität das Kriterium der minimalen Tiefendosis, die notwendig ist, um den Resist vollständig durchzuentwickeln, an der tiefsten Stelle des Resists anzusetzen. Dies führt im vorliegenden Fall zu einer verhältnismäßig hohen Dosisdeposition im flachen Bereich (d.h. im Bereich der Wellenleiter), welche verstärkt sekundäre Photoelektronen und Fluoreszenzstrahlung vom Substrat liefert. Als Folge kann es zur Ablösung und nachfolgender Unterplattierung kommen. Als Lösungen bietet sich entweder die Verwendung von „weicher Röntgenstrahlung“ an, um aufgrund der geringeren Energie der Strahlung sekundärer Photoelektronen oder Fluoreszenzstrahlung im Wellenleiterbereich zu minimieren. Als alternative Lösung kann auch harte Röntgenstrahlung verwendet werden, da hier die Differenz der Dosisdeposition im tiefen und flachen Bereich sehr gering ist. Weiterhin mussten die Entwicklungszeiten optimiert werden. Da im Fall unterschiedlicher Resisthöhen der flachere Bereich wesentlich früher als der tiefe Bereich durchentwickelt ist, führt dies dazu, dass der Entwickler die unten liegenden Strukturränder im flachen Bereich verhältnismäßig lange angreift. Letztere sind aber aufgrund der erhöhten Dosisdeposition besonders anfällig. Als geeignet erwies sich in dieser Arbeit die Verwendung von harter Röntgenstrahlung und den damit verbundenen kleineren absorbierten Dosisdifferenzen und kürzeren Bestrahlungszeiten.

### 8.2.5 Ergebnisse der Formeinsatzherstellung und des Heißprägens

In den vorhergehenden Kapiteln wurden die einzelnen Modifikationen der einzelnen Prozessschritte beschrieben, die für die Herstellung der Formwerkzeuge nötig waren. Im folgenden soll auf die Ergebnisse eingegangen werden. In Abb. 8-18 bis Abb. 8-21 sind REM-Aufnahmen von Formeinsätzen und Formteilen der Grubenstruktur abgebildet. Zu erkennen sind Faserhaltestrukturen und Wellenleiter. Aufgrund von Justierungenauigkeiten bei der Röntgentiefenlithographie gegenüber dem vorstrukturierten Kupfersubstrat oder Maßabweichungen von vorstrukturiertem Kupfersubstrat entsteht ein Versatz zwischen Wellenleiter und Glasfaser. Dieser Versatz äußert sich in einen Vorsprung an der Stirnseite des Faserhalteelements in Form einer Rippe (Abb. 8-18 links) oder eines Plateaus (Abb. 8-18 rechts). In beiden Fällen resultieren aus diesen axialen Versätzen zwischen Glasfaser und Halteelement bei der abgeformten Struktur zusätzliche Koppelverluste. Aufgrund der Größe des Versatzes von ca. 10  $\mu\text{m}$  sind diese zusätzlichen Koppelverluste jedoch zu vernachlässigen (Kapitel 5.2). Weiterhin zeigte es sich, dass Wellenleiter mit einer Breite von 5.5  $\mu\text{m}$  und 7.5  $\mu\text{m}$  und einer Länge bis zu 50 mm hergestellt werden konnten. Auch Y-Verweiger stellten bei der Herstellung des Formwerkzeugs kein Problem dar. Bei Wellenleitern mit einer Breite von 3.5  $\mu\text{m}$  kam es jedoch zu Ablösungen.

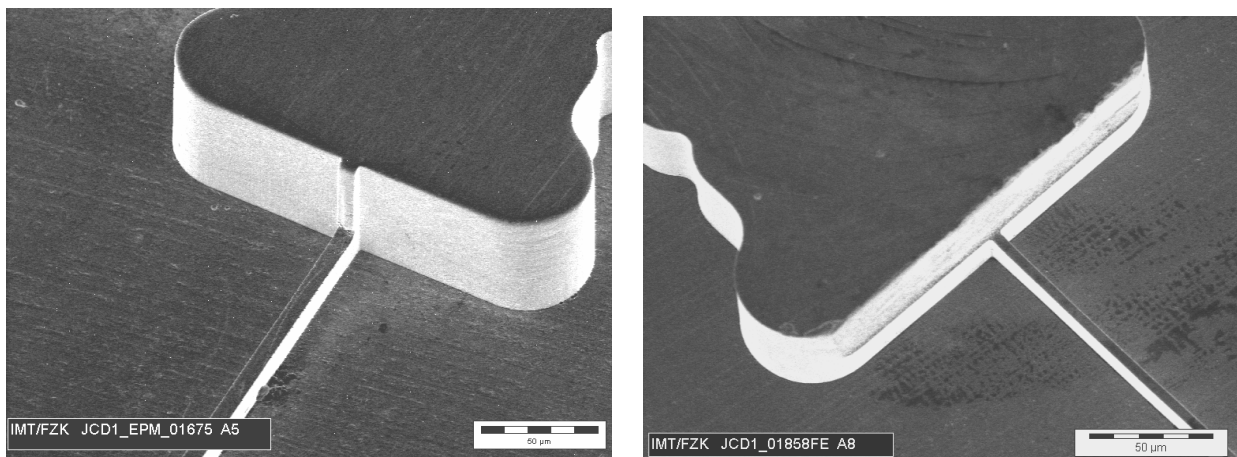


Abb. 8-18 REM-Aufnahme von Faserhaltestrukturen und Wellenleitern des Formwerkzeugs für Grubenstrukturen

Bei dieser Arbeit wurde nun das Heißprägen für die Replikation eingesetzt, da es sich durch seine extrem hohe Abformgenauigkeit und Vermeidung von Materialspannungen im Formteil auszeichnet. Abb. 8-19 zeigt den Übergang zwischen Faserhaltestruktur und Wellenleiter. Der gestufte Formeinsatz lies sich hierbei wie erwartet mit hoher Qualität abformen. Gerade Wellenleiter mit einer Länge von 50 mm konnten so hergestellt werden. Das Einlegen und Verkleben von gestrippten und gereinigten Faserenden in die Faserführungsgräben stellte kein Problem dar.



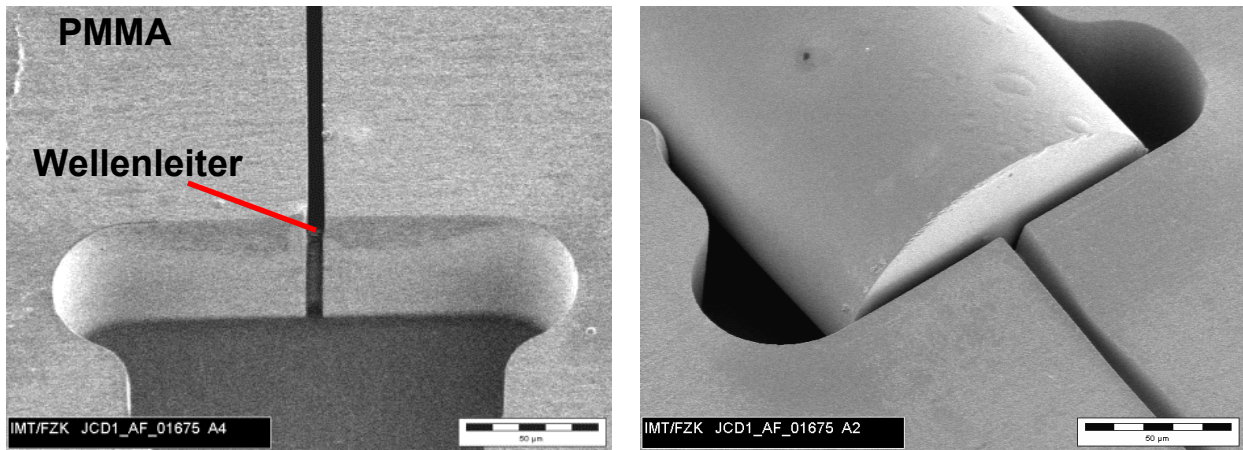


Abb. 8-19 Abgeformte Faserhaltestruktur mit Wellenleiter.

Ein Problem beim Abformen stellt jedoch die sehr feine Spitze des Y-Verzweigers dar. Hier kam es auch nach Optimierung der Prägeparameter zum Abreißen (Abb. 8-20). Durch die Verwendung von Trennmittel konnte zumindest bei den Verzweigern mit Öffnungswinkel von  $2.5^\circ$  und  $4^\circ$  ein Abreißen teilweise verhindert werden (Abb. 8-21). Da die Funktionalität des Verzweigers empfindlich von der Geometrie der Spitze abhängt, müssen hier in Zukunft weitere Optimierung bzgl. Design des Verzweigers und Prozessparameter unternommen werden.

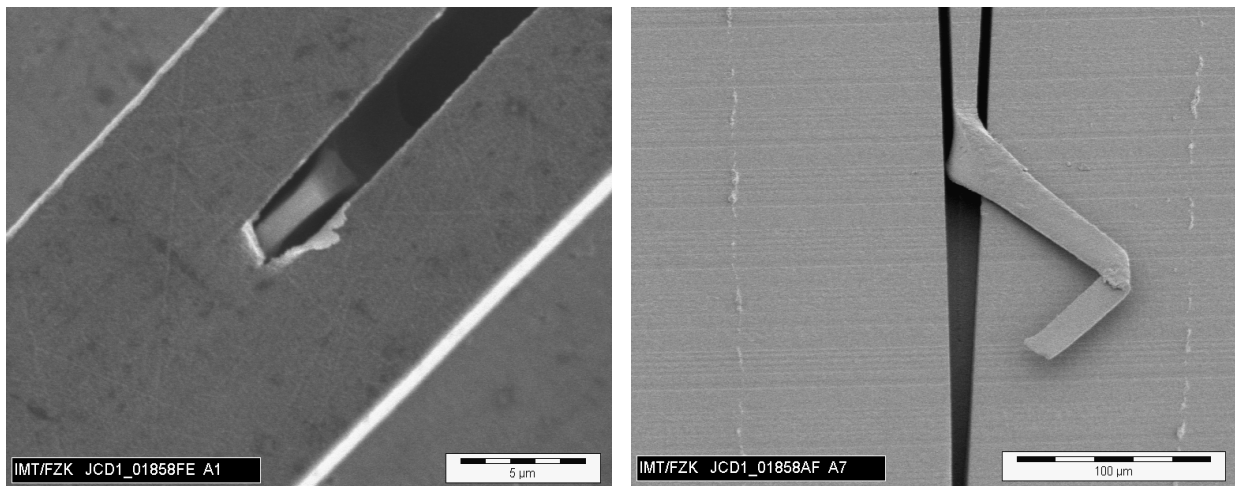


Abb. 8-20 Abgerissene Verzweigerspitze: (links) Formeinsatz; (rechts) abgeformter Verzweiger.

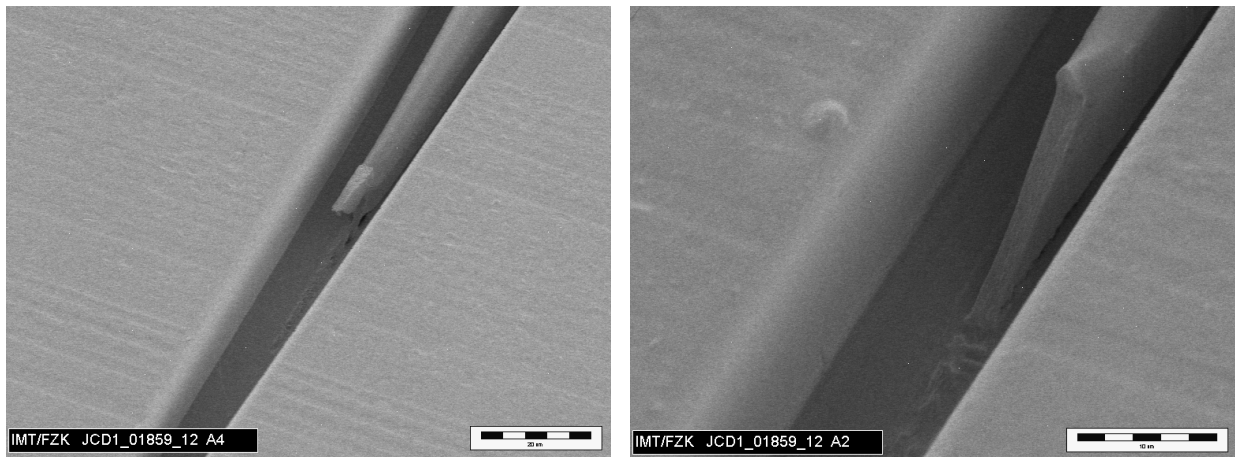


Abb. 8-21 Abgeformte Verzweigerspitze unter Verwendung von Trennmittel.

Im Gegensatz zu Grubenstruktur ist bei der Rippenstruktur nicht zwingend notwendig, die Wellenleiter durch Abformung herzustellen. In einem ersten Schritt wurden für den Funktionsnachweis direktlithographische Strukturen auf einem Silizium Wafer hergestellt. Sowohl gerade Wellenleiter aller Breiten und Längen als auch Verzweigerstrukturen konnten so hergestellt werden (Abb. 8-22 und Abb. 8-23).

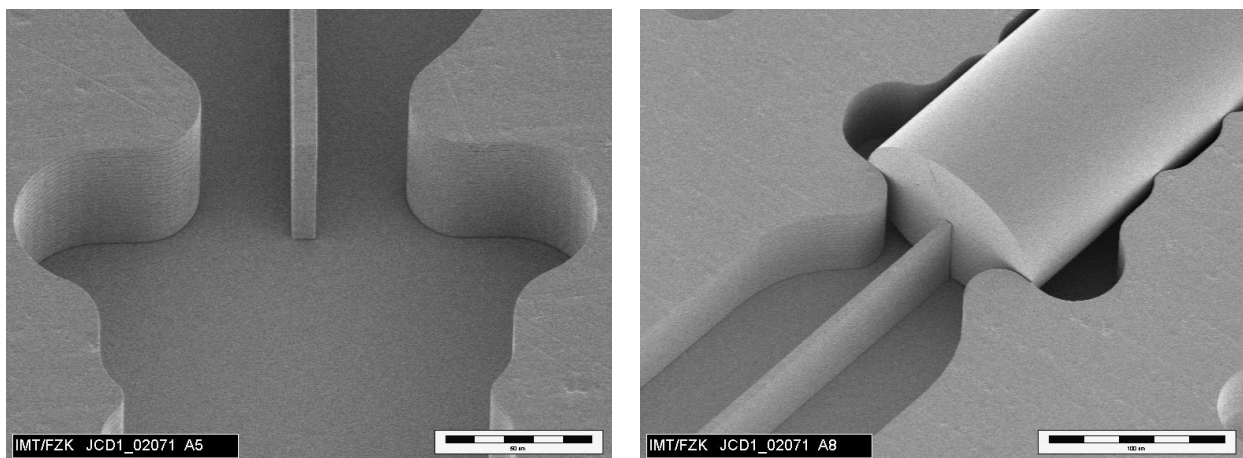


Abb. 8-22 direktlithographisch hergestellte Rippenwellenleiter mit Faserhaltestruktur.

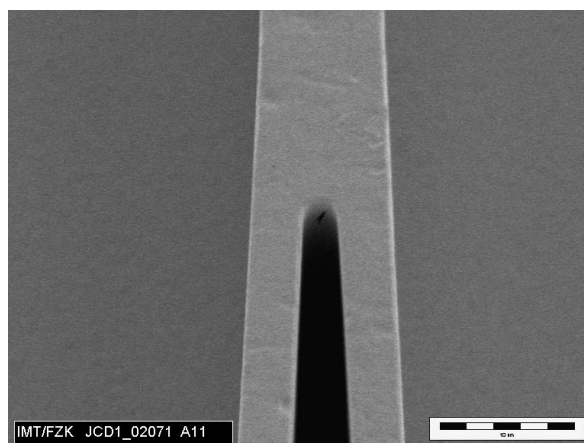


Abb. 8-23 direktlithographisch hergestellter Y-Verzweiger

Nach dem Nachweis der Realisierbarkeit direktlithographischer Rippenwellenleiterstrukturen wurde nun in einem zweiten Schritt ein Formwerkzeug hergestellt. Aufgrund der großen Aspektverhältnisse bei einer Wellenleiterbreite von  $5.5\ \mu\text{m}$ - $9.5\ \mu\text{m}$  und einer Resisthöhe von  $66\ \mu\text{m}$ , ist beim Heißprägen eine unvollständige Befüllung der Kavitäten oder ein Abreißen der Rippenstrukturen beim Entformen zu befürchten. Aus diesen Grund wurde neben der Herstellung von ungestuften Formeinsätzen auch gestufte Formeinsätze hergestellt. Die Stufenhöhe betrug  $45\ \mu\text{m} \pm 2\ \mu\text{m}$ , da somit einerseits das Aspektverhältnis drastisch reduziert wird und andererseits immer noch gewährleistet ist, dass der Wellenleiter an der Rippenoberseite von den restlichen Wellenleitern entkoppelt ist.

In Abb. 8-24 und Abb. 8-25 sind REM-Aufnahmen von Formeinsätzen und Formteilen der Rippenstruktur abgebildet. In Abb. 8-24 sind Faserhaltестrukturen und Wellenleiter für einen ungestuften (Abb. 8-24 links) und gestuften (Abb. 8-24 rechts) Formeinsatz dargestellt. Da für die Rippenwellenleiterstrukturen Substrate mit oxidierten Titanschicht ( $r_a = 200\text{nm}$ - $300\ \text{nm}$ ) verwendet wurden, waren die Entformkräfte beim Heißprägen zu groß. Sowohl der ungestufte als auch der gestufte Formeinsatz mussten vor dem Heißprägen einem Polierschritt ausgesetzt werden, um eine Entformbarkeit zu gewährleisten. Beim gestuften Formeinsatz wird durch diesen Polierschritt nur die Oberflächenrauigkeit im Substratbereich herabgesetzt. Im Wellenleiterbereich, der sich auf einer darunterliegenden Ebene befindetet, bleibt die Oberfläche unberührt. Die eigentliche Wellenleiteroberfläche hat jedoch eine wesentlich besser Oberflächenqualität, da sie aus Röntgentiefenlithographisch hergestellten Seitenwänden und der polierten Oberfläche des Röntgenresists resultiert.

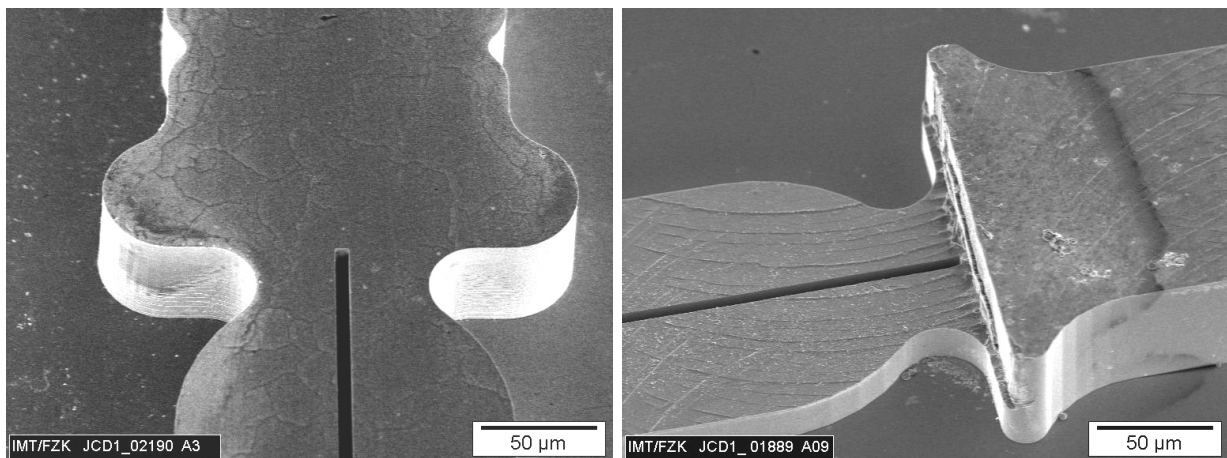


Abb. 8-24 Formwerkzeug für Rippenwellenleiter mit Faserhaltестruktur. Links: ungestuftes Formwerkzeug. Rechts: gestuftes Formwerkzeug.

Mit dem hergestellten gestuften Formwerkzeug konnten Wellenleiter mit einer Breite von  $7.5\ \mu\text{m}$  und  $9.5\ \mu\text{m}$  und einer Länge bis zu  $50\ \text{mm}$  defektfrei abgeformt werden. Wellenleiter mit einer Breite von  $5.5\ \mu\text{m}$  ließen sich jedoch teilweise nicht auf längeren Strecken entformen. Bei den gestuften Formeinsätzen der Rippenwellenleiter können wie bei der Grubenstruktur aufgrund von Justierungenauigkeiten bei der Röntgentiefenlithographie gegenüber dem vorstrukturierten Kupfersubstrat oder Maßabweichungen von vorstrukturiertem Kupfersubstrat axiale Versätze zwischen Wellenleiter und Glasfaser auftreten. In diesem Fall befindet sich der Rippenwellenleiter mit einem Versatz zur Kante



auf dem oberen Plateau des Formteils, so dass keine Stosskopplung zwischen Wellenleiter und Glasfaser erreicht werden kann (Abb. 8-25 rechts). Aber auch in diesem Fall sind aufgrund der Größe des Versatzes von ca.  $10\ \mu\text{m}$  die zusätzlichen entstehenden Koppelverluste zu vernachlässigen (Kapitel 5.2). Falls jedoch die Abmaße des gestuften Kupfersubstrats und der Maske so gewählt werden, dass aufgrund von Maßabweichungen oder Justierungenauigkeiten der Rippenwellenleiter immer über die Stufe hinausragt, so ist auch bei dem gestuften Formeinsatz eine Stoßkopplung möglich (Abb. 8-25 links). Beim ungestuften Formeinsatz kann immer eine Stoßkopplung erreicht werden. Jedoch zeigte es sich beim Abformen, dass aufgrund des ca.  $3\times$  größeren Aspektverhältnisses der Rippen gegenüber dem gestuften Formteil, die Rippen sich nicht mehr Entformen ließen.

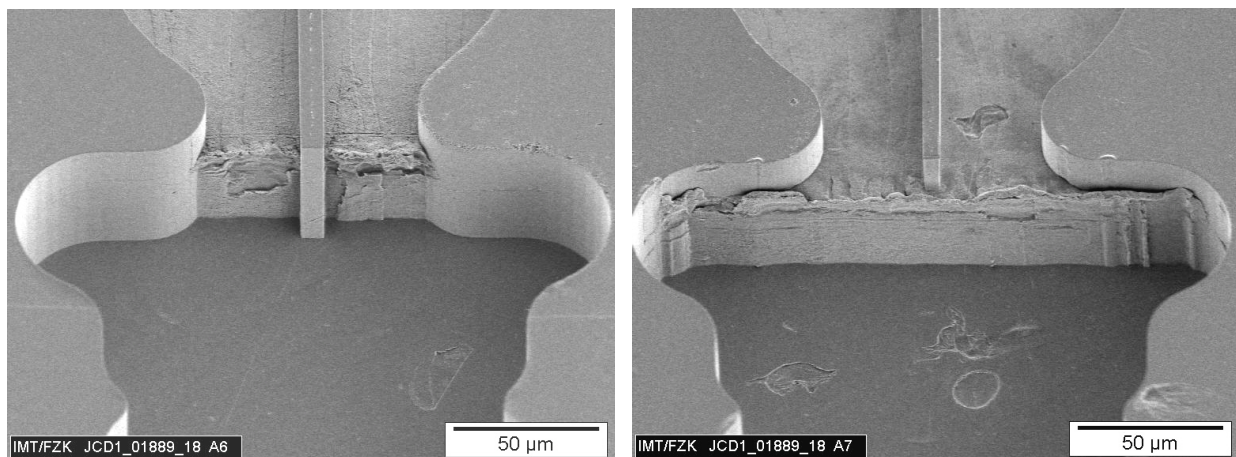


Abb. 8-25 Abgeformte gestufter Formeinsatz: Faserhaltestruktur mit Rippenwellenleiter.

### 8.2.6 Optische Charakterisierung

Nach der Abformung wurde durch eine planare Bestrahlung in der Oberfläche der Formteile eine Brechzahlerhöhung induziert. Als Funktionsnachweis für die Maskierung mittels vorgeprägten Substraten wurden Nahfeldmessungen durchgeführt. Dazu wurden die gestrippten und gereinigten Faserenden in die Faserführungsgräben eingelegt. Zur Positionierung dient eine xyz-Verstelleinheit mit Faserhaltern. Eine Verklebung der Glasfaser war für diese qualitativen Nahfeldmessungen nicht notwendig. Mit Hilfe eines Glasplättchen wurde die Faser in die Führungsstrukturen gedrückt um zu verhindern, dass die Glasfaser nach oben aus ihren Führungsstrukturen gedrückt wird und damit ein lateraler Versatz entsteht. Abb. 8-26 zeigt die Nahfeldmessungen eines  $7.5\ \mu\text{m}$  breiten Wellenleiter, der mittels einer Grubenstruktur (links) oder einer Rippenstruktur (rechts) maskiert wurde. In beiden Fällen ist eine vollständige Entkopplung der Wellenleiter von den restlichen durch die planare Flutbelichtung entstehenden Wellenleitern festzustellen. Sowohl Grubentiefe wie auch Rippenhöhe wurden ausreichend groß gewählt. Auch durch die unvermeidliche Bestrahlung der Seitenwände der Grube bzw. Rippe kommt es hier zu keiner Wellenführung in der Randschicht. Dies war aufgrund der flachen Einfallswinkel auf die Grenzfläche und der damit verbundenen kleinen Eindringtiefe und hohen Reflektivitäten auch nicht zu erwarten.

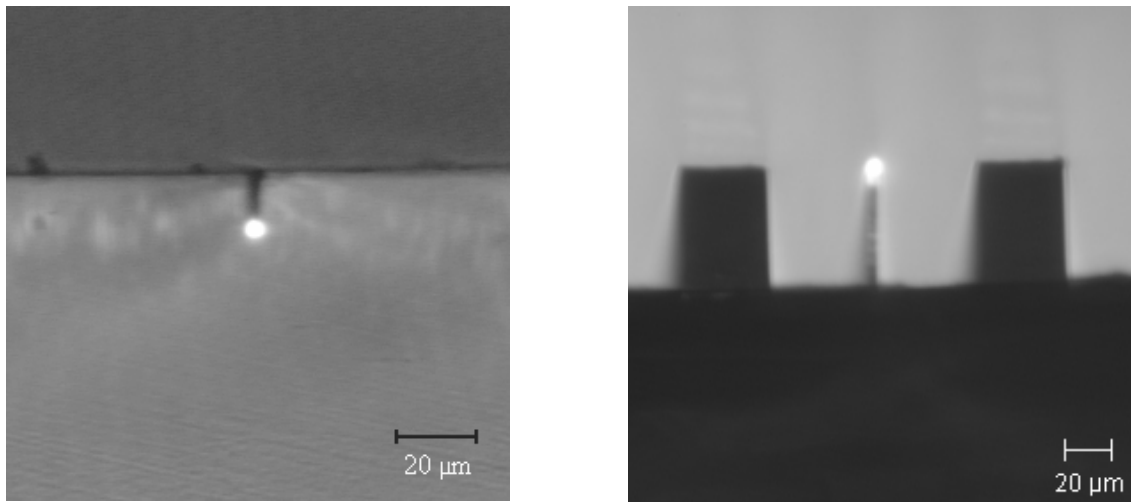


Abb. 8-26 Nahfeldmessung eines 7.5 µm breiten Wellenleiters der mittels einer Grubenstruktur (links) und Rippenstruktur (rechts) maskiert wurde.

Weiterhin ist exemplarisch in Abb. 8-27 die Nahfeldverteilung eines Y-Verzweigers dargestellt, der mittels einer Grubenstruktur vormaskiert wurde. Die Aufteilung in die beiden Verzweigerarme ist in diesem Fall nicht symmetrisch. Wie oben beschrieben stellt die feine Verzweigerspitze ein Problem beim Abformen dar. Da die Funktionalität des Verzweigers empfindlich von der Geometrie der Spitze abhängt, müssen hier in Zukunft weitere Optimierung bzgl. Design des Verzweigers und Prozessparameter unternommen werden. Hier soll jedoch auf die prinzipielle Funktionalität verwiesen werden.

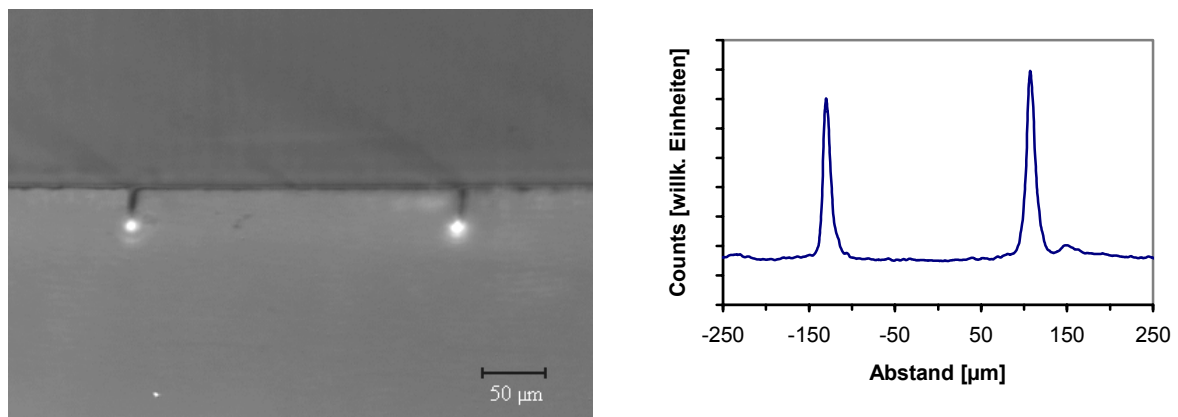


Abb. 8-27 Nahfeldmessung eines symmetrischen Y-Verzweigers. Wellenleiterbreite 5.5 µm der mittels einer Grubenstruktur maskiert wurde

Bei den Einfügedämpfungsmessungen der Grubenstruktur stellte sich heraus, dass aufgrund der schlechten Kantenqualität des gestuften Kupfersubstrats keine reproduzierbare Einkopplung vorgenommen werden konnte. Zur Bestimmung der Wellenleiterdämpfung wurde deshalb die Faserhaltestrukturen mittels einer Wafersäge entfernt und Wellenleiter unterschiedlicher Länge hergestellt. Die lineare Abhängigkeit der Einfügedämpfung von der Länge zeigt hier die gute Reproduzierbarkeit der Einkoppelbedingungen der so hergestellten Wellenleiter (Abb. 8-28). Die hohen Dämpfungswerte von 3.9 dB/cm im Vergleich zu den mit

Chrommasken hergestellten Wellenleitern von ca. 1 dB/cm sind hierbei wohl hauptsächlich auf die schlechte Oberflächengüte der Wellenleiter zurückzuführen. Sie lag bei ca. 50 nm-100 nm. Auch ein Aufschmelzen des Polymers oberhalb der Glasübergangstemperatur des modifizierten Materials und unterhalb der Formbeständigkeitstemperatur des unmodifizierten Bulkmaterials brachte keine Verbesserung der Rauigkeit. Auch bei den Rippenwellenleitern zeigte es sich, dass keine reproduzierbare Einkopplung mit Hilfe der passivern Faserkopplung vorgenommen werden konnte. Hauptursache liegt hier in der ungenauen Einstellung der Rippenhöhe von  $\pm 3 \mu\text{m}$ . Die Messwerte eines 3 cm langen Wellenleiters streuten hier um mehr als 10 dB. Das Entfernen der Faserhaltestrukturen mittels einer Wafersäge erwies sich bei den Rippenwellenleiter als nicht geeignet, da diese dafür zu instabil sind. Im Rahmen dieser Arbeit wurde deshalb auf weitere Einfügedämpfungs-messungen verzichtet.

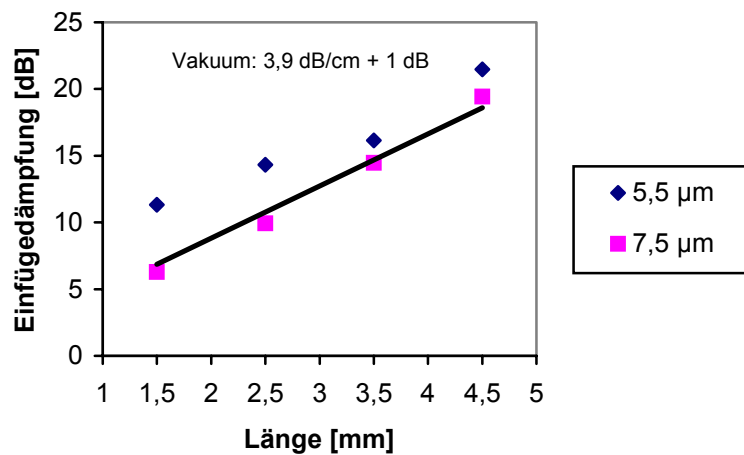


Abb. 8-28 Einfügedämpfung in Abhängigkeit der Wellenleiterlänge und Breite bei der Grubenstruktur.

## 9 Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit wurde ein Prozess zur Herstellung monomodiger Wellenleiter in Polymethylmethacrylat entwickelt. Durch eine systematische Analyse der Einflussgrößen wurden die Möglichkeiten und Grenzen des Verfahrens anhand von Wellenleiter-Basisstrukturen aufgezeigt. Weiterhin konnte die Realisierbarkeit der Maskierung über vorgeprägte Substrate gezeigt werden. Die Kombination mit der LIGA-Technik bietet so die Möglichkeit, die Wellenleiter in eine mikrooptische Bank zu integrieren. Zur Demonstration sind Wellenleiter mit integrierten Faserführungsstrukturen hergestellt worden. Ein großer Vorteil dieser Technologie besteht neben dem Potential der Massenfertigung durch Replikationstechnologien in der passiven Justage mikrooptischer Komponenten.

Das Herstellungsverfahren basiert auf der lokalen Veränderung der dielektrischen Eigenschaften von Polymethylmethacrylat durch UV-Strahlung im tiefen UV-Bereich (220 nm-260 nm). Die Strahlung verursacht hierbei eine Brechungsindexerhöhung, die man für die Wellenführung nutzen kann. Für die lokale Strukturierung von Streifenwellenleitern werden zwei Methoden verwendet. Bei der ersten Methode erfolgt die laterale Strukturierung der Wellenleiter über eine Chrommaske. Bei der Zweiten wird durch Kombination der LIGA-Technik das Polymer vorstrukturiert, um es durch eine Rippen- oder Grubenstruktur für eine anschließende planare UV- Bestrahlung zu maskieren. Aufgrund der geringen Eindringtiefe der Strahlung wird das Material nur in der Oberfläche modifiziert. Bei geeigneter Wahl der Geometrie der Strukturen können die Wellenleiter, die an den einzelnen Oberflächen entstehen, voneinander entkoppelt werden. Die Gruben- und Rippenstrukturen dienen somit zur Maskierung.

Zur Untersuchung der fotochemischen Reaktionen in Abhängigkeit von äußeren Bedingungen wurden spektroskopische Methoden herangezogen. Um qualitativ den Einfluss von Additiven und Copolymerisation auf das fotochemische Verhalten zu untersuchen, wurden verschiedene Homo- und Copolymere von Polymethylmethacrylat verwendet. Es zeigte sich, dass die dominierenden Reaktionen unabhängig vom verwendeten Material waren. Bei der Fotolyse an Luft konnten Fotooxidationsprodukte in Form von Hydroxylgruppen R-OH im modifizierten Material nachgewiesen werden. Der Einfluss der Oxidationsprodukte macht sich bei der Dämpfung von Streifenwellenleitern im dritten optischen Fenster bei 1550 nm bemerkbar. Das zweite optische Fenster bei 1300 nm bleibt davon unberührt. Durch Verwendung von Inertgas oder Vakuum konnten diese Oxidationsprodukte vermieden werden, die Wellenleiter zeigten wesentlich besser optische Eigenschaften. Im Hinblick auf kürzere Belichtungszeiten, höhere Brechungsindexhübe und erhöhte thermische Stabilität der Wellenleiter wurde durch Addition von Brom das modifizierte Material weiter verändert. Es konnte gezeigt werden, dass hierdurch höhere Brechungsindexkontraste und Glasübergangstemperaturen erreicht werden können. Zur eindeutigen Identifizierung der entstehenden Reaktionsprodukte müssen in Zukunft weitere Methoden zur Strukturaufklärung herangezogen werden.

Der Aufbau der Modenlinienspektroskopie zur Messung effektiver Brechzahlen stellte für die Untersuchung der Abhängigkeit der UV-induzierten Brechungsindexänderungen von den verschiedenen Prozessparametern ein nützliches Hilfsmittel dar. Neben der Untersuchung

des Einflusses von Additiven, Copolymerisation, Sauerstoff und Bromierung auf die Modenspektren wurde auch deren Abhängigkeit von Zeit- und Temperatur untersucht. Aus den gemessenen Modenspektren konnten schließlich zusammen mit den Nahfeldmessungen die Prozessparameter für die UV-induzierte Herstellung von monomodigen Wellenleitern abgeleitet werden. Additive, Copolymerisation und Sauerstoff haben hierbei keinen Einfluss auf die entstehenden Modenspektren. Durch die Bromierung konnten bei gleicher Bestrahlungsdosis wesentlich höhere effektive Brechzahlen gegenüber den nur durch Fotolyse hergestellten Wellenleitern erzielt werden. Neben der erhöhten Glasübergangstemperatur der bromierten Wellenleiter ermöglicht der höhere Indexkontrast die Realisierung von integriert optischen Bauteilen mit kleineren Krümmungsradien. Untersuchungen der Alterungsbeständigkeit der Wellenleiter ergaben, dass auch nach Lagerzeiten von über einem Jahr keine Veränderungen im Modenspektrum auftraten. Die Messung der Temperaturabhängigkeit der effektiven Brechzahlen stellte weiterhin eine einfache Möglichkeit dar, Glasübergangstemperaturen an dünnen modifizierten Polymer-schichten zu untersuchen. Vergleich mit DSC-Messungen ergaben gute Übereinstimmung. Die Glasübergangstemperatur des fotochemischen veränderten Materials zeigte hierbei ein drastisches Absinken, sodass auch ein Kompromiss zwischen Brechungsindexhub und thermischer Stabilität gefunden werden muss.

Für die Untersuchung der Nahfeldverteilung und Einfügedämpfung von Streifenwellenleitern wurden Messaufbauten realisiert. Zur Evaluierung der Grenzen der Wellenleiterherstellungsprozesses wurden Basisstrukturen für integriert optische Bauteile untersucht, die direkt lithographisch mittels einer Chrommaske hergestellt wurden. Die Basisstrukturen waren gerade Wellenleiter unterschiedlicher Breite und Länge sowie 1x2 Leistungsteiler mit verschiedenen Öffnungswinkeln. Durch Optimierung der Prozessparameter wurden so Dämpfungswerte von 0.9 dB/cm bei 1550 nm für gerade, unter Vakuum hergestellte Wellenleiter, erzielt. Die Kopplungsverluste zu einer Standard-Monomodenfaser betragen ca. 0.5 dB. Weiterhin zeigen diese Wellenleiter extrem niedrige polarisationsabhängige Verluste über das gesamte optische Fenster bei 1550 nm. Die niedrigen polarisationsabhängigen Verluste sind hierbei vorteilhaft für optische Netze mit hohen Übertragungsraten. Zusätzlich bromierte oder an Luft hergestellte Wellenleiter weisen intrinsische Wellenleiterdämpfungen von 1.3 dB/cm bzw. 1.7 dB/cm auf. Die unter Vakuum hergestellten oder bromierten Wellenleiter zeigen hierbei eine Temperaturstabilität bis 95°C. Realisierte 1x2 Leistungsteiler weisen Einfügedämpfungen von 4.5 dB bei 1550 nm bei Probenlängen von 13 mm auf. Der Uniformitätsparameter des Verzweigers zeigt einen sehr guten Wert von 0.5 dB.

Zur Realisierung vorgeprägter Polymersubstrate war die Herstellung eines gestuften Formeinsatzes notwendig. Neben der Verwendung von gestuften Substraten mussten aufgrund der designspezifischen sehr hohen Anforderungen für monomodige Wellenleiter Prozessschritte des LIGA-Verfahrens angepasst werden. Die gewonnenen Erkenntnisse ermöglichen es, Wellenleiterstrukturen bestehend aus Rippen- oder Grubenstrukturen mit minimalen Breiten von 5.5 µm bis zu einer Länge von 50 mm durch Heißprägen herzustellen. Als nachteilig erwies sich hierbei die Herstellung eines gestuften Substrates durch Diamantfräsen mit der geforderten Präzision und Oberflächenqualität, die für monomodige optische Anwendungen nicht ausreichend war. Die passive reproduzierbare Faserankopplung bei heißgeprägten Wellenleitersubstraten mit integrierter Faserhalterung war hier aufgrund der aus den gestuften Kupfersubstraten resultierenden schlechten Kantenqualität



der Stufe und ungenauen Stufenhöhe nicht möglich. Aktiv fasergekoppelte Komponenten der Grubenstruktur zeigten Dämpfungswerte von 3.9 dB/cm, was hauptsächlich auf die schlechten Oberflächenqualität der Wellenleiter zurückzuführen ist. Als Alternative zur Herstellung gestufter Substrate bietet sich hier eine Kombination aus Lithographie und Galvanik, nass- oder trockenchemisches Ätzen in Silizium an.

Zur Entwicklung eines integriert optischen Evaneszentenfeld-Sensors, der durch immobilisierte lebende Zellen auf den Wellenleiterstrukturen beeinflusst wird bzw. der auf Änderungen der Zellstruktur reagiert, wurden erste Untersuchungen zur Immobilisierung verschiedener Zelltypen auf den Wellenleiteroberflächen erfolgreich durchgeführt. Es konnte hierbei eine Zelladhäsion von L929 Fibroblasten im fotochemische modifizierten Bereichen anhand von Teststrukturen demonstriert werden. Unabhängig von der Strukturierung unter Vakuum oder Luft wurde gleiches Adhäsionsverhalten beobachtet. Da unter Vakuum hergestellte Proben hydrophiler bzw. unter Luft hergestellte Proben hydrophober sind als das intrinsische Material, kann die Anlagerung mit dieser Größe nicht erklärt werden. Auch die gefundenen deutlich unterschiedlichen Oberflächenladungsdichten können dieses Verhalten nicht erklären. Entscheidende Parameter wie die erreichte Langzeitstabilität der Vitalität und Zelldifferenzierung, Untersuchung der Zellantwort auf verschiedene chemische oder physikalische Reize und der damit verbundenen Änderung der dielektrischen Eigenschaften stellen wichtige grundlegende Fragen dar, die in Zukunft beantwortet werden müssen. Auf Seite der Optik muss ein geeignetes Sensordesign auf Basis interferometrischer oder resonanter Strukturen erarbeitet werden. Die Verwendung von Polymeren und die direkte Immobilisierung lebender Zellen auf der Wellenleiteroberfläche ohne haftvermittelnde Schichten stellt eine wesentliche Neuerung und ein interessantes Arbeitsgebiet für zukünftige Arbeiten dar.

Der Stand des hier vorgestellten Verfahrens ist eine erster Schritt bei der Kombination von LIGA mikrooptischen Bänken und UV-induzierter Wellenleiterherstellung. Nachdem die prinzipielle Funktionalität des verwendeten Verfahrens durch LIGA und UV-induzierte Wellenleiterherstellung gezeigt worden ist, liegt die Hauptaufgabe bei der Optimierung der Herstellung gestufter Formeinsätze. Die wesentlichen prozesstechnischen Herausforderungen liegen im Bereich der Herstellung gestufter Substrate. Die Untersuchung der Eignung von hochtransparenten und hochtemperaturstabilen amorphen Thermoplasten für die lokale Modifikation von dielektrischen Eigenschaften ist fortzusetzen. Erste Untersuchungen an Polystyrol wurden bereits mit Erfolg durchgeführt.

## 10 Literatur

- [Ache00] S. Achenbach: Optimierung der Prozessbedingungen zur Herstellung von Mikrostrukturen durch ultratiefe Röntgentiefenlithographie (UDXRL), Dissertation Fakultät für Maschinenbau Universität Karlsruhe (2000)
- [Akzo98] Akzo Nobel ABD, Arnheim, Holland: BeamBox TM; Newsletters (1998)
- [Bern02] W. Bernhard: Digitale thermo-optische Schalter mit integrierten Modulatoren zur Erhöhung der Übersprechdämpfung; Dissertation, Fakultät für Elektrotechnik und Informatik, Technische Universität Berlin (2002)
- [Bock97] H. Bock, S. Christian, W. Knoll: Determination of the glass transition temperature of nonlinear optical planar polymer waveguides by attenuated total reflection spectroscopy; Appl. Phys. Lett. 71 (25), (1997)
- [Boot89] B. L. Booth: Low loss channel waveguides in polymers; J. Lightwave Techn. 7, S 1445-1453 (1989)
- [Boot90] B. L. Booth, J. E. Marchegiano, J. L. Hohman: Polymer waveguides for optical interconnects; Proc. First International Workshop on Photonics Networks, Components and Applications, Oct. 11- 13, Quebec, Kanada; S. 56-59 (1990)
- [Boot95] B. L. Booth: Polymers for optical interconnects. Proc. OFC 95, San Diego, Kalifornien, S. 252-275 (1995)
- [Bran89] Albrecht Brandenburg: Herstellung und Charakterisierung integriert-optischer Wellenleiter auf Glasbasis für sensorische Anwendungen; Dissertation, Fakultät für Bergbau, Hüttenwesen und Maschinenwesen, Technische Universität Clausthal (1989)
- [Brui92] A. Bruil, J.G.A. Terling, T. Beugeling et al. Biomaterials 13, 915 (1992)
- [Bryn02] E. Brynda, M. Houska, A. Brandenburg: Optical biosensors for real-time measurement in analytes in blood plasma; Biosensors and Bioelectronics, Vol. 17, S. 665-675 (2002)
- [Buba93] M. Buback, H. P. Voegelé: FT-NIR atlas; VCH -Weinheim (1993)
- [Cari86] J. M. Cariou, J. Dugas et al.: Refractive-index variations with temperature of PMMA and polycarbonate; Applied Optics 25: S. 334-336 (1986)
- [Carr74] J. R. Carruthers, I. P. Kaminow, L. W. Stulz: Diffusion Kinetics and Optical Waveguiding Properties of Outdiffused Layers in Lithium Niobate and Lithium Tantalate; Applied Optics, Vol. 13 No. 10 (1974)

- [Chan74] E.A. Chandross, C. A. Pryde, W. J. Tomlinson et al.: Photolocking - A new technique for fabricating optical waveguide circuit; Appl. Phys. Letter 24, S. 72-74 (1974)
- [Choi88] J. O. Choi, J. A. Moore, J.C. Corelli et al.: Degradation of poly(methylmethacrylate) by deep ultraviolet, x-ray, electron beam, and proton beam irradiation; J. Vac. Sci. Technol. B 6 (6), S. 2286-2289 (1988)
- [Chris82] H. R., Christen: Grundlagen der Organischen Chemie; 5. Auflage, Otto Salle Verlag GmbH & Co., Frankfurt am Main + Verlag Sauerländer AG, Aarau.
- [Colo01] X. Colom, T. Garcia, J.J Sunol et al.: Properties of PMMA artificially aged; Journal of Non-Crystalline Solids 287, S. 308-312 (2001)
- [Conw73] E. M. Conwell: Modes in optical waveguides formed by diffusion; Appl. Phys. Lett., Vol. 23, No. 6 (1973)
- [Crai03] R. M. Craig: Accurate Spectral Characterization of Polarization-Dependent Loss; Journal of Lightwave Technology, Vol. 21, No. 2, (2003)
- [Diem96] M. B. Diemeer, T. Boonstra, J. W. Hofstraat: Low-loss (non)linear optical polymeric waveguide materials and devices; in Polymers in Optics: Physics, Chemistry, and Applications, Proc. of a conf., Denver, Colorado, 5-6 Aug., R. A. Lessard, W. F. Frank, SPIE Optical Engineering Press, S.287-307 (1996)
- [Dole78] B. Dolezel: Die Beständigkeit von Kunststoffen und Gummi; Hanser, München, Wien (1978)
- [Ebel89] K. J. Ebeling: Integrierte Optoelektronik: Wellenleiter, Photonik, Halbleiter; Springer-Verlag-Berlin, Heidelberg, New York (1989)
- [ECIO01] S. Wolff, A. R. Giehl, H. Fouckhardt: Metallic waveguide mirrors in polymer film waveguides; Proc. 10th European Conference on integrated Optics, Paderborn, Germany, S. 252-255 (2001)
- [Eins96] H. Einsiedel, S. Mittler-Neher: Scanning beam deflection imaging with and without contrast inversion on polymers for integrated optical application. Thin solid films, 288: S. 243-247 (1996)
- [Elda96] L. Eldada, C. Xu, K. M. T. Stengel et al.: Laser-fabricated low-loss singlemode raised-rib waveguiding devices in polymers; J. Lightwave Techn. 14, S. 1704-1712 (1996)
- [Fran84] H. Franke: Optical recording of refractive-index pattern in doped poly-(methylmethacrylate) films. Applied Optics, Vol. 23, No. 16, S. 2729-2733 (1984)

- [Fran96] W. F. X. Frank et al.: Ionizing Radiation for Fabrication of optical Waveguides in Polymers. SPIE Critical Review Conference, Vol. 63, S. 65-83 (1996)
- [Geus75] Geusken, G.: Degradation and stabilisation of polymers; Applied Science Publisher, London (1975)
- [Goell69] J. E. Goell: A circular-Harmonic Computer Analysis of Rectangular Dielectric Waveguides; Bell Syst. Tech. J, Vol. 48, S. 2133-2160 (1969)
- [Gött93] J. Göttert, J. Mohr: Grundlagen und Anwendungsmöglichkeiten der LIGA-Technik in der Mikrooptik: Kernforschungszentrum Karlsruhe KfK Bericht 5153 (1993)
- [Gras88] N. Grassie: Polymer degradation and stabilisation; 1. Auflage, Cambridge University Press (1988)
- [Grau91] G. Grau, W. Freude: Optische Nachrichtentechnik: Eine Einführung; 3. Aufl. Springer, Berlin-Heidelberg (1991)
- [Günz96] H. Günzler, H.M. Heise: IR-Spektroskopie, Eine Einführung; 3. Auflage; - Weinheim VCH (1996)
- [Hana85] O. Hanaizumi, M Miyagi, S. Kawakami: Wide Y-Yunction with Low Losses in Three Dimensional Optical Waveguides; IEEE J. Quant. Electron 21, S. 168-173 (1985)
- [Heeg88] A. J. Heeger, J. Orenstein, D. R. Ulrich: Nonlinear Optical Properties of Polymers. Material Research Society, Boston, Mass., USA, Dec. 1-3, 1987, Material Research Society symposium proceedings, Pittsburgh, Pa., Vol. 109 (1988)
- [Hess02] M. Hesse, H. Meier, B. Zeeh, Spektroskopische Methoden in der organischen Chemie, 6 überarb. Auflage. -Stuttgart; New York: Thieme, 2002
- [Horn92] L. A. Hornak: Polymers for lightwave and integrated optics: Technology and Application; Marcel Dekker, Inc. (1992)
- [Humm91] D. O. Hummel: Atlas der Polymer- und Kunststoffanalyse; 3. Auflage, Band<sup>o</sup>1/1 und 1/2 - Munich, Vienna: Hanser (1991)
- [Inge93] J. Ingenhoff, B. Drapp, G. Gauglitz: Biosensors using Integrated Optical Devices. Fresenius J. Anal. Chem. 346, 580 -583 (1993)
- [Inge94] J. Ingenhoff: Charakterisierung organischer, anorganischer und biologischer Superstratdeckschichten mit Hilfe integriert optischer Interferometerbausteine; Dissertation, Fakultät für Chemie und Pharmazie Eberhard-Karls-Universität Tübingen (1994)

- [Jell78] H. H. G. Jellinek: Aspects of Degradation and Stabilization of Polymers; Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam (1978)
- [Jöhn00] Polyacrylate und Polyactone für Anwendungen in einmodigen, integriert optischen, passiven Wellenleitern; Dissertation Fakultät für Elektrotechnik, Universität Dortmund (2000)
- [Kart91] W. Karthe, R. Müller: Integrierte Optik; Leipzig, Akademische Verlagsgesellschaft Geest & Portig K.-G., erste Auflage (1991)
- [Kave01] Stefan Kaveram: Abgeformte polymere Mikrostrukturen für die optische Informationstechnik, Dissertation, Fakultät für Elektrotechnik, Universität Dortmund (2001)
- [Keil92] N. Keil, B. Strebel et al.: Optical polymer waveguide devices and their applications to integrated optics and optical signal processing. SPIE-The International Society for Optical Engineering, Vol.1774, Nonconducting Photopolymers and Applications: S.130-141 (1992)
- [Keil96] N. Keil, H.H. Yao, C. Zawadzki: 2 x 2 digital optical switch realized by polymer waveguide technology. Electron. Lett 32, S. 1470 - 1471 (1996)
- [Kemp98] Stephen Kempainen: Optical networking lighten carrier backbone-burdens; EDN, Circle No. 7, S. 63-72 (1998)
- [Knoc97] T. Knoche: Integriert-optische Komponenten in Polymeren; Fortschr.-Bericht VDI Reihe 10 Nr. 474, Düsseldorf, VDI Verlag (1997)
- [Koba98] J. Kobayashi, T. Matsuura, S. Sasaki: Singlemode optical waveguides fabricated from fluorinated polyimides; Appl. Optics, Vol. 37, S. 1032-1037
- [Konz90] W. Konz, H. Wölfeschneider: Interferometrische Brechzahlmessung in Flüssigkeiten mittels integriert optischen Sensorkopf; Technisches Messen, 9, S. 351-354, (1990)
- [Krag98] H. Kragl, R. Hohmann, C. Marheine: Low cost monomode integrated optics polymeric components with passive fibre chip coupling; Electron. Lett. 33, S. 1396-1397 (1998)
- [Krev90] D. W. van Krevelen: Properties of Polymers, Elsevier-Verlag, Amsterdam-Oxford-New York-Tokyo, (1990)
- [Kreve90] D.W. Van Krevelen: Properties of Polymers; their correlation with chemical structure; their numerical estimation and prediction from additive group contribution. Elsevier, Amsterdam-Oxford-New York-Tokyo (1990)

- [Krio02] E. Krioukov, D. J. W. Klunder, A. Driessen et al.: Sensor based on integrated optical microcavity, *Optics Letters*, Vol.27, No.7, S. 512, (2002)
- [Less96] R. A. Lessard, W. F. Frank: *Polymers in Optics: Physics, Chemistry, and Applications*, Proc. of a conf., Denver, Colorado, 5-6 Aug., R. A. Lessard, W. F. Frank, SPIE Optical Engineering Press (1996)
- [Leye95] K. Leyendecker: Herstellung von metallischen Mikrostrukturen durch Galvanoformung; unveröffentlicher Bericht, Institut für Mikrostrukturtechnik
- [Liu96] Y. S. Liu, R. J. Wojnarowski, W.A. Hennessy et al.: Polymer optical interconnect technology (POINT) - optoelectronic packaging and interconnect for board and backplane applications. Proc. 46th Electronic Components and Technology Conference (ECTC), Orlando, USA, S. 308-315 (1996)
- [Man92] H. -T. Man, H. N. Yoon: The Stability of Poled Nonlinear Optical Polymers; *Advanced Materials* 4 No. 3 : S.159-168 (1992)
- [Marc69] E. A. J. Marcatili: Dielectric Rectangular Waveguide and Directional Coupler for Integrated Optics; *Bell Syst. Tech. J.*; Vol. 48 ,S. 2071-2102 (1969)
- [Meet83] G.H. Meeten: *Optical Properties of Polymers*; Elsevier Applied Science Publisher (1983)
- [Menz97] W. Menz, J. Mohr: *Mikrosystemtechnik fuer Ingenieure*; 2., erw. Auflage, Weinheim : VCH, (1997)
- [Micro03] Datenblatt Resist PMMA950 C, MircoChem Corp.
- [Möhl94] G. R. Möhlmann: Polymeric opto-chips: splitter, switches and modulators, *Synth. Met.* 67, S. 67-80 (194)
- [Moor91] J. A. Moore and J. O. Choi: Degradation of Poly(methylmethacrylate) by Deep UV, X-ray, Electron-Beam, and Proton-Beam Irradiation, in *Radiation Effects on Polymers*, ACS Symposium Series Nr. 475 edited by R. L. Clough and S. W. Shalaby , Chapter 11, S. 156-192, American Chemical Society, Washington DC (1991)
- [Moss98] R. Mossburger, K. Petermann: 4 x 4 optical matrix switch using polymeric oversized rib waveguides; *IEEE Photonics Technology Lett.* 10, S. 684-686 (1998)
- [Müll00] L. Müller: Polymere für in Abformtechnik hergestellte Integriert Optische Lichtleiter; *Fortschr. Ber. VDI Reihe 5 Nr. 577* Düsseldorf: VDI Verlag 2000

- [Müll96] A. Müller, J. Göttert, J. Mohr: Aufbau hybrider mikrooptischer Funktionsmodule für die optische Nachrichtentechnik mit dem LIGA-Verfahren; Wissenschaftlicher Bericht Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, FZKA 5786 (1996)
- [Naka94] K. Nakagawa, T. Kowalewski, C.W. Phelps et. al.: Optical channel waveguides based on photo-polymerizable di/triacrylates; SPIE Proc. 2153, S. 208-217 (1994)
- [Paat98] T. Paatzsch: Entwicklung eines integriert optischen Y-Verzweigers mit passiver Faser-Chip-Kopplung aus polymeren Materialien; Fortschr.-Bericht VDI Reihe 9 Nr. 277, Düsseldorf, VDI-Verlag (1998)
- [Phel97] C. W. Phelps, T. S. Barry, D. L. Rhode: Low-loss, singlemode organic polymer waveguides utilizing refractive index tailoring; J. Lightwave Techn. 15, S. 1900-1907 (1997)
- [Podg99] R.-P Podgorsek: Brechungsindexänderungen in Polymerfilmen als Funktionsprinzip optischer Chemosensoren. Dissertation, Universität Duisburg, Fachbereich Physik 1999
- [Proc96] Proceeding of the 3rd European Conference on Optical Sensors and Biosensors; EUROPT(R)ODE III, Zürich (1996); Sensors and Actuators Vol. 38-39 (1997)
- [Ranb77] B. Ranby, J. F. Rabek: ESR spectroscopy in polymer research, Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York (1977)
- [Rösc00] O. Rösch: Integriert-optische Raumschaltmatrizen in Polymeren für die Weitverkehrsnetzebene; Dissertation Fakultät für Maschinenbau und Elektrotechnik, Technische Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig (2000)
- [Rsof02] BeamProp<sup>TM</sup> Version 5; RSoft, Inc. and Columbia University
- [Schm00] W. Schmidt: Optische Spektroskopie, Eine Einführung; 2. Auflage - Weinheim: Wiley-VCH (2000)
- [Schn81] W. Schnabel: Polymer degradation: Principles and practical applications; Hanser Verlag- München (1981)
- [Schö95] A. Schösser et al.: Optical Components in Polymers. SPIE Proceedings, Vol. 2540: S.110 (1995)
- [Schö96] A. Schösser, W. F. X. Frank et al.: Spectroscopic Study of Surface Effects in Polymer Waveguides Generated by Ionizing Radiation Related to Guiding Properties. SPIE Proceedings., Vol. 2851 (1996)

- [Schö97] A. Schösser, W. F. X. Frank et al.: Fiber chip coupling and refractive index profile of UV-generated waveguides in PMMA. SPIE Proceedings, Vol. 3135: S.144-151 (1997)
- [Schös97a] A. Schösser: Erzeugung passiver integriert-optischer Komponenten durch UV-Bestrahlung in PMMA, Dissertation Fachbereich Physik, Technische Hochschule Darmstadt (1997)
- [Scot90] G. Scott, N. Grassie: Mechanisms of Polymer Degradation and Stabilisation, Elsevier Applied Science Publishers, London (1990)
- [Shei87] M. Sheino, Mshina, T. Mekada: Low loss Mach-Zehnder modulator using coupling Y-branching waveguide, Proc. 13th Euro. Conf. Opt. Commun. (ECOC), Helsinki 1987, S. 113-116 (1987)
- [Sieb01] U. Siebel: Thermisch-optischer Schalter auf Polymerbasis mit geringem Nebensprechen; Dissertation, Fakultät Elektrotechnik und Informatik, Technische Universität Berlin (2001)
- [Stob90] J. Stober: Entwicklung eines Übertrageverfahrens für die Herstellung dünner Röntgenmaskenträgerfolien geringer Defektdichten; unveröffentlichter Bericht, Institut für Mikrostrukturtechnik
- [Tele98] Telecordia Testing Standards: GR-1209-Core, „Generic Requirements for Fiber optic Branching Components, Issue 3, 1998
- [Toml70] W. J. Tomlinson, I. P. Kaminow, E. A. Chandross et al.: A Photoinduced Refractive Index Increase in Poly(methylmethacrylate) and Its Applications, Applied Physics Letters 16, 486-489 (1970)
- [Unge92] H.- G. Unger: Optische Nachrichtentechnik, Teil 1: Optische Wellenleiter; Dr. Alfred Hüthig Verlag, Heidelberg (1992)
- [Unge93] H.-G. Unger: Optische Nachrichtentechnik, Teil 2: Komponenten, Messtechnik; Dr. Alfred Hüthig Verlag, Heidelberg (1993)
- [Voge02] E. Voges, K. Petermann: Optische Kommunikationstechnik, Handbuch für Wissenschaft und Industrie; Springer-Verlag Berlin Heidelberg (2002)
- [Waal97] E. E. Waali, J. D. Scott, J. M. Klopff: One- and Two-Dimensional Nuclear Magnetic Resonance Spectra of X-ray-Degraded Poly(methyl methacrylate); Macromolecules, Vol. 30, S. 2386-2390 (1997)
- [Wage02] E. U. Wagemann, G. Stolze, T. Jensen et al.: Recent developments in passive component testing; Journal of Optical Networking, Vol. 1, No. 11 (2002)



- 
- [Wall02] U. Wallrabe, H. Dittrich, G. Friedsam: Micromolded easy-assembly multi fiber connector: RibCon.; Microsystem Technologies, 8 S.83-87 (2002)
- [Wall97] E. Wallace, B. B Sauer, G.S. Blackman in Polymer Surfaces and Interfaces: Characterization , Modification and Application, edited by K.L. Mittal and K.-W. Lee (VSP, Utrecht, The Netherlands, 1997)
- [Waxl79] R. M. Waxler, D. Horowitz et al.: Optical and physical parameters of Plexiglas 55 and Lexan; Applied Optics 18: S.101-104 (1979)
- [Well02] A. Welle, E. Gottwald: UV-Based Patterning of Polymeric Substrates for Cell Culture Applications; Biomedical Microdevices, Vol. 4, No. 1, S. 33-41 (2002)
- [Whit76] J. M. White, P. F. Heidrich: Optical waveguide refractive index profiles determined from measurement of mode indices: a simple analysis; Applied Optics Vol. 15 No. 1, S. 151-155
- [Woch00] C. Wochnowski, S. Metev et al.: UV-laser assisted modification of the optical properties of polymethylmethacrylate. Applied Surface Science,154-155: S. 706-711 (2000)
- [Zieg99] P. Ziegler: Aufbau von optisch-elektrischen Funktionsmodulen mit Hilfe des LIGA-Verfahrens für die optische Übertragungstechnik; Dissertation Universität Karlsruhe Fakultät für Maschinenbau (1999)