

**Fabricación y caracterización de guías ópticas con un epoxi UV-curable****Fabrication and characterization of optical waveguides with a UV-curable epoxi**Adrián Fernández Gavela<sup>(\*)</sup>, José Rodríguez García

Departamento de Física, Universidad de Oviedo, 33007 Oviedo, Spain

(\*)Email: [fernandezgadrian@uniovi.es](mailto:fernandezgadrian@uniovi.es)

S: miembro de SEDOPTICA / SEDOPTICA member

Recibido / Received: 30/07/2009. Versión revisada / Revised version: 17/10/2009. Aceptado / Accepted: 17/11/2009

**RESUMEN:**

En este trabajo se han fabricado y caracterizado guías planas ópticas poliméricas sobre sustratos de vidrio soda-lime. Para la fabricación de las mismas se ha utilizado la técnica del *spin-coating* que permitió realizar la deposición del epoxi UV-curable, en nuestro caso el NOA61. En la fabricación de las diferentes guías ópticas, se ha variado la viscosidad del polímero de dos maneras diferentes: calentándolo y disolviéndolo en acetona. En cuanto a su caracterización experimental, la técnica elegida fue la de acoplo de luz por prisma con el objeto de obtener los índices efectivos de cada modo de propagación en la guía, así como poder calcular el espesor y el índice de refracción superficial de la capa polimérica depositada sobre el sustrato. Para verificar los resultados teóricos, se utilizó un perfilómetro que permite comparar el espesor real de las capas depositadas con el evaluado teóricamente.

**Palabras clave:** Guías Ópticas, Polímeros, Spin-Coating, Acoplo por Prisma, NOA61, Soda-Lime.

**ABSTRACT:**

In this work, polymeric planar optical waveguides are fabricated and characterized on soda-lime slides. Waveguides were fabricated using a spin-coating technique which allowed us to realize the deposition of the epoxy UV-curable, in our case, NOA61. Polymer viscosity was changed by using two different techniques: heating it and dissolving it in acetone. To characterize these waveguides we used the prism-coupling technique to measure the effective indexes in the polymeric film, and also to calculate the refractive index and the film thickness. Theoretical results were checked by using a profile meter to compare the real thickness of the polymeric film with the theoretical ones.

**Key words:** Waveguides, Polymers, Spin-Coating, Prism-Coupling, NOA61, Soda-Lime.

**REFERENCIAS Y ENLACES**

- [1] G. J. Qureshi, V. K. Gupta, A. P. Singh, A. Kapoor, K. N. Tripathi, "Four layer polymeric optical waveguides based on styrene acrylonitrile (SAN)", *Proc. SPIE* **4679**, 440-444 (2002).
- [2] K. Ghawana, S. Singh, K. N. Tripathi, "Determination of waveguide parameters of acrylonitrile-based polymer optical waveguides", *J. Opt.* **29**, 265-267 (1998).
- [3] R. Kumar, A. P. Singh, A. Kapoor, K. N. Tripathi, "Fabrication and characterization of polyvinyl-alcohol-based thin-film optical waveguides", *Opt. Eng.* **43**, 2134-2142 (2004).
- [4] Y. Ren, "Efficiency shifts of prism coupling into polymer waveguides subject to environmental variations", *Opt. Mater.* **19**, 443-447 (2002).
- [5] J. Zhoua, W. H. Wongb, N. Q. Ngoc, E. Y. B. Punb, Y. Q. Shend, Y. X. Zhao, "Polymer-based waveguides with low propagation loss and polarization-dependent loss", *Opt. Laser Technol.* **37**, 427-431 (2005).
- [6] N. Sung-Hyun, K. Jae-Wook, K. Jang-Joo, "Direct patterning of polymer optical waveguide using liquid state UV-curable polymer", *Macromol. Res.* **14**, 114-116 (2006).

- [7] <http://www.norlandprod.com>
- [8] D. Meyerhofer, "Characteristics of resist films produced by spinning", *J. Appl. Phys.* **49**, 3993-3997 (1978).
- [9] J. Rodríguez, S. Fernández, J. M. Virgós, *Óptica Integrada: Primeros Pasos. Fundamentos Teóricos y Aplicaciones*, Servicio de publicaciones Universidad de Oviedo (1992).
- [10] R. Ulrich, "Theory of the prism-film coupler by plane-wave analysis", *J. Opt. Soc. Am.* **6**, 1337-1350 (1970).
- [11] P. C. Jaussad, G. H. Chartier, "A quick method for the determination of refractive index profiles for diffused optical waveguides", *J. Phys.* **10**, 645-654 (1977).

## 1. Introducción

Las guías ópticas fabricadas con polímeros están sufriendo una gran evolución durante los últimos años, ya que este material es fácilmente manipulable y sobre todo porque el procesado es de bajo coste. En la actualidad, ya se han fabricado guías ópticas con diferentes polímeros: PVA, PMMA, SAN, etc [1-4]. En cuanto al NOA61 (Norland Optical Adhesive 61), se ha utilizado para la fabricación de guías ópticas canal con la ayuda de otros polímeros [5,6]. En este trabajo, se introduce la fabricación y caracterización de guías ópticas planas con NOA61 (Norland Optical Adhesive 61) sobre sustratos de vidrio soda-lime.

La fabricación de estas guías ópticas, se realizó en cuatro pasos principales. El primero de ellos consistió en depositar una fina capa del polímero sobre el sustrato de vidrio mediante la técnica del *spin-coating*. A continuación, para endurecer el polímero, se realizó un curado por insolación de rayos UV a través de una máscara. Para definir un escalón en la guía óptica se utilizó una máscara para la insolación UV. El uso de la máscara permite definir la zona depositada que será eliminada con el objeto de determinar experimentalmente el espesor del polímero. Con el objeto de conseguir una buena adhesión del polímero sobre el sustrato, y para quitar el exceso de disolvente que pueda tener la capa depositada, se realizó un recocado en una estufa. Finalmente, para eliminar la parte del polímero que no fue insolada, se utilizaron dos procedimientos: inmersión de la muestra en acetona, o bien, eliminación por frotamiento con un paño humedecido con propanol.

Una vez realizada la fabricación de una serie de muestras con diferentes espesores, se procedió a la caracterización experimental de las mismas por medio de la técnica del acoplo por prisma. Esta técnica, permitió calcular, para cada una de las guías, el número de modos de propagación y sus

índices efectivos. A partir de estos índices efectivos, se ha podido determinar el índice de refracción superficial y el espesor de la capa polimérica depositada.

## 2. Detalles experimentales

### 2.1. Fabricación de las guías ópticas

#### 2.1.1. Materiales

Se ha utilizado el polímero denominado NOA61 por sus buenas propiedades ópticas y adherentes [7]. El NOA61 es un epoxi *UV-curable* con índice de refracción en torno a 1,56 a  $\lambda=632.8$  nm. Se utilizó polímero en estado puro y también en disolución. En los procesos de disolución se utilizó acetona en la proporción NOA61:Acetona 1:2. En ambos casos, el polímero se depositó sobre un porta de microscopio de vidrio soda lime, cuyo índice de refracción es de 1.51 a  $\lambda=632.8$  nm.

#### 2.1.2. Proceso de fabricación

Todo el proceso de fabricación se realizó en una sala de ambiente controlado en humedad, 60%, y temperatura, 20 °C. La primera etapa consistió en el acondicionamiento de los sustratos de vidrio. Para ello, estos fueron sometidos a sucesivos baños en ultrasonidos con distintas disoluciones: agua destilada y jabón, acetona, piraña ácida ( $H_2SO_4:H_2O_2$  3:1) y propanol. Las demás etapas que se han llevado a cabo para la fabricación de las guías poliméricas se esquematizan en la Fig. 1.

Para la deposición del polímero se ha utilizado la técnica del *spin-coating*. Se han depositado capas de polímero puro y en estado de disolución. En las deposiciones de polímero puro se realizó un estudio sistemático de la calidad y espesor depositado en función de la temperatura, manteniendo constantes los parámetros de *spin*. El hecho de variar la temperatura se justifica por la necesidad de reducir la viscosidad del polímero puro y estudiar para cada

caso la deposición. Teniendo en cuenta el estudio realizado por Meyerhofer [8] sobre la técnica del *spin-coating*, el espesor,  $h$ , del material depositado se puede escribir en la forma:

$$h = \left(1 - \frac{\rho_0}{\rho}\right) \left(\frac{3\mu_0 e}{2\rho\omega^2\rho_0/\rho}\right)^{1/3}, \quad (1)$$

siendo  $\rho$  la densidad del fluido durante el mismo,  $\mu_0$  su viscosidad,  $e$  la constante de evaporación y  $\omega$  la velocidad angular del spin. El subíndice 0 indica el valor del parámetro antes de comenzar el centrifugado. La ecuación anterior pone de manifiesto que al disminuir la viscosidad del fluido, el espesor,  $h$ , de la capa depositada también se reduce.

Como se ha indicado, también se han depositado capas de polímero en estado de disolución. Esta opción consistió en disolver el NOA61 en acetona, con el objeto de conseguir reducir la viscosidad del polímero sin variar la temperatura. Al igual que para el caso del polímero puro, se realizó un estudio teórico y experimental que permitió la caracterización óptica de las guías, para así obtener, el índice de refracción superficial y el espesor de la capa depositada.

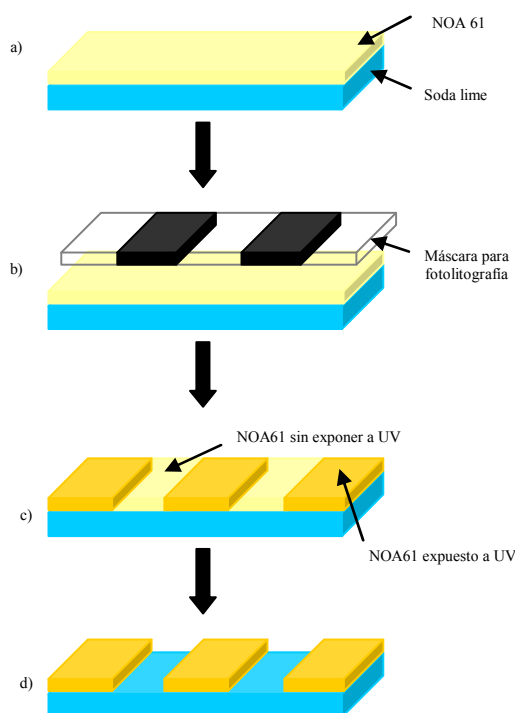


Fig. 1. Esquema de la fabricación de las guías ópticas. a) Deposición del polímero sobre el vidrio soda-lime, b) fotolitografía con máscara, c) recocido de la muestra, d) eliminación de la parte del polímero no insolada.

El siguiente paso consistió en la exposición del NOA61 a rayos UV a través de una máscara. Debemos tener en cuenta que la máscara no puede estar en contacto con el polímero, ya que éste antes de la irradiación es un líquido y podría deformarse; y además, al tratarse de un pegamento óptico, la máscara se nos quedaría adherida a la muestra.

A continuación, se realizó un recocido de la muestra a 50 °C, durante 12 horas, para conseguir una mejor adhesión del epoxi al sustrato y para eliminar el exceso de disolventes que podrían haber quedado.

Por último, para quitar la parte no insolada por los rayos UV, se procedió a la inmersión de la muestra en acetona durante aproximadamente 1 minuto. En el caso del NOA61: Acetona 1:2, se encontraron dificultades durante este paso, ya que la parte insolada también se levantaba del sustrato de vidrio. Para solucionar este problema, se buscaron dos soluciones diferentes: utilizar otros reveladores, como el agua o el propanol, para quitar la parte no insolada. La segunda opción consistió en disolver el NOA61 en agua o propanol en vez de en acetona. En el primer caso, se consiguió que la parte insolada no se levantara, sucediendo lo mismo con la parte que no había sido expuesta a rayos UV. Para el segundo caso, se observó que el NOA61 no se disuelve ni en agua ni en propanol. Finalmente, se optó por frotar la muestra con un paño humedecido con propanol, obteniendo unos resultados satisfactorios. Este último procedimiento provocó un aumento de la rugosidad de la guía en las fronteras, pero para el estudio que realizamos en este trabajo es algo irrelevante.

### 2.2. Caracterización de las guías ópticas

El índice de refracción y el espesor de las guías se determinó utilizando la técnica del acoplo por prisma. Para excitar los modos, hemos utilizado un prisma de SF11, con un índice de refracción de 1,779 a  $\lambda=632.8$  nm y con un ángulo  $\varphi_{prisma}=45^\circ$ . El índice efectivo de cada uno de los modos guiados se calculó aplicando la Ec. (2) [9-10]:

$$n_{eff} = n_{prisma} \sin \left[ \varphi_{prisma} + \sin^{-1} \left( \frac{n_{aire} \sin(\varphi_{modo})}{n_{prisma}} \right) \right], \quad (2)$$

donde  $n_{prisma}$  es el índice de refracción del prisma,  $\varphi_{prisma}$  el ángulo del mismo y  $\varphi_{modo}$  el ángulo de incidencia con respecto a la normal del prisma. Este

último ángulo se midió con un goniómetro que permite obtener una precisión de 0,0001°.

Para calcular teóricamente el índice superficial, así como el espesor del polímero depositado, se siguió el método de Jassaud y Chertier [11]. De acuerdo con este método, podemos relacionar el espesor y el índice superficial de la guía con el orden del modo como indica la Ec. (3):

$$n_{eff}^2 = n_{sur}^2 - \frac{\lambda^2 p^2}{4h^2}, \quad (3)$$

donde  $\lambda$  es la longitud de onda utilizada,  $p$  es el número de orden del modo,  $n_{sur}$  el índice superficial y  $h$  el espesor de la guía. Con la ayuda de la Ec. (3), se tiene una ecuación con dos incógnitas para cada uno de los modos, lo que permite una solución muy sencilla. Para realizar el cálculo se implementó un programa en Matlab que permite obtener el espesor de la capa depositada y el índice de refracción superficial para cada guía óptica.

### 3. Resultados y discusiones

Se fabricaron las primeras guías ópticas manteniendo constantes todos los parámetros: velocidad, aceleración y tiempo de *spin-coating*, tiempo de insolación de UV, tiempo y temperatura de recocido y tiempo de inmersión en acetona. Se varió la temperatura del NOA61 desde 20 °C a 90 °C. Se repitió el mismo proceso con los mismos parámetros, exceptuando que una parte del NOA61 (a 20 °C) se disolvió en dos partes de acetona. Como ya hemos comentado anteriormente, para eliminar la parte no insolada se utilizó un paño humedecido en propanol, en vez de realizar la inmersión en acetona.

#### 3.1. Número de modos

En la Fig. 2 se puede observar una gráfica en la que se representa el número de modos de cuatro guías ópticas frente a la temperatura del NOA61. Se aprecia que el número de modos disminuye de forma inversa a la temperatura, ya que al aumentar ésta, reducimos la viscosidad del polímero. Esto provoca, como muestra la Ec. (1), que el espesor de la capa depositada sea menor; en nuestro caso, hemos conseguido unas guías multimodo que soportan entre 18 y 10 modos guiados. Si se continúa calentando el polímero (hasta los 175 °C, que es el punto de evaporación del NOA61 según

los datos del fabricante) podríamos llegar a fabricar guías con NOA61 sobre vidrio soda-lime con un número de modos muy pequeño.

En la Tabla I se compara el número de modos de las guías fabricadas con el NOA61 puro y el NOA61 disuelto. Para este caso, ambas guías fueron fabricadas a una temperatura de 20 °C. No se pueden fabricar guías con el NOA61 disuelto en acetona a una temperatura mucho mayor, ya que la acetona tiene su punto de ebullición en 56,3 °C. Se puede apreciar que el número de modos ha disminuido considerablemente, en el caso de la disolución, debido a la diferencia de viscosidad del líquido durante el proceso de *spin-coating*.

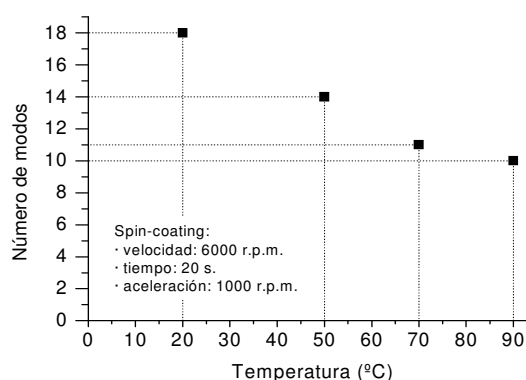


Fig. 2. Número de modos de cuatro guías óptica frente a la temperatura del NOA61.

Tabla I  
Número de modos según disolución.

Material	Nº modos
NOA61	18
NOA61:Acetona 1:2	6

#### 3.2. Índice superficial y espesor

Para la caracterización de cada una de las muestras, hemos seguido el procedimiento descrito en el apartado 2.2. Los índices efectivos de los modos guiados, determinados experimentalmente, junto con el orden del modo, son introducidos en la Ec. (3), lo que permite el cálculo del índice de refracción superficial.

En la Fig. 3 se puede observar que el índice superficial de la capa depositada es poco dependiente de la temperatura del NOA61 durante el proceso de *spin-coating*. El valor del índice de refracción se mantiene en torno a 1,535 para  $\lambda=632,8$  nm, mientras que según las indicaciones

del fabricante, éste debería de ser en torno a 1,56 para el mismo  $\lambda$ . La discrepancia existente entre estos valores, es debido a varios factores. Los autores están llevando a cabo un estudio con diferentes polímeros para verificar el valor real.

En cuanto a la caracterización del espesor de la capa depositada, se realizó su evaluación teórica y experimental. En el primer caso, la Ec. (3), planteada para los índices efectivos determinados experimentalmente, también proporciona el espesor de epoxi. En cuanto a su valoración experimental, ésta se programó en base a la realización de escalones mediante la eliminación parcial del polímero depositado. Para conocer la altura de dichos escalones, se utilizó un perfilómetro, lo que permite conocer el verdadero espesor,  $h$ , de la capa de NOA61.

Se realizaron tres medidas con el perfilómetro para cada una de las guías ópticas, una en el centro de la guía y otras dos en los extremos. En las Figs. 4 y 5 se pueden observar dos series de medidas para dos guías ópticas diferentes. En la Fig. 4 se tienen los valores para una muestra fabricada con NOA61:Acetona 1:2 en la que se puede observar un escalón que presenta un cierto ruido de altura en el borde. Esto es debido a la irregularidad introducida en el borde del escalón durante el proceso de eliminación del polímero. Este hecho es irrelevante de cara a la precisión de la medida, pues la verdadera altura,  $h$ , se cuantifica en la zona plana del polímero. Esto se pone de manifiesto en la propia figura, donde se observa la convergencia de las tres medidas realizadas hacia un valor único del espesor.

En la Fig. 5 se observa un escalón que no es tan brusco como en el caso anterior, sino que se trata, más bien, de una rampa. La inclinación de dicha rampa dependerá de la proximidad que exista entre la máscara y la muestra durante el proceso de insolación, ya que, al no poder estar en contacto una con otra, parte de la luz penetrará entre las mismas insolando así parte de lo que no estaba expuesto. La suavidad que tiene la rampa es debida, en este caso, a que la retirada del polímero no insolado se hizo mediante inmersión en acetona. De este modo, la zona más próxima al escalón presenta una variación suave en rampa, a diferencia de las irregularidades de borde que introduce el procedimiento de eliminación manual del polímero.

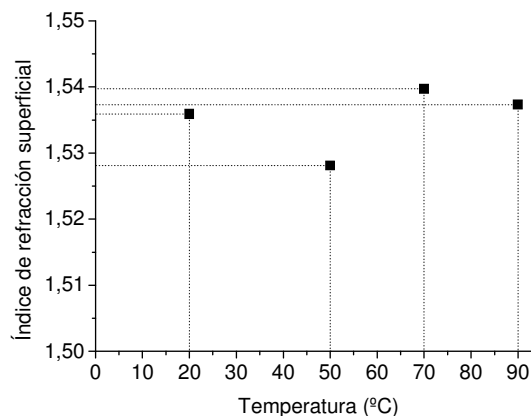


Fig. 3. Índice de refracción superficial de la capa depositada frente a la temperatura del NOA61.

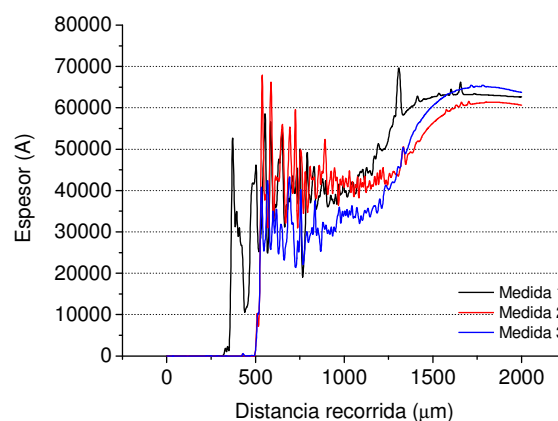


Fig. 4. Escalón para una muestra de NOA61:Acetona 1:2.

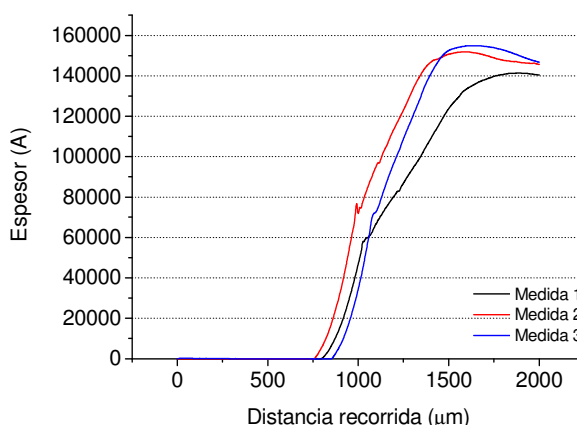


Fig. 5. Escalón para una muestra de NOA61 depositado a 70 °C.

En la Fig. 6 se comparan los resultados teóricos con los valores experimentales obtenidos para el espesor. Como habíamos supuesto en un principio, se pudo comprobar que el espesor de la capa polimérica depositada disminuye de forma inversa a la temperatura. Como puede apreciarse, existe una ligera discrepancia entre el espesor teórico y el experimental, manteniendo la misma variación cualitativa en función de la temperatura.

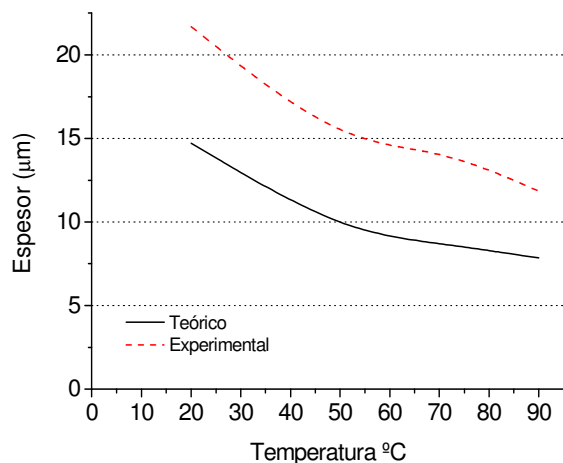


Fig. 6. Espesor de la capa depositada frente a la temperatura del NOA61.

#### 4. Conclusión

Se han conseguido fabricar y caracterizar guías ópticas poliméricas de NOA61 sobre vidrio soda-lime. Se ha podido variar el número de modos guiados y el espesor de la capa de polímero depositada. Se observó una reducción del número de modos guiados cuando se incrementa la temperatura del polímero que se deposita. Se comprobó una baja sensibilidad del índice de refracción del polímero en función de la temperatura de deposición del mismo. La disolución del polímero en acetona conduce a una reducción del número de modos guiados. La utilización de un perfilómetro ha permitido evaluar experimentalmente el espesor de la capa depositada y comparar los resultados con los valores teóricos

#### Agradecimientos

Este trabajo ha sido realizado bajo la ayuda de los proyectos TEC2008-06844-CO2-01 del MEC, IB09-011C1 y una beca predoctoral "Severo Ochoa" de la FICYT.