MARIA ELISIA ARMAS ALVARADO

**PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES DE NITRETO DE
ALUMÍNIO E SUA APLICAÇÃO EM GUIAS DE ONDA TIPO PEDESTAL**

São Paulo

2017

MARIA ELISIA ARMAS ALVARADO

**PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES DE NITRETO DE
ALUMÍNIO E SUA APLICAÇÃO EM GUIAS DE ONDA TIPO PEDESTAL**

**Tese apresentada à Escola Politécnica da
Universidade de São Paulo para obtenção
do Título de Doutor em Ciências.**

Área de Concentração:

Engenharia Elétrica – Microeletrônica

Orientador:

Prof. Dr. Marco Isaías Alayo Chávez

São Paulo

2017

Este exemplar foi revisado e alterado em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, _____ de _____ de _____

Assinatura do autor _____

Assinatura do orientador _____

Catálogo-na-publicação

Armas Alvarado, Maria Elisia

PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES DE NITRETO DE ALUMÍNIO E SUA APLICAÇÃO EM GUIAS DE ONDA TIPO PEDESTAL / M. E.

Armas Alvarado – versão corr. – São Paulo, 2017.

124 p.

Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

Departamento de Engenharia de Sistemas Eletrônicos.

1.CE625.4.5 2.CE625.4.7 3.CE625.4.7.2 4.CE625.4.7.1 I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Sistemas Eletrônicos II.t.

DEDICATÓRIA

A minha família por sempre terem me
apoiado com muito amor, carinho e
compreensão.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, à família celestial por iluminar meu caminho e o de minha família.

À minha família que sempre me incentiva: minha mãe Elisia, meu Pai Fernando, meus irmãos Karen, Fernanda, Fernando e Chrisnael pelo amor e paciência e por sempre ter ficado ao meu lado nos bons e maus momentos.

Ao meu professor e orientador Dr. Marco Alayo pela disponibilidade e dedicação para com o desenvolvimento do trabalho, assim como também pelas conversas e ensinamentos.

À professora Dra. Inés Pereyra porque além de ter sido como uma co-orientadora, considero-a uma amiga.

Aos professores Dr. Marcelo Páez, Dra Katia Albertin e Dr. Gustavo Rehder pelos conselhos, apoio e amizade.

Aos meus companheiros e amigos do grupo GNMD pela ajuda concedida no desenvolvimento deste trabalho.

À Ruthy, Robert e Jorge por ser como uma família para mim sempre nos apoiando uns aos outros.

Aos meus amigos Fernanda, Camila, Josi, Adriane, Pâmella, Tânia e demais grandes amigos do CRUSP pelos bons momentos de distração e bonita amizade.

Ao Alexandre e Igor por sempre estarem dispostos a ajudar, assim como aos técnicos da Sala Limpa, João, Marcos, Teresa e Rita.

Ao Laboratório de Cristalografia do IF-USP, Prof. Dra. Márcia C.A. Fantini e os técnicos Antonio Carlos e Tarsis, por todas as medidas de XRD feitas em minhas amostras.

Ao Laboratório de Tecnologia em Materiais Fotônicos e Optoeletrônicos da FATEC, Profa. Dra. Luciana Reyes, Prof. Dr. Davinson, Dr. Diego Silva e ao Dr. Thiago de assumpção por ter disponibilizado os equipamentos necessários e ajudado na caracterização óptica dos dispositivos fabricados neste trabalho.

Ao CNPq pela bolsa concedida.

RESUMO

O presente trabalho tem como objetivo principal a produção e estudo de filmes de nitreto de alumínio (AlN) depositados por pulverização catódica (*sputtering*) reativa e a fabricação e caracterização de guias de onda tipo pedestal utilizando o AlN como núcleo. Inicialmente, filmes de AlN foram fabricados por pulverização catódica reativa (*sputtering*) de rádio frequência (RF) utilizando um alvo de alumínio (Al) com 99,999% de pureza, e nitrogênio (N₂) como gás reativo. Subsequentemente, os filmes foram caracterizados mediante as técnicas de elipsometria, difração de raios X (DRX), espectroscopia de absorção por transformada de fourier na região do infravermelho (FTIR) e espectroscopia de absorção na região do ultravioleta e do visível (UV-VIS). Tendo as melhores condições ópticas e físicas para a deposição de filmes de AlN, foram fabricados neste trabalho guias de onda tipo pedestal utilizando estes filmes como núcleo. O guia de onda pedestal traz um processo de fabricação alternativo, em que a geometria do guia de onda determina-se na camada anterior ao do núcleo, assim já não é necessário delinear as paredes laterais da camada de núcleo facilitando desta forma, o processo de fabricação do dispositivo. Os guias de tipo pedestal fabricados neste trabalho foram definidos através da corrosão parcial do óxido de silício (SiO₂) mediante a técnica de RIE (Reactive Ion Etching) usando gases trifluorometano (CHF₃) e oxigênio (O₂) como gases reativos. Uma vez definido o pedestal, um filme de nitreto de alumínio é depositado sobre o SiO₂ com a finalidade de constituir o núcleo do guia de onda. O ar foi utilizado como revestimento superior, cujo índice de refração ($n \approx 1$) aumenta o confinamento da luz no núcleo e também para poder possibilitar a caracterização das perdas ópticas do dispositivo. Para esta caracterização usamos a técnica de vista superior que permitiu a análises das perdas ópticas de propagação para diferentes alturas de pedestal e diferentes espessuras de núcleo tanto para filmes de AlN orientado no plano cristalino (002) quanto para filmes de AlN amorfos.

Palavras-chave: Guias de onda tipo pedestal, nitreto de alumínio, técnica de *sputtering*, óptica integrada.

ABSTRACT

The main objective of this work is the production and study of Aluminum Nitride (AlN) films deposited by reactive sputtering and the fabrication and characterization of pedestal optical waveguides using AlN as core. Initially, aluminum nitride films were produced by reactive sputtering using a 99.999% aluminum (Al) purity target, and nitrogen (N₂) as the reactive gas. Subsequently, the films were characterized by ellipsometry, X-ray Diffraction, Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) and Ultraviolet–visible spectroscopy (UV-VIS). Once the best optical and physical conditions for the deposition of AlN films were obtained, pedestal waveguides using these films as a nucleus were fabricated in this work. The pedestal waveguide provides an alternative manufacturing process where the geometry of the waveguide is determined in the pre-core layer, so it is no longer necessary to delineate the side walls of the core layer thereby facilitating the device fabrication process. The pedestal waveguides fabricated in this work were defined by the partial corrosion of SiO₂ by the RIE (Reactive Ion Etching) technique using CHF₃ and O₂ gases as reactive gases. Once the pedestal is completed, an aluminum nitride film is deposited onto the SiO₂ layer as the waveguide core. The air was used as an upper cladding, whose refractive index ($n \approx 1$) increases the confinement of the light in the core and also allows the optical loss characterization. For this characterization, we used the superior view technique that allowed the analysis of optical propagation losses for different pedestal heights and different core thicknesses for both highly (002) oriented and amorphous AlN films.

Key word: Pedestal Optical waveguides, Aluminum Nitride, sputtering technique, integrated optics.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1. Representação da rede cristalina de nitreto de alumínio.....	20
Figura 2. Ilustração esquemática de diferentes configurações de guias de onda. O núcleo está sendo representado pela cor roxa. As camadas de cobertura estão representadas em cinza. a) guia tipo Slab, b) guia tipo rib, c) guia tipo ridge.	22
Figura 3. Estrutura de uma guia de onda convencional	24
Figura 4. Ilustração de uma frente de onda se propagando dentro de uma estrutura SLAB	26
Figura 5. Imagem de MEV de um guia pedestal utilizado neste trabalho	28
Figura 6. Fotografia do dispositivo completo: guia de onda em forma de U e os acopladores de injeção e ejeção.	34
Figura 7. Fotografia de microscópio óptico da estrutura completa: microdisco, guia de onda e acopladores de injeção e ejeção utilizando nitreto de alumínio como núcleo, e óxido de silício como camada inferior e superior. O microdisco e o guia de onda estão separados por 300nm.	35
Figura 8. Imagem de MEV do microanel baseado em AlN.(Em verde o microanel e em vermelho o guia de onda) do trabalho em (Xiong et al., 2012)	36
Figura 9. Imagem de MEV do microrresonadores ópticos fabricados pelos autores	37
Figura 10. Imagem da vista da seção transversal do guia fabricado em (Xiong et al., 2012)	38
Figura 11. Fotografia do dispositivo fabricado em (Stegmaier et al., 2014).	39
Figura 12. Fotografia do sistema sputtering RF utilizado.	42
Figura 13. Diagrama esquemático de um elipsômetro.	45
Figura 14. Descrição esquemática de difração Lei de Bragg.	47
Figura 15. Arranjo experimental utilizado para medições de perda óptica.	52
Figura 16. Luz propagando-se por um guia de onda tipo pedestal.	52
Figura 17. Luz propagando-se por um guia de onda tipo pedestal.	53
Figura 18. Fibra óptica utilizada para acoplar a luz nos guias de onda produzidos. .	54
Figura 19. Ilustração da montagem utilizada para fazer a análise modal dos guias de onda	54
Figura 20. Difratoograma de raios-X do substrato de silício limpo e do óxido de silício sobre substrato de silício utilizado neste trabalho.	62
Figura 21. Difratoograma mostrando a intensidade espalhada em função de 2θ das amostras M-1 e M-2.	64
Figura 22. Difratoograma mostrando a intensidade espalhada em função de 2θ das amostras M-3 e M-4.	65
Figura 23. Difratoograma mostrando a intensidade espalhada em função de 2θ das amostras POT-1, POT-2, POT-3 E POT-4.	67
Figura 24. Espectro de FTIR de filmes de AlN orientado no plano cristalino (002) depositado sobre Si(100) e Si (111) do trabalho.....	74

Figura 25. Espectros FTIR das amostras orientada no plano cristalino (002) e da amostra amorfa normalizada pela espessura do filme e uma ampliação do pico da amostra amorfa.....	75
Figura 26. Espectros de transmitâncias na região do visível e do ultravioleta da amostra orientada no plano cristalino (002) e da amostra amorfa	77
Figura 27. Ilustração da geometria dos guias de onda tipo pedestal fabricados neste trabalho.	79
Figura 28. Ilustração da camada de óxido térmico da lâmina de silício.	81
Figura 29. Deposição do cromo por RF magnetron sputtering.....	82
Figura 30. Máscara empregada contendo linhas retas e Mach Zender.	83
Figura 31. Fotolitografia de contato utilizando fotorresiste AZ-1518 (2 μ m). A) expondo luz uv no fotorresiste, b) fotorresiste definido após exposição de luz uv. .	84
Figura 32. Corrosão úmida do cromo exposto utilizando nitrato cérico amoniacal....	84
Figura 33. Câmara de corrosão por plasma utilizada neste trabalho.	85
Figura 34. Corrosão por plasma RIE para definir as dimensões laterais dos guias. .	86
Figura 35. Imagem de MEV mostrando o pedestal de SiO ₂	86
Figura 36. Ilustração da etapa de deposição do núcleo dos guias de onda	87
Figura 37. Imagens de MEV dos guias do tipo pedestal	88
Figura 38. Imagem de MEV do perfil do pedestal em SiO ₂	89
Figura 39. Imagem de MEV do perfil do pedestal em SiO ₂	91
Figura 40. Imagem de MEV do perfil do pedestal em SiO ₂ depois de o submeter a uma corrosão úmida em BOE por 20segundos.....	92
Figura 41. Imagem de MEV do perfil do pedestal em SiO ₂ depois de submeter a uma corrosão úmida em BOE por 20segundos.....	93
Figura 42. Ilustração da geometria dos guias de onda tipo pedestal fabricados neste trabalho.	94
Figura 43. Imagens de MEV de guias de onda de profundidade de pedestal de 1 μ m e espessura de núcleo da amostra a) G-1 (0,6 μ m); b) G-2 (1 μ m); e c) G-3 (1,2 μ m), indicando com uma linha pontuada vermelha a interface pedestal-núcleo.....	95
Figura 44. Perdas ópticas em dB/cm em função da largura do guia de onda para guias de onda G-1 (com espessura de núcleo de 0,6 μ m (Δ)) e G-2 (com espessura de núcleo de 1 μ m ($\blacksquare$)) a λ =633nm utilizando núcleo com AlN amorfo. As linhas são só guias para os olhos.	96
Figura 45. Perdas ópticas em dB/cm em função da largura do guia de onda para guias de onda G-2 (com espessura de núcleo de 1 μ m ($\blacksquare$)) a λ =980nm. A linha é só guia para os olhos.	97
Figura 46. Luz se propagando no guia G-1	98
Figura 47. Perfis de campo próximo dos guias de onda pedestal G-1 (de 0,6 μ m de espessura de núcleo) a 633nm e 980nm.	99
Figura 48. Perfis de campo próximo dos guias de onda pedestal G-2 (de 1 μ m de espessura de núcleo) excitados com comprimentos de onda de 633nm e 980nm.	100

Figura 49. Ilustração da geometria dos guias de onda tipo pedestal fabricados neste trabalho.	101
Figura 50. Imagem de MEV de guias de onda de espessura de núcleo de 0,6 μm e profundidade de pedestal de a) 0,6 μm (G-4); b) 1 μm (G-5) e c) 1,2 μm (G-6).	102
Figura 51. Perdas ópticas em dB/cm em função da largura do guia de onda para guias de onda G-4 (de 0,6 μm (■)); G-5 (1 μm (o)) e G-6 (1,2 μm (Δ)) a $\lambda = 633\text{nm}$	103
Figura 52. Perdas ópticas em dB/cm em função da largura do guia de onda para guias de onda G-8, com espessura de núcleo de 0,6 μm , (Δ) a $\lambda=547\text{nm}$. As linhas são só guias para os olhos.....	105
Figura 53. Imagens de microscopia eletrônica de varredura de guias de pedestal AlN orientadas a 002 com espessura de núcleo de 0,6 μm em (a) vista frontal e (b) vista superior.....	106
Figura 54. Imagem de microscopia eletrônica de varredura do guia G-9 (com espessura de núcleo de 1,2 μm) em vista superior.	107
Figura 55. Perdas ópticas em dB/cm em função da largura do guia de onda para guias de onda G-8 a $\lambda=980\text{nm}$. A linha é só guia para os olhos.....	108

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.	Materiais usados como substratos para Circuito de Óptica Integrada ...	14
Tabela 2.	Processo de limpeza das lâminas de silício.	57
Tabela 3.	Condições de deposição de filmes de AlN da série Mistura gasosa	59
Tabela 4.	Condições de deposição de filmes de AlN da série Potência	60
Tabela 5.	Condições de deposição de filmes de AlN da série Pressão	60
Tabela 6.	Condições de deposição de filmes de AlN da série Mistura gasosa	63
Tabela 7.	Condições de deposição de filmes de AlN da série Mistura gasosa	65
Tabela 8.	Quantificação estimada do tamanho do cristalito e quantidade de cristalitos por massa difratada.....	66
Tabela 9.	Condições de deposição de filmes de AlN da série Potência	67
Tabela 10.	Quantificação estimada do tamanho do cristalito e quantidade de cristalitos por massa difratada.....	68
Tabela 11.	Condições de deposição de filmes de AlN da série Pressão	69
Tabela 12.	Quantificação estimada do tamanho do cristalito e quantidade de cristalitos por massa difratada.....	70
Tabela 13.	Condições de deposição para o 3 caso do estudo de potência	70
Tabela 14.	Condições de deposição para amostras de AlN orientada no plano cristalino (002) e amorfa.....	72
Tabela 15.	Amostras produzidas e suas respectivas taxas de deposição.	72
Tabela 16.	Medidas de índice de refração dos filmes de AlN.	73
Tabela 17.	Valores obtidos do band gap óptica	78
Tabela 18.	Descrição sucinta do processo de fabricação de guias de onda pedestal	80
Tabela 19.	Parâmetros do processo de oxidação térmica úmida.....	81
Tabela 20.	Condições de deposição do filme de Cr.....	82
Tabela 21.	Etapas do processo de deposição, exposição e revelação do fotorresiste AZ-1518.....	84
Tabela 22.	Parâmetros utilizados para 2 teste de corrosão do micrograma	91
Tabela 23.	Listagem das amostras fabricadas no estudo da influência da espessura do núcleo com AlN amorfo	94
Tabela 24.	Listagem das amostras fabricadas no estudo da influência da espessura do núcleo com AlN amorfo	101
Tabela 25.	Listagem das amostras fabricadas no estudo da influência da espessura do núcleo com AlN amorfo	104

LISTA DE ABREVIATURAS, SÍMBOLOS E SIGLAS

AlN	Nitreto de alumínio (<i>Aluminum Nitride</i>)
AZ-1518	Fotorresiste positivo.
BOE	Solução de ácido fluorídrico em fluoreto de amônio ($4\text{HF} + 25\text{NH}_4\text{F}$), conhecida como <i>Buffered Oxide Etch</i> .
CCD	Charged-Coupled Device
CVD	Deposição Química à Vapor
CHF₃	Trifluorometano.
DLV	Decapante lento de vidro
DRX	Difração de Raios X
FTIR	Transformada de Fourier no Infravermelho (<i>Fourier Transform InfraRed</i>)
GaAs	Arseneto de Gálio
GNMD	Grupo de Novos Materiais e Dispositivos.
H₂O₂	Peróxido de Hidrogênio.
H₂O	Água.
HCL	Ácido Clorídrico.
HF	Ácido Fluorídrico.
LME	Laboratório de Microeletrônica.
λ	Comprimento de onda
MEV	MEV Microscópio Eletrônico de Varredura
n	Índice de refração
N₂	Nitrogênio
NH₄OH	Hidróxido de amônio
OIC	Circuito Óptico Integrado (<i>Optical Integrated Circuit</i>)
OEIC	Circuito Electro-Óptico Integrado (<i>Optoelectronic Integrated Circuit</i>)
PECVD	Deposição Química a Vapor Assistida por Plasma
PSI	Departamento de Engenharia de Sistemas Eletrônicos.
RIB	Configuração de guia de onda, onde a lateral do núcleo do mesmo é parcialmente corroída
RIE	Corrosão por plasma de Íon Reativo (<i>Reactive Ion Etching</i>).

RF	Radiofrequência
Si	Silício
SiO₂	Óxido de silício.
SLAB	Guia de onda composto por camadas paralelas, com espessura definida e que se estendem ao infinito lateralmente.
UV-VIS	Ultravioleta - Visible
Ø	Ângulo elipsométrico denominado ângulo azimutal.
Æ	Ângulo elipsométrico denominado ângulo de diferença de fase.

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1 – Introdução	14
1.1 Objetivos	17
CAPÍTULO 2 – Conceitos Gerais e Objetivos deste trabalho	19
2.1. Nitreto de alumínio	19
2.2. Guias de onda.....	22
2.3. Propagação da luz em um guia de onda SLAB	23
2.4. Guia de onda Tipo pedestal	27
2.5. Perdas por propagação.....	29
CAPÍTULO 3 – Trabalhos anteriores.....	31
3.1. Estado da Arte	31
3.1.1. Produção de filmes de nitreto de alumínio	31
3.1.2. Guias de onda utilizando AIN	33
3.2. Histórico do Grupo de Novos Materiais e Dispositivos.....	39
CAPÍTULO 4 - Metodologia.....	41
4.1. Procedimentos Experimentais	41
4.1.1. Técnica de Sputtering.....	41
4.2. Técnicas de caracterização	42
4.3. Caracterização óptica dos Guias	51
CAPÍTULO 5 – Produção e Caracterização dos filmes de AIN	55
5.1. Deposição por sputtering	58
5.2. Medidas DRX:.....	61
5.3. Perfilometria e Elipsometria:	72
5.4. Espectroscopia de Infravermelho por transformada de Fourier (FTIR):	74
5.5. Espectroscopia de absorção óptica na região UV-VIS.....	76
CAPÍTULO 6 – Processo de Fabricação e Caracterização óptica dos guias de onda tipo pedestal.....	79
CAPÍTULO 7 – Conclusões Finais	109

CAPÍTULO 1 – Introdução

No final da década dos anos 60, Stewart E. Miller (Miller, 1969) – pesquisador dos laboratórios Bell, publicou um trabalho propondo um novo tipo de circuito chamado de circuito óptico integrado (OIC - *Optical Integrated Circuit*), que consistia na combinação de vários componentes ópticos como guias de onda, cavidades ressonantes, moduladores, filtros de frequência seletiva e chaveadores, todos eles interligados utilizando um substrato único, introduzindo assim um novo conceito conhecido hoje como óptica integrada. Atualmente, a óptica integrada define-se como uma área de pesquisa que consiste em integrar diversos dispositivos ópticos, de modo a utilizar um substrato em comum. Nas décadas seguintes a pesquisa em óptica integrada foi progredindo (Hunsperger, 2009) tendo atualmente fabricação e caracterização de dispositivos cada vez mais sofisticados tanto para a área de telecomunicações como de sensoriamento (Aparicio *et al.*, 2014), (Sidiropoulos *et al.*, 2014), (Keil *et al.*, 2016), (Jennings *et al.*, 2017).

Dentro das pesquisas que se seguiram na área, um dos assuntos que foi abordado com bastante profundidade foi a determinação de qual substrato deveria ser utilizado para a fabricação dos Circuitos Ópticos Integrados (OICs) (Hunsperger, 2009). Atualmente, uma ampla gama de materiais são empregados como substrato em OICs, dentre eles podemos mencionar o arseneto de gálio (GaAs), fosfato de índio (InP), silício (Si), entre outros (Liang e Bowers, 2009) (Ejeckam *et al.*, 1995) (Takato *et al.*, 1990) (Li *et al.*, 2009) (Taylor, 1993). A tabela 1 mostra os materiais mais comumente usados para circuitos de óptica integrada.

Tabela 1. Materiais usados como substratos para Circuito de Óptica Integrada

Materiais usados como substratos para Circuito de Óptica Integrada	
Passivos (incapaz de gerar luz)	Ativos (capaz de gerar Luz)
Quartzo	Arseneto de Gálio
Niobato de Lítio	Arseneto de Gálio e alumínio
Tantalato de lítio	Fosfato de Arseneto de Gálio
Pentóxido de nióbio	Arseneto de Gálio de índio
Silício	Semicondutores das famílias III-V e II-VI
Polímeros	

Fonte: (Hunsperger, 2009)

Porém, cabe ressaltar que também tem havido inúmeras pesquisas que utilizam uma abordagem híbrida, onde é permitido a utilização de dois ou mais materiais como substrato, otimizando assim o desempenho de dispositivos diferentes do circuito (Hunsperger, 2009). Esta abordagem permite juntar tecnologias já otimizadas para um determinado material. No entanto, a tecnologia híbrida tem a desvantagem de que além de ser uma técnica de alto custo, as interconexões dos materiais usados estão sujeitas a incompatibilidades por diferença de coeficiente de expansão térmica ocasionando estresse térmico nos materiais, o que pode gerar trincas no material depositado comprometendo assim as estruturas do circuito. O stress térmico pode também provocar stress residual no material com menor coeficiente de expansão térmica (Metev e Veiko, 1998).

A possibilidade de utilizar um único material como substrato é considerada também, uma atraente alternativa, porém, dado que na maioria dos casos o OIC pode ser constituído por diferentes dispositivos ópticos, é muito provável que utilizando uma abordagem monolítica (um único material utilizado como substrato) não se consiga uma adequada performance já que o material usado como substrato não necessariamente seria adequado para todos eles. Essa incompatibilidade pode ser causada pelas diferenças das constantes de rede entre os materiais, o que pode produzir deformações na rede cristalina gerando tensões residuais nas camadas depositadas provocando ineficiência no funcionamento de certas aplicações (Hunsperger, 2009). Contudo, a abordagem monolítica usando o silício como material de substrato ofereceria além de uma maior acessibilidade, por ser mais barata, também uma maior versatilidade, pois o silício, embora seja inerentemente um material passivo, pode ser modificado através da aplicação de técnicas de nanotecnologia para torná-lo capaz de gerar luz se assim a aplicação o requerer (Choudhury e Singh, 2006).

Desde que foi introduzido na área tecnológica¹, na década de 50, o silício converteu-se na base do desenvolvimento e fabricação de quase todos os dispositivos microeletrônicos. Desse modo, não demorou muito para que também ganhasse e impusesse presença na área da optoeletrônica integrada (OEIC-*optoelectronic*

¹ O silício foi descoberto em 1823 pelo químico Jöns Jacob Berzelius, porém era raramente utilizado até 1954 depois do grande 'boom' tecnológico com a fabricação do primeiro transistor de silício.

integrated circuit) - pela atraente ideia de integrar dispositivos ópticos e elétricos (Reichl, 1990) especialmente para as indústrias de telecomunicações.

A OIC e OEIC para aplicações em telecomunicações utilizam tipicamente comprimentos de onda entre 1 e 2 μm . Já as aplicações onde esses dispositivos usam a faixa de luz visível ainda não são muito estudadas. Porém a utilização dessa faixa de comprimentos de onda tem ganhado força ultimamente, principalmente na área de sensoriamento e mais especificamente na área de biossensoriamento (Geuzebroek *et al.*, 2016). Os dispositivos fabricados na área de biossensores são baseados na interação do campo evanescente com o ambiente a que está sendo exposto (Fan *et al.*, 2008). É comum encontrar aplicações em biossensores que utilizam métodos interferométricos como Mach-Zehnder (MZI) (Zinoviev *et al.*, 2008) (Duval *et al.*, 2013; Prieto *et al.*, 2003) (Choo *et al.*, 2014) (Liu *et al.*, 2013) devido a sua grande sensibilidade. Nestas aplicações, é imprescindível trabalhar na região do visível até infravermelho próximo, pois nessa faixa a maioria das biomoléculas utilizadas não apresentam absorção evitando desse jeito a absorção de luz do dispositivo (Geuzebroek *et al.*, 2016). Uma outra vantagem é que as configurações e equipamentos que operam em comprimentos de onda do visível são mais fáceis de implementar, pois o feixe de luz pode ser visto a olho nu, facilitando assim seu estudo (Duval *et al.*, 2013)(Kempen e Kunz, 1997).

Como já foi mencionado anteriormente, o silício oferece um sem fim de vantagens para ser utilizado como substrato na fabricação de OIC e OEIC. Porém, o silício apresenta um grande inconveniente na medida em que absorve luz nos comprimentos de onda da região do visível (Green e Keevers, 1995). Por essa razão, costuma-se usar filmes relativamente espessos (de aproximadamente 4 μm) de algum material transparente entre o filme usado como núcleo e o silício empregado como substrato em dispositivos ópticos (que trabalham na região do visível) para que o campo evanescente não atinja o substrato, evitando assim as perdas por absorção ocasionadas pelo silício. O material transparente comumente usado é o dióxido de silício (SiO_2), em virtude da sua compatibilidade com as fibras ópticas as quais apresentam um índice de refração similar ($\sim 1,46$) (Gao, Lemarchand e Lequime, 2013).

Para o desenvolvimento de dispositivos ópticos usando o silício como substrato, dispõe-se de uma ampla gama de materiais que podem ser utilizados. Neste trabalho, mais especificamente, foi escolhido o nitreto de alumínio em decorrência das peculiares propriedades apresentadas por ele. O nitreto de alumínio configura-se como um material de grande interesse (principalmente na área de microeletrônica) devido ao seu alto coeficiente piezoelétrico, amplo *bandgap*, alta estabilidade química e alta condutividade térmica, entre outros (Chaudhuri *et al.*, 2007) (Olivares *et al.*, 2007) (Kar, Bose e Tuli, 2005) (Chiu *et al.*, 2007). Contudo, poucos trabalhos de pesquisa foram produzidos - até a data da publicação deste trabalho - sobre o uso do AlN na área de interesse desta pesquisa (óptica integrada).

Existem diversos tipos de dispositivos ópticos, que podem ser utilizados na óptica integrada e a interligação/comunicação destes dispositivos no circuito é feito utilizando guias de onda ópticos, por isso o guia de onda óptico é o elemento fundamental de qualquer circuito óptico (Bass, Li e Stryland, Van, 2010). Os guias de onda são estruturas utilizadas para limitar e orientar ondas eletromagnéticas no espectro óptico, sendo que sua principal função é ser o meio de transmissão nos sistemas de comunicação óptica. Podem ser encontrados vários tipos de guias de onda (será melhor explicado no cap.2), porém neste trabalho vamos discutir a respeito de um guia de onda tipo pedestal, sobre o qual daremos mais informações nos próximos capítulos.

Em resumo, devido às atraentes características do nitreto de alumínio, a presente tese de doutorado foi dedicada ao estudo e caracterização de filmes de AlN e sua aplicação como núcleo em guias de onda ópticas tipo pedestal.

1.1 Objetivos

O presente trabalho tem como objetivo principal a produção e caracterização de filmes de nitreto de alumínio e fabricação e caracterização de guias de onda tipo pedestal utilizando AlN como núcleo.

Para alcançar este escopo, o trabalho foi organizado conforme os seguintes objetivos específicos:

- Estudo do nitreto de alumínio: as propriedades estruturais e ópticas de películas de AlN foram correlacionadas com as condições de deposição no intuito de identificar aquela com propriedades otimizadas. Para isto os filmes foram caracterizados mediante as técnicas de elipsometria, difração de Raios X (DRX), Espectroscopia de Absorção por Transformada de Fourier na região do infravermelho (FTIR) e espectroscopia de absorção na região do ultravioleta e do visível (UV-VIS).
- Estudo da influência da espessura do núcleo no guia de onda tipo pedestal; foram realizadas medidas de perdas ópticas com o intuito de encontrar a espessura de núcleo que produza menos perda por atenuação.
- Estudo da influência da altura do pedestal no guia de onda; foram realizadas medidas de perdas ópticas de cada um dos guias com o intuito de encontrar a altura do pedestal que produza a menor perda por atenuação.

1.2 Estrutura da tese

Este trabalho foi estruturado em cinco capítulos. No primeiro foi detalhado o contexto e a organização deste trabalho. O Capítulo 2 aborda conceitos gerais relacionados ao tema de pesquisa que ajudarão no melhor entendimento do trabalho, explicando o funcionamento de guias de onda, e sobre o material utilizado como núcleo, nitreto de alumínio. Assim também nesse capítulo apresentamos os objetivos traçados neste trabalho. O Capítulo 3, por sua vez, detalha trabalhos anteriores no grupo e o estado da arte. No Capítulo 4 é relatada a metodologia utilizada para o desenvolvimento deste trabalho. O capítulo 5 apresenta as discussões e resultados das caracterizações de Raios x, FTIR e UV-VIS do nitreto de alumínio. O capítulo 6 mostra o procedimento de fabricação dos guias de onda etapa por etapa, assim como a caracterização de perda óptica dos guias fabricados. Por fim, no Capítulo 7 são apresentadas as conclusões obtidas a partir dos resultados.

CAPÍTULO 2 – Conceitos Gerais e Objetivos deste trabalho

2.1. Nitreto de alumínio

O nitreto de alumínio (AlN) é um material de grande interesse na indústria microeletrônica, em decorrência de seu largo *bandgap* ($E_g = 5,9\text{-}6,2$ eV), como também da elevada temperatura de fusão ($\sim 2400^\circ\text{C}$), boa condutividade térmica (~ 319 W/m-K a 300 K) (Franco Júnior e Shanafield, 2004), boa estabilidade química, resistência à corrosão, ademais, filmes de AlN podem ser produzidos a temperatura ambiente (Chaudhuri *et al.*, 2007) (Olivares *et al.*, 2007) (Kar, Bose e Tuli, 2005) (Chiu *et al.*, 2007). Além disso, o AlN ainda é conhecido por seu alto coeficiente piezoelétrico d_{33} ($5,1 \pm 0,1$ pm V^{-1}) (Wright, 1997), o mais alto valor na família dos nitretos. Estas características permitem o emprego deste material em diferentes aplicações tais como:

- Em eletrônica (circuitos integrados, sensores, atuadores) (Goericke *et al.*, 2011) (Davis, 1991).
- Em mecânica (solos captadores de energia) (Kim, Priya e Kanno, 2012).
- Em microfluídica (microbombas) (Sharma *et al.*, 2010).

Além do elevado *bandgap*, que torna o AlN transparente em uma ampla faixa de comprimentos de onda de luz, o AlN também possui índice de refração $\geq 1,9$ ($\lambda = 632,8$ nm) (Joo *et al.*, 2000). As características mencionadas, tornam o AlN um material adequado para aplicações em óptica, podendo ser usando tanto como núcleo quanto revestimento (*cladding*) de dispositivos ópticos (Davis, 1991) (Li *et al.*, 2007).

Outro fator muito relevante do AlN é que apresenta birrefringência (Yamashita *et al.*, 1979) e efeito eletro-óptico (r_{33} , $r_{13} \sim 1$ pm/V) (Gräupner *et al.*, 1992). A birrefringência (Shokhovets *et al.*, 2003) é uma característica física do meio por onde a luz se propaga e está fundamentada nas mudanças do índice de refração com os diferentes modos de propagação (transversal e longitudinal). O efeito eletro-óptico é também uma mudança do índice de refração, porém o efeito só ocorre ao aplicar um

campo elétrico ao material. Estas características junto com o alto coeficiente piezoelétrico (Lueng *et al.*, 2000) são de grande interesse na integração de sistemas fotônicos e microeletromecânicos (Favero, 2012). Moduladores eletro-ópticos de AlN têm sido ultimamente de grande interesse na comunidade científica e podem ser encontrados na literatura (Pernice *et al.*, 2012),(Xiong *et al.*, 2012).

O AlN pode ser encontrado na forma *wurtzita* (hexagonal), *zinc blende* (cúbica) ou *rock salt*. A forma *zinc blende* tem sido reportada como metaestável (Paisley e Davis, 1993)(Chun *et al.*, 2001) e diferente da forma *wurtzita*, é de difícil fabricação. A forma *rock salt* é também de difícil fabricação, pois precisa de alta temperatura e pressão (~20 GPa) para sua obtenção. Por essa razão a forma *wurtzita* é a mais utilizada, dado que pode ser obtida mesmo à temperatura ambiente, tornando sua fabricação completamente compatível com a tecnologia CMOS (Pelegri, 2010).

A forma *wurtzita* é caracterizada por suas constantes de rede 'a' e 'c', na qual cada átomo de alumínio (Al) está ligado a quatro átomos de nitrogênio (N) e vice-versa, formando um tetraedro distorcido com três ligações Al-N separados em 120° e situados num plano perpendicular a ligação Al-N na direção do eixo-c (eixo de polarização). A figura 1 mostra a rede cristalina de AlN.

Figura 1. Representação da rede cristalina de nitreto de alumínio

Fonte: Autor modificado de (Taniyasu e Kasu, 2010)

Existem dois tipos de ligações Al-N (na estrutura de wurtzita) denominadas B1 e B2, sendo a B2 com energia de ligação relativamente menor do que a B1. Nesta estrutura, o plano cristalino (100) é composto por ligações B1, enquanto que os planos cristalinos (002) e (101) consistem em ligações B1 e B2 juntas. É bem sabido que a energia de formação do plano cristalino (002) de wurtzita AlN é maior que a energia de formação do plano cristalino (101) ou (100) (Pelegriani, 2010), portanto, uma condição de energia de formação alta facilitará o crescimento no eixo-c, ou seja, do plano cristalino (002).

A literatura tem relatado que a piezeletricidade, o efeito eletro-óptico e o índice de refração apresentam maior valor com o melhor alinhamento dos cristalitos com respeito à normal do substrato (Galca *et al.*, 2012) (Stan *et al.*, [s.d.]) (Larciprete *et al.*, 2006). Daí a importância de estudar o alinhamento dos cristalitos (orientação preferencial) desses filmes.

Existem diferentes técnicas de deposição para obter filmes policristalinos de AlN tipo epitaxial, tais como: deposição química a vapor (CVD) – acrônimo inglês de Chemical Vapour Deposition - (Sato *et al.*, 2007) (Uchida *et al.*, 2006), epitaxia de feixe molecular (MBE) (Iwata *et al.*, 2007) (Brown *et al.*, 2002) e a deposição assistida por feixe de íons (Matsumoto e Kiuchi, 2006). Porém estas técnicas precisam de altas temperaturas, o que, dependendo da aplicação, pode gerar incompatibilidade com tecnologias de silício. Contudo, existem outras técnicas como o *sputtering* (pulverização reativa) (Pelegriani e Pereyra, 2010) (M. García-Méndez, S. Morales-Rodríguez, 2011) (Pernice *et al.*, 2012) que embora não seja tipo epitaxial, permitem obter filmes finos policristalinos de AlN a temperaturas não muito elevadas ou até a temperatura ambiente, fazendo-o, como mencionado anteriormente, atraente por ser compatível com a tecnologia CMOS.

O interesse na fabricação de AlN utilizando a técnica de *sputtering* está no fato de que com este método é possível realizar a mudança das propriedades do material por meio das variações dos parâmetros de deposição. Isto quer dizer que as propriedades estruturais, ópticas e elétricas do nitreto de alumínio são altamente influenciadas pelos parâmetros de processo de deposição do filme. Por exemplo, se o objetivo final é ter um material piezoelétrico, a deposição do AlN tem que garantir

que o filme depositado possua orientação preferencial na direção (002) (eixo-C) (Pelegrini *et al.*, 2014).

2.2. Guias de onda

Basicamente, a estrutura do guia é composta por o núcleo e camadas de cobertura. Existem diversos tipos de guias de onda, as quais podem ser classificadas por: propagação (índice gradual e degrau), geometria (*Slab*, *strip*, *rib*, etc), número de modos guiados (monomodo e multimodo) (Agrawal, 2000). A Figura 2 mostra alguns tipos de guias classificados segundo a geometria:

Figura 2. Ilustração esquemática de diferentes configurações de guias de onda. O núcleo está sendo representado pela cor roxa. As camadas de cobertura estão representadas em cinza. a) guia tipo *Slab*, b) guia tipo *rib*, c) guia tipo *ridge*.

Fonte: Ilustração adaptada de (Carvalho, 2008).

Existem diversas estruturas de guia de onda, como mostrado na Figura 2. A mais simples refere-se ao guia de onda do tipo *slab* (Figura 2.a), que tem uma camada uniforme de índice de refração² alto entre camadas de revestimento de índice de refração baixo. Este tipo de guia oferece apenas confinamento em uma direção e

² O índice de refração de um meio, n é igual ao quociente entre a velocidade da propagação da luz no vácuo C_0 e a velocidade da propagação da luz naquele meio C . $n=C_0/C$.

desde o ponto de vista prático não é muito utilizado por não permitir confinamento lateral. No guia de onda tipo *rib* (Figura 2.b), a camada de núcleo (de alto índice) é corroído parcialmente formando uma geometria similar a um canal invertido, onde a luz é confinada. Outro tipo de guia mostra-se na Figura 2.c em que o núcleo é um material de alto índice de refração corroído nas laterais até chegar ao material da camada inferior com menor índice de refração. Este tipo de guia apresenta alto confinamento óptico já que o núcleo é circundado (nos três lados) pelo ar ou algum outro material de baixo índice de refração.

Na maioria das configurações de guias de onda há a necessidade de corroer o material para se definir as paredes do núcleo e com isso conseguir o confinamento lateral. O controle dessa definição é importante já que a deficiente definição das paredes do núcleo em guias de onda pode provocar problemas na propagação da luz (Zhou, Luo e Cao, 2005), isso porque dependendo dos parâmetros de corrosão, a definição das paredes pode ser um processo muito agressivo, provocando irregularidades nas paredes laterais e na superfície do filme, o que, portanto, aumenta as perdas ópticas dos guias de onda.

Este problema pode ser evitado utilizando um tipo de guia de onda com uma geometria parecida à do *rib*, porém com diferente procedimento de fabricação. Esta geometria é conhecida como guia tipo '**pedestal**'. Detalhes desta nova estrutura serão dados na seção 2.4.

2.3. Propagação da luz em um guia de onda SLAB

O modelo *Slab* será utilizado como aproximação no estudo do comportamento da luz. Considerando apenas um guia de onda slab em que as camadas serão consideradas homogêneas e com faces planas paralelas isotrópicas. Tal guia pode ser representado pela Figura 3.

Figura 3. Estrutura de uma guia de onda convencional

Fonte: Ilustração adaptada de (Okamoto, 2000).

Na Figura 3, o índice de refração do meio onde se propaga a luz (chamado de núcleo) tem um índice de refração n_1 superior ao índice de refração n_0 do meio circundante (chamado de cobertura). Por tal motivo, o feixe de luz pode ser confinado no núcleo por reflexão interna total (Young, 1992), fazendo que o feixe de luz seja totalmente refletido e não sofra refração na interface núcleo-cobertura.

Primeiro, podemos analisar a interface entre o meio externo (ar) e o núcleo do guia de onda utilizando a lei de Snell ($n_{ar} \approx 1$), desse modo:

$$n_{ar} \cdot \sin(\theta) = n_1 \cdot \sin(\phi) \Rightarrow \sin(\theta) = n_1 \cdot \sin(\phi) \quad (1)$$

Dado que $(\sin^2(\phi) + \cos^2(\phi) = 1)$, logo:

$$\sin^2(\theta) = n_1^2 \cdot (1 - \cos^2(\phi)) \Rightarrow \cos^2(\phi) = 1 - \frac{\sin^2(\theta)}{n_1^2} \quad (2)$$

Analisando agora a interface entre a cobertura e o núcleo do guia de onda e utilizando também a lei de Snell, conclui-se:

$$n_1 \cdot \sin\left(\frac{\pi}{2} - \phi\right) = n_0 \cdot \sin(\psi) \quad (3)$$

O princípio básico para o funcionamento de um guia de onda convencional é a Reflexão interna total (RIT). Para cumprir com essa condição é necessário que:

$$n_1 \cdot \sin\left(\frac{\pi}{2} - \phi\right) \geq n_0 \cdot \sin\left(\frac{\pi}{2}\right) \Rightarrow n_1 \cdot \sin\left(\frac{\pi}{2} - \phi\right) \geq n_0 \quad (4)$$

Ou
$$n_1 \cdot \left(\sin\left(\frac{\pi}{2}\right) \cos(\phi) - \sin(\phi) \cos\left(\frac{\pi}{2}\right) \right) \geq n_0, \quad (5)$$

o que é igual a:

$$n_1 \cdot \cos(\phi) \geq n_0. \quad (6)$$

Ao substituir (6) em (2), obtemos o valor máximo do ângulo de inserção da luz no núcleo do guia de onda (θ_{MAX}).

$$\sin(\theta) \leq \sqrt{n_1^2 - n_0^2} \quad (7)$$

$$\theta_{MAX} = \sin^{-1}\left(\sqrt{n_1^2 - n_0^2}\right) \quad (8)$$

O ângulo de aceitação θ_{MAX} não é mais do que o ângulo de incidência para o qual o raio cumpre com a condição de RTI nas interfaces entre o núcleo e os meios circundantes.

Nessas condições, o feixe de luz será totalmente refletido e não sofrerá refração nas paredes externas. Em outras palavras, a reflexão interna total possibilita o confinamento de ondas eletromagnéticas dentro do núcleo.

Além de satisfazer a condição de reflexão interna total, é necessário também outras condições para ter modos guiados. Para entender a formação de modos, é preciso considerar um guia de onda slab como mostrado na Figura 4. Na figura é mostrada a propagação de uma frente de onda de dois raios os quais formam um ângulo ϕ entre o núcleo e os meios externos. Sendo o comprimento de onda no núcleo λ/n_1 e o número de onda no núcleo $k \cdot n_1$, em que n_1 o índice de refração do núcleo do guia e λ o comprimento de onda da luz no ar. As constantes de propagação podem ser expressadas como da forma seguinte:

$$\beta = kn_1 \cos \phi \quad (9)$$

$$K = kn_1 \sin \phi \quad (10)$$

Figura 4. Ilustração de uma frente de onda se propagando dentro de uma estrutura SLAB

Fonte: Ilustração adaptada de (Okamoto, 2000)

O coeficiente de reflexão é dado pela fórmula de Fresnel do raio totalmente refletido que possui polarização perpendicular ao plano incidente e é dado pela equação seguinte:

$$r = \frac{A_r}{A_i} = \frac{n_1 \sin \phi + j \sqrt{n_1^2 \cos^2 \phi - n_0^2}}{n_1 \sin \phi - j \sqrt{n_1^2 \cos^2 \phi - n_0^2}} \quad (11)$$

Assumindo o coeficiente de reflexão complexo como $r = e^{-j\varphi}$, a mudança de fase é obtida da forma seguinte:

$$\Phi = -2 \tan^{-1} \frac{\sqrt{n_1^2 \cos^2 \phi - n_0^2}}{n_1 \sin \phi} \quad (12)$$

Dado que os pontos P e R ou Q e S pertencem à mesma frente de onda, os raios PQ e RS deveriam possuir a mesma fase ou ter diferença de fase múltipla de 2π . Caso contrário essa frente de onda sofrerá interferência destrutiva.

Dado que a distância entre os pontos Q e R é $2a/\tan\phi - 2a \tan\phi$, a distância entre os pontos P e Q é dado por:

$$l_1 = \left(\frac{2a}{\tan\phi} - 2a \tan\phi \right) \cos\phi = 2a \left(\frac{1}{\sin\phi} - \sin\phi \right) \quad (13)$$

E a distância entre os pontos R e S é:

$$l_2 = \frac{2a}{\sin\phi} \quad (14)$$

Dessa forma, para satisfazer a condição de interferência construtiva temos a equação seguinte:

$$(kn_1 l_2 + 2\phi) - kn_1 l_1 = 2m\pi \quad m=0,1,2,3,\dots \quad (15)$$

Substituindo (12) e (14) em (15), temos a equação de dispersão:

$$\tan \left(kn_1 a \sin\phi - \frac{m\pi}{2} \right) = \sqrt{\frac{n_1^2 \cos^2\phi - n_0^2}{n_1 \sin\phi}} \quad (16)$$

Os valores discretos de ϕ que satisfazem a equação de dispersão são chamados de modos guiados, caso contrário (se a condição de dispersão não se cumprir), aparecerão os chamados modos radiados e não se terá confinamento da luz no núcleo devido à refração nas paredes do guia.

O modo com menor valor de ϕ que satisfaz a equação de dispersão, ou seja $m=0$, é o modo fundamental, os demais modos com ângulos maiores seriam modos de maior ordem, ou seja para valores de $m \geq 1$ (Okamoto, 2000).

2.4. Guia de onda Tipo pedestal

O guia de onda pedestal tem um processo de fabricação alternativo, em que a geometria do guia de onda é determinada na camada anterior a do núcleo, de modo que já não é necessário definir, mediante corrosão, as paredes laterais da camada de núcleo (Cheng *et al.*, 2011), (Lunt, Evan J. *et al.*, 2010), (Assumpção, de *et al.*, 2014). Com este tipo de guia, o núcleo é posto sobre um pedestal com o objetivo de afastá-

lo do substrato. Na Figura 5 é possível observar uma imagem de microscopia eletrônica de varredura (MEV) de um guia pedestal fabricado neste trabalho.

Figura 5. Imagem de MEV de um guia pedestal utilizado neste trabalho

Fonte: Autor

Os guias neste trabalho foram definidos através da corrosão parcial do SiO_2 (cobertura/*cladding* inferior) mediante corrosão RIE (*Reactive Ion Etching*) usando gases trifluorometano (CHF_3) e oxigênio (O_2). Uma vez definido o pedestal, deposita-se um filme de nitreto de alumínio para constituir o núcleo do guia de onda. O ar foi utilizado como revestimento superior, cujo índice de refração ($n \approx 1$) aumenta o confinamento da luz no núcleo e para permitir a caracterização de perdas ópticas usando a técnica *Top-View*.

Torna-se relevante ressaltar que evitar a corrosão do núcleo tem uma enorme vantagem, porque amplia o uso de materiais recém-desenvolvidos na fabricação de dispositivos ópticos - cujos parâmetros de corrosão ainda podem ser desconhecidos - tal como o nitreto de alumínio. Por essa razão, o processo de fabricação utilizado neste trabalho foi simplificado por não haver necessidade de corroer o AlN, evitando no momento realizar um estudo de corrosão do mesmo.

Este tipo de guias tem sido empregado em diversos dispositivos ópticos como: guias pedestais ARROW (Lunt, Evan J *et al.*, 2010) (Carvalho e Alayo, 2008), microesferas ressonadores (Little *et al.*, 2000), entre outros.

2.5. Perdas por propagação

Uma das características importantes de qualquer guia de onda são as suas perdas ópticas por propagação, já que é um dos parâmetros mensuráveis que nos dá um indicativo da qualidade do guia (Baba e Kokubun, 1992).

Uma onda de luz sofre atenuação/perdas ao longo da distância percorrida num guia de onda (Tong, 2014), a potência óptica restante no dispositivo depois de percorrer uma distância X é expressada na equação seguinte:

$$I(x) = I_0 10^{\left(-\frac{\alpha x}{10}\right)} \quad (17)$$

I_0 Potencia Inicial

$I(x)$ Potencia transmitida ao longo do guia à distância $x(\text{cm})$

α Coeficiente de atenuação (db/cm)

A perda por propagação é dada em decibéis (utilizado para a comparação de dois níveis de potência), e é definida como a razão da potência transmitida ao longo do guia $I(x)$ e a potência inicial:

$$L(\text{db}) = -10 \log \left(\frac{I(x)}{I_0} \right) \quad (18)$$

As perdas no guia de onda precisam ser as menores possíveis para ser usada em algum dispositivo óptico (aplicação) (Yip e Martucci, 1976).

A luz propagada no guia de onda pode ser afetada por diversas imperfeições do guia de onda aumentando assim as perdas por propagação.

Uma compreensão das fontes de perdas ópticas é essencial para fabricar guias de onda de baixa perda. Entre os tipos de fatores que influenciam a atenuação da luz no guia de onda temos:

a) Perda por radiação:

Se a constante de propagação do modo guiado (β) é maior do que a do *cladding* e do substrato (β_s) a distribuição do campo eletromagnético fica concentrada no núcleo. Porém quando $\beta \approx \beta_s$, a energia transferida do modo guiado é parcialmente espalhada no substrato ou/e no *cladding* superior. Não obstante, este tipo de perda pode ser considerado mínimo (até desprezível) quando o contraste de índice de refração entre o núcleo e o *cladding* no guia de onda é alto (Baba e Kokubun, 1992), (Tong, 2014).

b) Perdas por absorção:

As perdas de propagação por absorção podem ser o resultado de defeitos ou impurezas presentes no material do guia que absorvem luz e reduzem a intensidade da luz (Tong, 2014).

c) Perdas por espalhamento:

As perdas por espalhamento/difusão da luz ocorrem principalmente devido às imperfeições nas interfaces (guia núcleo/substrato e núcleo/*cladding*) que podem aparecer na forma de porosidade, fissuras, pó, etc. A difusão pode ser também provocada por contorno de grão do material (Tong, 2014).

A difusão da luz aumenta com $1/\lambda$ segundo a lei de Rayleigh. Quando o tamanho da imperfeição é menor que λ então a difusão da luz é proporcional a $(1/\lambda)^4$, portanto a perda por espalhamento pode ser reduzida usando comprimentos de onda maiores (Tong, 2014).

CAPÍTULO 3 – Trabalhos anteriores

3.1. Estado da Arte

3.1.1. Produção de filmes de nitreto de alumínio

A fabricação do nitreto de alumínio (AlN) é um assunto de estudos intensivos devido a suas atraentes propriedades tanto piezoelétricas, térmicas, ópticas, químicas, etc. Tais propriedades tornam os filmes finos de AlN promissores candidatos para numerosas aplicações em diversas áreas, tal como foi mencionado anteriormente (capítulo 2).

Filmes de AlN cristalinos podem ser produzidos utilizando diferentes métodos como: deposição química a vapor (CVD) (Sato *et al.*, 2007) (Uchida *et al.*, 2006), epitaxia de feixe molecular (MBE) (Iwata *et al.*, 2007) (Brown *et al.*, 2002), deposição assistida por feixe de íons (Matsumoto e Kiuchi, 2006), e deposição física a vapor (PVD) (Pelegrini e Pereyra, 2010) (M. García-Méndez, S. Morales-Rodríguez, 2011) (Pernice *et al.*, 2012). Este último método, como por exemplo a técnica de pulverização catódica (*sputtering*) para a fabricação deste material, resulta atraente pelo fato de não requerer altas temperaturas, pois filmes de AlN podem ser produzidos a baixa temperatura, inclusive à temperatura ambiente, tornando-o compatível com a tecnologia CMOS (Chaudhuri *et al.*, 2007) (Olivares *et al.*, 2007) (Kar, Bose e Tuli, 2005) (Chiu *et al.*, 2007).

No trabalho de Guo *et al.* (2005), os autores produziram filmes de AlN utilizando a técnica de *sputtering*, a baixa temperatura. Nesse trabalho os autores produziram filmes de AlN utilizando a técnica de *sputtering* R.F reativo, sobre substratos de safira. Utilizaram um alvo de alumínio puro, nitrogênio e argônio como gás reativo e gás de trabalho respectivamente. A distância do alvo-substrato foi de 4cm, pressão de trabalho de 1,3Pa e potência mantida em 100W. Os autores observaram que ao utilizar concentração de N₂ de 20% e temperatura de 100°C, foram obtidos filmes de AlN altamente orientados no eixo-c com rugosidade superficial de aproximadamente 2,9nm. Os autores observaram que a rugosidade superficial aumenta com a temperatura do substrato, degradando a qualidade do material e

impossibilitando assim sua utilização em certas aplicações. Os resultados obtidos nesse trabalho mostram que os filmes produzidos utilizando a técnica de sputtering a baixa temperatura apresentam rugosidade superficial igual ou até menor que utilizando técnicas de deposição como epitaxia de feixe molecular (MBE) e deposição química a vapor (CVD).

Em um outro trabalho,(Pelegrini, 2010) foi apresentado um estudo sobre a fabricação e a caracterização de filmes de AlN obtidos por sputtering. Nesse trabalho, o autor utilizou um alvo de alumínio puro e gás reativo (N_2) para a produção dos filmes. Foram estudados diferentes parâmetros de deposição com o objetivo de obter filmes de AlN que apresentassem as características propícias para serem aplicadas na fabricação de dispositivos MEMS, tal como uma alta piezoeletricidade. O autor conclui que os filmes produzidos com 30% de N_2 e 70% de Ar (composição gasosa) apresentaram maior orientação preferencial no plano cristalino (002). Já as propriedades como o índice de refração, a composição química e o stress residual não mostraram variações significativas quando produzidos com diferentes composições gasosas. O autor também mostrou que filmes de AlN depositados a 250°C apresentaram resultados satisfatórios. Já filmes com temperatura de deposição menores que 250 °C apresentaram uma menor orientação no plano cristalino (002). Vale destacar que ao utilizar temperaturas maiores que 250 °C, as amostras apresentaram uma estrutura amorfa.

No ano de 2012, um trabalho de Galca et. al. (2012), apresentou os resultados do estudo da cristalinidade de filmes de AlN em função do tempo de deposição. Os autores utilizaram um alvo de alumínio puro e silício cristalino (100) como substrato. A distância do alvo-substrato foi de 3,5cm, pressão de 0,2Pa, potência RF de 100W e concentração gasosa de N_2 de 25%. O tempo de deposição foi variado em 5, 15, 30 e 60 minutos. As deposições foram feitas à temperatura ambiente, sendo que o substrato alcançou a temperatura de 50°C devido ao aquecimento gerado pelo plasma. Os filmes obtidos apresentaram uma maior orientação preferencial no plano cristalino (002) para maiores valores de tempo de deposição, e maiores valores de espessura do filme. Os autores também observaram que os filmes de AlN cristalinos apresentam índice de refração mais altos do que filmes de AlN amorfos.

3.1.2. Guias de onda utilizando AlN

De maneira geral as propriedades dos semicondutores da família III-V permitem seu uso em aplicações que requerem alto desempenho óptico e mecânico, como por exemplo o arseneto de gálio que vem sendo usado em circuitos opto-mecânicos (Ding *et al.*, 2011) (Baker *et al.*, 2011). Porém seu estreito *bandgap* (1,4eV) dificulta sua aplicação em comprimentos de onda de luz no visível devido ao efeito de portadores livres (Adachi *et al.*, 1993). Um outro material que tem sido bastante utilizado como modulador óptico, devido a suas propriedades ópticas e mecânicas, é o niobato de lítio (LiNbO_3) (Lawrence, 1993) (Chen, Wood e Reano, 2013) (Guarino *et al.*, 2007) (Chen *et al.*, 2014), que possui um coeficiente eletro-óptico alto ($r_{33}=33\text{pm/V}$); no entanto o LiNbO_3 precisa de um processo de fabricação complexo e pouco compatível com a tecnologia CMOS (Weigel *et al.*, 2016). Por outro lado, o AlN possui a vantagem de ser depositado via *sputtering* utilizando diversos substratos compatíveis com a tecnologia CMOS, o que faz sua utilização mais viável economicamente (Huang, Tay e Wu, 2005), (Kumari, Singh e Barhai, 2014). Outro fator relevante é que o AlN é transparente numa ampla faixa de comprimentos de onda, permitindo sua utilização em dispositivos ópticos moduladores nos comprimentos de onda de luz visível. Além disso, o baixo custo, fácil produção, entre outras propriedades anteriormente apresentadas, compensam o fato do AlN ter um coeficiente eletro-óptico relativamente baixo quando comparados aos outros materiais ($r_{33}, r_{13} \sim 1 \text{ pm/V}$) (Gräupner *et al.*, 1992), fazendo dele um bom candidato para ser utilizado em circuitos opto-mecânicos.

O nitreto de alumínio tem sido utilizado em dispositivos ópticos, fundamentalmente, como camada de revestimento (Li *et al.*, 2007). Já o nitreto de gálio era usado como camada de núcleo, com a finalidade de garantir a propagação monomodo (devido à baixa diferença de índices de refração entre ambos os materiais) (Hui *et al.*, 2003) (Iizuka *et al.*, 2009). O emprego do nitreto de alumínio como camada de núcleo tem sido investigado na literatura recentemente. A seguir serão relatados alguns deles.

Siddhartha Ghosh outros pesquisadores publicaram um trabalho em 2012 (Ghosh, Doerr e Piazza, 2012) o qual mostra a fabricação de um guia de onda em forma de U integrado a dois acopladores (de injeção e ejeção). Os autores fabricaram os acopladores com o intuito de inserir eficientemente a luz de injeção no filme fino de

AlN sem necessidade de utilizar lentes adicionais. A fabricação do dispositivo começa pela deposição de $2,15\mu\text{m}$ de óxido de silício sobre um substrato de silício cristalino usando a técnica de Deposição Química a Vapor Assistida por Plasma (PECVD). Depois, um filme de 400nm de nitreto de alumínio é depositado por *sputtering*. As paredes laterais do núcleo (AlN) são definidas mediante corrosão por plasma utilizando o gás cloro (Cl_2) e tricloreto de boro (BCl_3). Como revestimento superior, eles depositaram um filme grosso de aproximadamente $2\mu\text{m}$ de óxido de silício por deposição PECVD.

O guia de onda, tal como mostrado na Figura 6, começa com uma largura de $17,5\mu\text{m}$ e vai se afinando até a parte curvada do guia chegando a ter uma largura de $1,3\mu\text{m}$. Cabe destacar que o filme de AlN utilizado neste trabalho (Ghosh, Doerr e Piazza, 2012) apresentou orientação preferencial no plano cristalino (002) (perpendicular ao substrato). A caracterização do dispositivo foi realizada no comprimento de onda de telecomunicações (1550nm). Os acopladores apresentaram uma eficiência de -6 dB.

Figura 6. Fotografia do dispositivo completo: guia de onda em forma de U e os acopladores de injeção e ejeção.

Fonte: (Ghosh, Doerr e Piazza, 2012)

Os autores nesse trabalho demonstraram o uso do AlN em acopladores ópticos, abrindo a possibilidade do seu uso em dispositivos mais sofisticados, como microresonadores fotônicos, tal como mostra o trabalho seguinte dos mesmos autores.

Ghosh e Piazza, (2013) fabricaram um microdisco ressonador fotônico integrado baseado em nitreto de alumínio, no qual a luz é acoplada pelo campo

evanescente saindo de um guia de onda cujo núcleo também é de nitreto de alumínio. Destaca-se que a injeção de luz no guia de onda foi feita mediante um acoplador baseado no trabalho anteriormente apresentado (Ghosh, Doerr e Piazza, 2012). A fabricação do guia, do microdisco e dos acopladores foi a mesma do trabalho anterior. O guia de onda em forma de U é afinado até chegar na seção do guia que se encontra perto do microdisco, indo de $17,5\mu\text{m}$ até 850nm . O microdisco ressonador apresentou um fator de qualidade (Q_s) de 28350. Os autores brevemente mencionam que o filme fino de 400nm de AlN exibiu uma estrutura policristalina e com orientação preferencial no plano cristalino (002). O intuito de utilizar AlN orientado ao plano cristalino (002) é devido ao interesse de explorar as propriedades eletro-ópticas do AlN, que embora possua um coeficiente eletro-óptico relativamente baixo (r_{33} , $r_{13} \sim 1 \text{ pm/V}$), é atrente pelas outras características já mencionadas como baixo custo de fabricação, fácil produção, etc.

Figura 7. Fotografia de microscópio óptico da estrutura completa: microdisco, guia de onda e acopladores de injeção e ejeção utilizando nitreto de alumínio como núcleo, e óxido de silício como camada inferior e superior. O microdisco e o guia de onda estão separados por 300nm .

Fonte: (Ghosh e Piazza, 2013)

Um grupo de pesquisa da Universidade de Yale, conformado por Chi Xiong e outros pesquisadores, tem se dedicado ao estudo e fabricação de dispositivos ópticos utilizando AlN. Por exemplo um dos primeiros trabalhos do grupo relacionados ao AlN em Xiong *et al.*, (2012), é sobre um estudo do uso de nitreto de alumínio como material de núcleo em um sistema integrado baseado em um guia de onda e um microanel ressonador. A espessura do filme de nitreto de alumínio utilizado foi de 330 nm

(orientação preferencial no plano cristalino (002)) depositado sobre óxido de silício, a largura dos guias foi de 880 até 1200nm.

Os guias de onda fabricados apresentaram uma perda por propagação para os guias de 1200 nm de largura de 0,8dB/cm. Para os guias de 880 nm de largura a perda por propagação foi de 1,9dB/cm para o comprimento de onda de 1540nm. O dispositivo mostrou um fator de qualidade óptico alto (125000). O dispositivo fabricado é mostrado na Figura 8.

Figura 8. Imagem de MEV do microanel baseado em AlN. (Em verde o microanel e em vermelho o guia de onda) do trabalho em (Xiong *et al.*, 2012)

Fonte: (Xiong *et al.*, 2012)

Um outro trabalho (Pernice *et al.*, 2012) envolvendo alguns dos mesmos autores do trabalho anterior, apresentou a fabricação de um microanel ressonador utilizando AlN policristalino como núcleo, no comprimento de onda do visível e infravermelho próximo. Um guia de onda e um acoplador passaram pelo mesmo processo de fabricação que o microrressonador.

O processo de fabricação consistiu em crescer uma camada de 2,6μm de SiO₂ sobre silício para depois depositar o filme de 330nm de AlN via *sputtering*. As paredes laterais do núcleo foram feitas mediante corrosão por plasma utilizando os gases Cl₂, BCl₃ e Ar, e para evitar a oxidação do AlN foi necessário utilizar uma taxa de corrosão bem alta de aproximadamente 200nm/min.

O guia de onda integrado no circuito apresentou uma baixa perda por propagação de 0,8db/cm na região do infravermelho próximo, assim como um alto fator de qualidade óptico no ressonador (440000 em 1520-1580nm e 30000 em 770nm).

Figura 9. Imagem de MEV do microrressonadores ópticos fabricados pelos autores

Fonte: (Pernice *et al.*, 2012)

Em (Xiong *et al.*, 2012) os autores fabricaram guias de onda óptica com o intuito de demonstrar o efeito eletro-óptico linear intrínseco (Pockels) do AlN. Com isso, fabricaram e mediram microrressonadores para comprimento de onda de telecomunicações (1550 nm) e comprimento de onda visível (770 nm). Os parâmetros de deposição foram otimizados para obter um filme de AlN orientado ao plano cristalino (002). O processo de fabricação consistiu na deposição de AlN (utilizando a técnica de *sputtering*) sobre 2 μm de SiO₂ crescido termicamente. A geometria do núcleo é feita mediante corrosão por plasma, sendo a largura do guia 1 μm. Como camada superior foi depositado por deposição química por vapor 0,8 μm de SiO₂ e os contatos foram definidos sobre esse óxido. Os guias de onda fabricados exibiram perda de propagação bem baixa (0,6 dB / cm) para 1550 nm e bem alta, em torno de 20 dB/cm, para 770 nm. O fator de qualidade óptico medido no microrressonador para

comprimentos de onda no visível e no infravermelho foi de 10 000 e 80 000 respectivamente.

Figura 10. Imagem da vista da seção transversal do guia fabricado em (Xiong *et al.*, 2012)

Fonte: (Xiong *et al.*, 2012)

Vale a pena ressaltar que o fato do AlN ter um *bandgap* amplo ($E_g = 5,9-6,2$ eV), faz com que ele fique transparente não só na região do infravermelho e na do visível, mas também no ultravioleta, ampliando a possibilidade de aplicações, como pode ser visto no trabalho (Stegmaier *et al.*, 2014). Os autores desse trabalho fabricaram circuitos fotônicos integrados a partir de filmes de AlN policristalinos de 140 nm de espessura, depositado por *sputtering* sobre substratos de silício termicamente oxidados. Na sequência, foi feita uma corrosão por plasma para definir as paredes do núcleo utilizando Cl_2 , $SiCl_4$, Ar. Com o intuito de diminuir o espalhamento da luz, foi utilizada como revestimento uma camada de silsesquioxano de hidrogênio (HSQ) de 800nm de espessura. A perda obtida foi de 650dB/cm para o comprimento de onda de 400nm. Os autores apontaram que a alta perda pode estar associada aos defeitos do material que causam absorção no comprimento de onda trabalhado (400nm), e sugeriram fazer mais estudos para reduzir impurezas no material e rugosidade na superfície.

Figura 11. Fotografia do dispositivo fabricado em (Stegmaier *et al.*, 2014).

Fonte: (Stegmaier *et al.*, 2014)

Pode-se perceber a partir dos trabalhos apresentados que em todos os casos (independente do comprimento de onda trabalhado) foi necessário realizar uma corrosão para a definição das paredes laterais do guia de onda.

Nesta tese, é proposto o uso do nitreto de alumínio como núcleo num guia de onda pedestal. Este tipo de geometria traz um processo de fabricação alternativo, em que a geometria do guia de onda é determinada na camada anterior à do núcleo.

3.2. Histórico do Grupo de Novos Materiais e Dispositivos

Este trabalho de pesquisa foi desenvolvido dentro do Grupo de Novos Materiais e Dispositivos (GNMD) do Laboratório de Microeletrônica (LME) do departamento de Engenharia de Sistemas Eletrônicos (PSI) da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (EPUSP). O grupo GNMD tem como interesse principal o desenvolvimento de novos materiais e dispositivos eletrônicos, eletro-opto-mecânicos e ópticos.

O interesse por óptica integrada no grupo começou com a fabricação e caracterização de filmes finos de óxidos de silício e nitreto de silício visando a

aplicação (Carvalho, 2008) (Alayo *et al.*, 2004) (Pereyra e Alayo, 1997) no desenvolvimento de diversos dispositivos ópticos, tais como: guias de onda convencionais, Interferômetros Mach-Zehnder (Mina *et al.*, 2008) e guias de onda ARROW (Carvalho, 2008). Em trabalhos anteriores, realizados durante o mestrado da autora, foi desenvolvido um sensor óptico de umidade usando o polímero polipirrol (Armas Alvarado, 2012) utilizando guias de onda ARROW tipo pedestal. Estes guias foram fabricados no trabalho de doutorado (Carvalho, 2012), no qual se utilizou guia de onda pedestal na fabricação de diferentes dispositivos ópticos como Mach Zehnders e guias de onda ARROW.

O estudo do nitreto de alumínio no grupo iniciou-se em 2010 onde (Pelegrini, 2010) fabricou-se e caracterizou-se amostras de AlN visando aplicações em dispositivo MEMS. Um outro trabalho (Cunha Junior, 2016) continuou com a fabricação e caracterização de filmes finos de nitreto de alumínio (AlN) com o intuito de verificar suas características piezoelétricas.

Neste trabalho, pretende-se otimizar a produção de AlN já estudados anteriormente, enfatizando a sua aplicação e desenvolvimento de dispositivos ópticos. Por essa razão também será apresentado um estudo do processo de fabricação com o intuito de aprimorar as etapas e os parâmetros geométricos dos guias de onda tipo pedestal (utilizando os filmes de AlN produzidos) visando reduzir desse modo as perdas por propagação no dispositivo.

CAPÍTULO 4 - Metodologia

4.1. Procedimentos Experimentais

Para a caracterização do material, o AlN foi depositado sobre substratos de silício tipo P, orientação (100) e vidro, corning glass 7049, utilizando a técnica de deposição catódica (*sputtering*). Os filmes foram caracterizados pelas técnicas de DRX, FTIR, UV-VIS, perfilometria e elipsometria. As técnicas de caracterização utilizadas serão descritas no item 4.2.

O processo de fabricação dos guias de onda utiliza métodos convencionais de Microeletrônica, como limpeza química inicial, fotolitografia de contato, deposições por *sputtering* e Corrosão RIE. Esses métodos de fabricação são bem conhecidos e encontram-se detalhados na literatura (Franssila, 2010). A seguir será dada uma breve descrição da técnica de deposição utilizada neste trabalho (*Sputtering*).

4.1.1. Técnica de *Sputtering*

A técnica de pulverização catódica, denominada de *sputtering*, constitui um procedimento de deposição física a vapor (PVD), que tem como mecanismo principal a ejeção por meio de bombardeamento iônico de um material de uma superfície (alvo) a outra (substrato) (Franssila, 2010).

Existem diversos processos de *sputtering*, divididos em diferentes categorias, como: DC, Magnetron, RF, Reativo, RF Magnetron Reativo. Nesta última categoria, utiliza-se radiofrequência assistida por campo magnético constante e além do gás de trabalho (gás inerte) que serve para o bombardeamento iônico, também é introduzido um gás (tipicamente nitrogênio ou oxigênio) que por meio da reação química com as partículas do material alvo, permite obter materiais compostos (nitreto de alumínio, óxido de titânio, etc.) e que posteriormente são depositados como filme no substrato.

Na Figura 12 é apresentado a fotografia do equipamento RF Magnetron reativo utilizado.

Figura 12. Fotografia do sistema *sputtering* RF utilizado.

Fonte: Autor

Neste equipamento, uma diferença de potencial RF alternada é aplicada entre o substrato e o alvo, ionizando o gás na região e formando um plasma. Logo, os íons do plasma são acelerados (pela diferença de potencial) com energia suficiente para bombardear o material do alvo ejetando átomos ou moléculas (acelerados pelo campo elétrico) em direção ao substrato. O campo magnético (criado pelos ímãs permanentes) serve para confinar o plasma na região do alvo, aumentando a eficiência do processo. A frequência de RF utilizada nesse equipamento é 13,56MHz (valor fixado por regulamentação da *Federal Communications Commission* dos E.U.A).

4.2. Técnicas de caracterização

São apresentadas a seguir as técnicas experimentais de caracterização utilizadas neste trabalho.

4.2.1. Perfilometria

O perfilômetro caracteriza-se como um instrumento eletromecânico que mede o perfil de superfícies de materiais sólidos. Para este trabalho, essa medida teve o intuito de determinar a espessura do nitreto de alumínio depositado em lâminas de silício.

O perfilômetro é composto por uma agulha (ponta de diamante) acoplada ao núcleo de um transformador diferencial linearmente variável (Linear Variable Differential Transformer, LVDT). Quando a agulha percorre a superfície do material a ser medido, os desníveis provocam deslocamentos verticais originando mudanças na posição do núcleo do LVDT, produzindo um sinal elétrico proporcional a esse deslocamento vertical (TENCOR, 2014). Para esta medida é necessário que exista um degrau entre o substrato e o filme que do qual se pretende medir a espessura. Neste trabalho o degrau foi realizado utilizando uma máscara mecânica durante a deposição do material ou utilizando etching seletivo (cobrindo uma pequena área com polímero apiezon) utilizando hidróxido de tetrametilamônio (TMAH).

O equipamento utilizado foi um Tencor, modelo Alpha Step 500, localizado no laboratório de microeletrônica da Escola Politécnica da USP. A agulha de diamante desse aparelho possui $12,5\mu\text{m}$ e uma margem de erro estimada em $\pm 10\text{nm}$.

Este equipamento consta com um computador no qual é utilizado um microprocessador com 4MB de RAM com o sistema operacional MS-DOS 6.2. O teclado conta com uma *'trackball'* que facilita o controle da amostra no equipamento. O controle óptico da amostra é feito mediante uma câmera de 5mega pixels com variação da ampliação da imagem standard de 70 até 210x (TENCOR, 2014).

4.2.2. Elipsometria

A elipsometria é uma técnica utilizada para o estudo das propriedades ópticas dos materiais, especificamente na medida do índice de refração. Ela tem importante aplicação na análise de filmes finos, pois possui alta sensibilidade, reprodutibilidade e

precisão nas medidas. Além disso, a elipsometria é uma técnica não invasiva (Azzam e Bashara, 1977).

O elipsômetro tem como princípio de funcionamento medir a mudança no estado de polarização de um feixe refletido por um sistema óptico (Jesper *et al.*, 2004). Sua relevância está ligada ao fato de que, a partir dessa mudança, é possível determinar o valor do índice de refração e da espessura da amostra medida.

Quando uma onda eletromagnética monocromática é refletida pela superfície do material, a amplitude e fase da onda refletida são influenciadas pelos seguintes fatores:

- Tipo de material.
- Ângulo de incidência.
- Estado de polarização da onda.

Um arranjo tradicional de um elipsômetro genérico (como utilizado neste trabalho) pode ser visto na Figura 13. Nessa figura se observa que o arranjo é composto por uma fonte de luz monocromática (não polarizada), direcionada à superfície da amostra, e que apresenta componentes eletromagnéticas paralelo ao plano de incidência (E_p) e perpendicular ao plano de incidência (E_s). Ao ocorrer interação entre o feixe incidente com o filme, são produzidas mudanças no estado de polarização da luz refletida paralela e perpendicular (R_p e R_s). A etapa de análise do feixe refletido compõe-se por um analisador e um filtro de luz. Na condição em que o analisador rotativo obtiver a condição nula ou mínima do feixe refletido, o detector produzirá uma corrente proporcional ao ângulo de fase dos componentes de polarização do feixe. Com essa informação torna-se possível determinar os ângulos elipsométricos Δ e Ψ , denominados de ângulo de diferença de fase e ângulo azimutal, respectivamente. Com esses dois parâmetros e utilizando uma análise matemática (realizada pelo próprio equipamento), é possível obter o índice de refração e a espessura do filme analisado (Azzam e Bashara, 1977) (Souza, 2007).

Figura 13. Diagrama esquemático de um elipsômetro.

Fonte: Ilustração adaptada de (M. CHÁVEZ, 2000) e (Souza, 2007).

A técnica elipsométrica apresenta algumas características que fazem com que ela seja uma técnica muito aplicada na caracterização de filmes finos. Dentre elas se pode citar:

- Permite a determinação do índice de refração de filmes com espessuras desconhecidas (somente sendo necessário um prévio conhecimento do valor aproximado de espessura, obtido geralmente por perfilometria, pela taxa de deposição ou coloração do filme visto perpendicularmente à direção de observação pelo olho humano).
- Não requer ambiente ou condições especiais, tais como ambientes com baixas pressões ou aquecimento para a realização da medida.
- Não demanda prévia preparação das amostras.
- Pode ser realizada manualmente ou de forma totalmente automática.

O equipamento utilizado neste trabalho foi um Rudolph Research modelo AutoEL IV NIR-3/4D/SSI, existente no Laboratório de Sistemas Integráveis (LSI) da Escola Politécnica de São Paulo, sendo o comprimento de onda do laser usado de 632,8 nm e o ângulo de incidência fixo em 70°. O equipamento possui um erro

(dependendo da espessura do filme) de medida de 0,005 (índice de refração) (M. CHÁVEZ, 2000) .

4.2.3. Difração por Raios X (DRX)

A difratometria de raios x (DRX) é uma técnica não destrutiva que pode ser usada para análise de materiais em forma de pó ou em sólidos (filmes), e fornece informação a respeito de cristalinidade, tamanho de grão, stress e orientação.

A técnica DRX é usada para análise estrutural (arranjo dos átomos) e microestrutural (composição presente, fases) da rede cristalina de um material e é baseada na interferência construtiva no processo de espalhamento dos fótons pelos átomos.

Os raios x são radiações eletromagnéticas como a luz, porém de comprimento de onda menor (da faixa de 1pm a 10nm); por tal motivo eles conseguem interagir com os átomos de um cristal, já que a separação entre os átomos possui comprimento de onda parecido. Os raios x são produzidos ao incidir um feixe de elétrons (acelerados por uma diferença de potencial) sobre um alvo. Quando um feixe de raios x encontra uma estrutura de cristal, ocorre dispersão. Embora parte da dispersão interfira destrutivamente, tem também dispersão que interfere construtivamente. Esses reflexos do plano que interferem construtivamente são feixes difratados, que se regem seguindo um padrão de difração. A relação, através da qual ocorre difração é conhecida como Lei de Bragg (B. E. Warren, 1969), (Cullity, 1978).

Na Figura 14, é esquematizado um arranjo periódico de átomos por planos cristalográficos e na continuação é feita uma análise da equação de bragg.

Figura 14. Descrição esquemática de difração Lei de Bragg.

Fonte: Autor

A rede cristalina pode ser arranjada numa série de planos cristalinos paralelos separados por uma distância 'd', como mostrado na Figura 14. Analisando essa figura podemos observar dois feixes incidentes em fase. O feixe espalhado pelo plano inferior percorre uma distância adicional ABC em relação ao feixe espalhado pelo plano superior.

$$\lambda = AB + BC \quad (19)$$

Vemos pela Figura 14 que a distância AB é igual a distância BC,

$$AB = BC \quad (20)$$

E a sua relação com o ângulo Θ e a distância d é:

$$AB = d \text{ seno } (\Theta) \quad (21)$$

Então equação (19) fica:

$$m \lambda = 2AB \quad (22)$$

Substituindo (21) em (22), temos a equação na qual têm-se as condições de difração de Bragg:

$$m \lambda = 2 d \text{ seno } (\Theta) \quad (23)$$

Em que λ corresponde ao comprimento de onda da radiação incidente, m é um número inteiro (ordem de difração), d é a distância interplanar para o conjunto de planos hkl da estrutura cristalina e Θ é o ângulo de incidência dos raios X.

Partindo da equação de Bragg, podemos afirmar que a condição de difração se cumpre se a diferença de caminho para as ondas refletidas pelos planos da rede adjacentes for um múltiplo inteiro do comprimento de onda (Cullity, 1978).

A intensidade difratada, dentre outros fatores, é dependente do número de elétrons no átomo; adicionalmente, os átomos são distribuídos no espaço, de tal forma que os vários planos de uma estrutura cristalina possuem diferentes densidades eletrônicas ou de átomos, fazendo com que as intensidades difratadas sejam, por consequência, distintas para os diversos planos cristalinos. A partir do difratograma padrão de uma substância cristalina é possível determinar seus parâmetros de rede (comprimentos e ângulos entre as arestas) a partir das informações do sistema cristalino, dos índices de Miller e das distâncias interplanares dos picos difratados. Dado que cada material cristalino tem uma estrutura atômica característica, os raios x se difratam em um padrão característico único (Suryanarayana e Norton, 1998).

As análises DRX deste trabalho foram realizadas no Laboratório de Materiais e Feixes Iônicos da Universidade de São Paulo (LAMFI-USP) utilizando os difratômetros da marca Rigaku modelo Ultima+, e da marca Bruker modelo D8-discover situados no Laboratório de Cristalografia do Instituto de Física da USP.

Como mencionado anteriormente, com DRX é também possível obter informações a respeito do tamanho de grão a partir da equação de Scherrer (supondo grãos esféricos) (Langford e Wilson, 1978) :

$$D = \frac{k\lambda}{B_{hkl} \cos \theta} \quad (24)$$

Em que, D é o diâmetro médio de grão. k é uma constante na faixa de 0,62 até 2,08 (dependendo da forma dos cristalitos que pode ser aproximado à forma esférica, cúbica, tetraédrica ou octaédrica etc.). Para este trabalho, foi utilizado k como 0,9, considerando que as partículas são esféricas. λ é o comprimento de onda do Raios x, 1,54 Å. θ é o ângulo de difração de Bragg. B_{hkl} é a largura à meia altura (*FWHM-Full Width Half Maximum*) corrigida do pico.

Neste trabalho as curvas obtidas nas difrações foram ajustadas, segundo um perfil do tipo Gaussiano. O alargamento de pico devido ao instrumento de medida foi calibrado com um padrão de Si para o difratômetro da marca Rigaku modelo Ultima+,

e de SiO₂ para o difratômetro da marca Bruker modelo D8-discover, de acordo com a com a equação:

$$B_{hkl} = \sqrt{B^2 - B_0^2} \quad (25)$$

Em que B é a FWHM da intensidade máxima do pico (neste trabalho do pico (002) do AlN) e B_0 é a FWHM do pico do material padrão (foi utilizado o pico mais próximo ao pico (002) do AlN).

4.2.4. Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier

A Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier conhecida como FTIR pelas siglas em inglês (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) é uma técnica utilizada para investigar modos vibracionais característicos de uma rede cristalina e assim também poder obter informações sobre o tipo de ligações químicas presentes no material.

A FTIR baseia-se na interação da radiação eletromagnética na região do infravermelho (IR) com a matéria (a radiação infravermelho situa-se entre as regiões do visível e micro-ondas). O espectro infravermelho pode ser dividido em três regiões, infravermelho longo (50-1000μm), infravermelho médio (2,5-50μm) e infravermelho próximo (800-2500nm) (Stuart, 2004) .

Quando os átomos da molécula recebem uma radiação IR é gerado no material uma energia vibracional que se for acompanhada por uma variação no momento dipolar da dita molécula, ocorre absorção na região no infravermelho por ressonância. É importante ressaltar que a variação do momento dipolar é proporcional à intensidade da banda de absorção.

O espectro infravermelho resulta do acoplamento de várias vibrações sobre uma grande parte ou sobre a molécula completa. Informação sobre as diferentes vibrações moleculares podem ser encontradas na literatura (Stuart, 2004). Os espectros podem ser representados como o inverso do comprimento de onda em cm⁻¹

¹, que é o número de ondas em um centímetro. A vantagem de utilizar esta unidade é por esta ser linear com a energia (Gaffney *et al.*, 2012).

A visualização do espectro de absorção/transmissão gerado faz-se possível por transformada de Fourier mediante um programa computacional conectado ao equipamento.

Neste trabalho foi utilizado um espectrômetro de infravermelho por transformada de fourier Bio-Rad QS 300, pertencente ao laboratório de sistemas integráveis da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

4.2.5. Espectroscopia de absorção óptica na região UV-VIS

A espectroscopia UV-VIS é utilizada para medir a absorbância/transmitância da luz em uma amostra no espectro do ultravioleta (190-400nm) e/ou visível (400-800nm), analisando as mudanças de energia molecular (transições eletrônicas).

A quantidade de luz que passa através de uma amostra é atenuada quando parte dela é absorvida. Essa atenuação é descrita como transmitância ou absorbância.

A transmitância (T) está relacionada com a radiação incidente (I_0) e transmitida (I) da seguinte forma:

$$T = I/I_0 \quad (26)$$

E a absorbância relaciona-se com a transmitância da seguinte forma:

$$A = -\log T \quad (27)$$

Ao multiplicar a transmitância por 100 dá a percentagem de transmitância, % T, que varia entre 100% (sem absorção), para uma amostra completamente transparente, e 0% (absorção completa), para uma amostra totalmente absorvente.

O espectro de transmissão óptica de filmes finos depositados sobre substratos transparentes costumam apresentar franjas causadas por fenômenos de interferência. Essas franjas contém informações (analisando máximos, mínimos e amplitudes das franjas) sobre as constantes ópticas dos filmes (Perkampus, 1992).

O equipamento utilizado neste trabalho foi um espectrômetro Shimadzu modelo UV-1650 localizado no laboratório de sistemas integráveis da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

4.2.6. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) é uma técnica utilizada para obter uma imagem ampliada e tridimensional de uma amostra.

O princípio de funcionamento baseia-se nos sinais gerados pela interação de um feixe de elétrons com a superfície da amostra. Conforme o feixe varre a área em análise do material, os sinais gerados (elétrons e as ondas eletromagnéticas) são coletados por detectores e convertidos numa imagem virtual que permite a observação ampliada da amostra (Reimer, 1998).

Vale ressaltar que a amostra a ser caracterizada pelo MEV requer um material condutor, portanto caso a amostra o requeira é necessário depositar uma fina camada de material condutor na amostra antes de colocá-la na câmara.

As imagens MEV deste trabalho foram feitas utilizando o microscópio FEI, modelo NOVA NANOSEM 400, localizado no Laboratório de Sistemas Integráveis da EP-USP.

4.3. Caracterização óptica dos Guias

Em um guia de onda, a atenuação ou perda óptica sofrida durante o guiamento constitui um dos principais parâmetros que pode ser medido experimentalmente. Neste trabalho, utilizou-se a técnica de vista superior (*Top-view*) para calcular as perdas ópticas dos guias de onda fabricados. Esta técnica baseia-se no espalhamento de luz (campo evanescente) da superfície do guia de onda (Daldosso *et al.*, 2004).

Com esta técnica, se mede a intensidade da luz espalhada ao longo do comprimento do guia de onda. Tal intensidade da luz espalhada é capturada por uma câmera CCD, posicionada em cima da amostra, tal como indicado na Figura 15.

Figura 15. Arranjo experimental utilizado para medições de perda óptica.

Fonte: (Carvalho, 2008)

Depois de capturar a imagem do perfil de intensidade da luz espalhada ao longo do comprimento dos guias de onda (mostrado na Figura 16) é feito o cálculo da perda óptica.

Figura 16. Luz propagando-se por um guia de onda tipo pedestal.

Fonte: Autor

A perda óptica é calculada pelo declive da regressão linear da intensidade da luz espalhada (α), em escala logarítmica de base 10, utilizando a seguinte equação:

$$\alpha = -10 \frac{\log P_2 / P_1}{P_2 - P_1} \quad (28)$$

Um exemplo de tal processo é mostrado na Figura 17. O resultado obtido se dá em dB/cm.

Figura 17. Luz propagando-se por um guia de onda tipo pedestal.

Fonte: Autor

Enfatiza-se que a técnica de vista superior considera a luz espalhada pelo campo evanescente proporcional à intensidade de luz propagando-se ao longo de um guia de onda (Daldosso *et al.*, 2004). Por tal razão, para a realização das medidas de perdas ópticas com esta técnica não é depositado o revestimento superior para ter acesso ao campo evanescente.

Para esta medida foi utilizada um laser de He–Ne (632,8 nm) e de um laser diodo (980 nm) inserida numa fibra óptica. Para minimizar as perdas por acoplamento de luz proveniente do laser foi utilizada uma fibra óptica especial (*lensed-tip fiber optics*) com ponta de aproximadamente 2 μm para o acoplamento da luz do laser ao guia de onda. A luz que sai da fibra é inserida em uma das faces polidas do guia de onda como mostrado na figura seguinte. Algumas medidas foram feitas utilizando o arranjo localizado no laboratório LTMFO (FATEC-SP) e foi o mesmo utilizado no trabalho em (Silva, 2012).

Figura 18. Fibra óptica utilizada para acoplar a luz nos guias de onda produzidos.

Fonte: (Silva, 2012).

A análise modal dos guias de onda foi feita através de imagens obtidas através de uma câmera CCD (dispositivo de carga acoplada - Charge Coupled Device). Foi utilizada uma lente objetiva de 10x, alinhada na saída dos guias (de diferentes larguras) para focalizar a luz na câmera. A intensidade da luz na saída dos guias é capturada pela câmera CCD interligada a um microcomputador no qual é feita uma análise da imagem capturada.

Com este método é possível observar os modos propagados nos guias de onda fabricados e assim ter uma ideia da sua relação com a dimensão dos guias.

As medidas de perfil de campo próximo foram realizadas utilizando os mesmos comprimentos de onda usados nas medidas de perda por propagação. Para a caracterização modal dos guias de onda utilizou-se uma montagem ilustrada na Figura 19.

Figura 19. Ilustração da montagem utilizada para fazer a análise modal dos guias de onda

Fonte: (Carvalho, 2008)

CAPÍTULO 5 – Produção e Caracterização dos filmes de AlN

Dependendo das dimensões do material, os materiais podem ser classificados como filme fino, filme grosso, ou bulk (maciço), sendo que cada classificação apresenta diferentes propriedades físicas (Freund e Suresh, 2004). As propriedades dos filmes finos (estruturais, elétricas e ópticas) estão ligadas à mobilidade dos átomos durante o processo de crescimento, que por sua vez são influenciados pelos parâmetros de deposição (Wasa, Kitabatake e Adachi, 2004) como:

- Pressão de trabalho (bombardeando iônico);
- Potência (bombardeando iônico);
- Temperatura (efeito térmico);
- Reações químicas no substrato, entre outros.

- **Pressão de trabalho (Torr):**

Ainda que a literatura mostre que a pressão de trabalho influi majoritariamente na resistividade elétrica do material, há também diversos estudos que apontam que a pressão de trabalho influi também na cristalinidade do material (Cornejo Monroy *et al.*, 2007).

- **Densidade de Potência (W/m²):**

Comumente, a potência está fortemente ligada à cristalinidade do material (Aliyu *et al.*, 2014) (Le *et al.*, 2010). Este efeito se deve ao aumento da energia dos íons (que bombardeiam o substrato) que promove reações químicas e agrupamentos atômicos ao longo dos planos cristalográficos com maior energia superficial, crescendo assim um filme com alto grau de cristalinidade. Muito bombardeamento, porém, pode diminuir o tamanho de grão e aumentar os defeitos.

- **Fluxo (sccm)**

Os fluxos do gás reativo e do argônio afetam principalmente a estequiometria do filme. Portanto é de extrema importância o controle da mistura destes gases (Iriarte, Rodríguez e Calle, 2010).

- **Temperatura do Substrato (°C):**

Pesquisas têm mostrado que a estrutura cristalina do material é afetada pela temperatura do substrato (Iriarte, Rodríguez e Calle, 2010). Porém, altas temperaturas podem estimular tensões mecânicas no substrato.

Neste trabalho, com o intuito de estudar e entender a influência dos parâmetros de deposição no crescimento de filmes de AlN, foram feitos diversos estudos mudando os principais parâmetros de deposição. Foi tomado como base alguns dos parâmetros de deposição utilizados em trabalho anterior (Pelegriani, 2010) (Pelegriani *et al.*, 2014) o qual objetivava determinar os melhores parâmetros de deposição para a obtenção de filmes de AlN cristalino com orientação preferencial (002).

Antes de iniciar as deposições foi necessário realizar a limpeza química inicial do substrato. A limpeza das lâminas é uma etapa significativa, pois com esse procedimento todas as impurezas são removidas como contaminantes metálicos juntamente com prováveis gorduras aderidas (Kern, 1993). Foram utilizadas como substrato lâminas de silício cristalino tipo P, com resistividade 1-10 ohm-cm e orientação (100). As lâminas de silício foram cortadas em quadrados com dimensões de 1x1 cm, para depois passar pelo procedimento de limpeza química. O procedimento de limpeza dos substratos teve a seguinte sequência:

Tabela 2. Processo de limpeza das lâminas de silício.

Etapas	Processo
1	As lâminas são colocadas por 15 minutos em solução de $2\text{H}_2\text{SO}_4 + 1\text{H}_2\text{O}_2$ a 105°C . Esta solução é conhecida como solução “piranha”.
2	As lâminas são lavadas por 10 minutos em água corrente deionizada.
3	As lâminas são mergulhadas por 15 segundos em solução BOE ($4\text{HF} + 25\text{NH}_4\text{F}$). Esta solução é usada para tirar o óxido nativo da lâmina de silício gerado pela solução piranha.
4	As lâminas são lavadas por 10 minutos em água corrente deionizada.
5	As lâminas são colocadas em uma solução de $5\text{H}_2\text{O} + 1\text{H}_2\text{O}_2 + 1\text{NH}_4\text{OH}$ a 75°C por 10 min. Solução utilizada para remover compostos orgânicos. Essa solução é conhecida como RCA1.
6	As lâminas são lavadas por 10 minutos em água corrente deionizada.
7	As lâminas são colocadas em uma solução de $5\text{H}_2\text{O} + 1\text{H}_2\text{O}_2 + 1\text{HCl}$ a 80°C . Solução utilizada para remover partículas metálicas. Essa solução é conhecida como RCA2.
8	As lâminas são lavadas por 10 minutos em água corrente deionizada.
9	As lâminas são mergulhadas por 15 segundos em solução BOE ($4\text{HF} + 25\text{NH}_4\text{F}$). Esta solução é usada para remover o óxido formado nas etapas 5 e 7.
10	As lâminas são secadas com jato de N_2 .

O processo de limpeza do substrato foi utilizado tanto para a caracterização dos filmes de AlN quanto para a fabricação dos guias de onda.

Foi crescido SiO_2 sobre o substrato de silício pois como explicado no capítulo 1, o óxido de silício é comumente utilizado nos dispositivos ópticos para evitar que o campo evanescente não atinja o substrato (diminuindo as perdas por absorção ocasionadas pelo silício). Portanto, as caracterizações DRX apresentadas neste trabalho foram feitas depositando AlN sobre óxido de silício utilizando substrato de silício com a finalidade de ter um melhor entendimento das características do AlN dentro do dispositivo fabricado.

Devido a que nos guias ópticos fabricados é necessária a deposição de óxido de silício antes da deposição do nitreto de alumínio, foi crescido esse material mediante a oxidação térmica nas lâminas de silício destinadas à caracterização do

material com a finalidade de ter um melhor entendimento das características do AlN dentro do dispositivo fabricado.

O filme de SiO₂ foi crescido termicamente a partir de exposição da lâmina de silício a um ambiente oxidante (vapor de H₂O + O₂) a alta temperatura (em torno de 1200 °C), por 360 minutos, obteve-se uma espessura de SiO₂ de aproximadamente 1,5 µm.

5.1. Deposição por *sputtering*

A deposição dos filmes de nitreto de alumínio empregado neste trabalho foi realizada usando a técnica de RF Magnetron Sputtering Reativo. Este equipamento está localizado no Laboratório de Microeletrônica da EPUSP. Foi utilizado um alvo de alumínio (99,999% de pureza), argônio (gás que dá origem ao plasma durante o processo de deposição) e foi acrescentado gás de nitrogênio na câmara de forma que o alumínio que é ejetado do alvo reaja com o nitrogênio, formando o AlN.

Antes de cada processo de deposição, precisou-se eliminar gases residuais de deposições anteriores deixando a câmara de deposição em pressão muito baixa (10⁻⁷ Torr) por aproximadamente duas horas, com o intuito de garantir uma atmosfera residual inerte. Da mesma forma, antes da deposição, foi eliminado o óxido nativo na superfície do alvo realizando um processo chamado de *pré-sputtering* de 5 minutos que consiste em começar o processo de deposição, porém mantendo o anteparo (shutter), correspondente ao alvo utilizado, fechado. Com isso impedimos que o material seja depositado no substrato nos minutos iniciais.

A produção dos filmes foi organizada em três séries de deposição. Para cada série foram fixados dois parâmetros com o intuito de estudar a influência do parâmetro variável na estrutura do material. As tabelas seguintes mostram as condições de deposição utilizadas para cada série.

A Tabela 3 mostra a mistura gasosa de Ar e N₂ utilizada na deposição dos filmes de AlN, bem como os parâmetros que foram mantidos constantes como a pressão e a potência. No primeiro caso a pressão da câmara foi mantida em 2mTorr e a potência em 130W, a mistura gasosa de Ar e N₂ foi mantida em 60sccm e 40sccm respectivamente para a amostra M-1, e em 70sccm e 30sccm para a amostra M-2.

Para o segundo caso, a pressão foi mantida em 2mTorr e a potência foi elevada a 190W. Para a amostra M-3 o fluxo de Ar e N₂ foi mantido em 60 e 40 sccm respectivamente e para a amostra M-4 em 70sccm e 30sccm. Na mesma tabela é também indicada a espessura obtida para cada amostra determinada pela técnica de perfilometria.

Tabela 3. Condições de deposição de filmes de AlN da série Mistura gasosa

			Pressão = 2mTorr Potência = 130W		Espessura (μm) $\pm 0,01$
Série Mistura gasosa	1º Caso	Amostra	Mistura gasosa Ar/N ₂ (sccm)	Tempo de deposição (min)	
		M-1	60/40	60	0,48
		M-2	70/30	60	0,51
	2º Caso		Pressão = 2mTorr Potência = 190W		
		Amostra	Mistura gasosa Ar/N ₂ (sccm)	Tempo de deposição (min)	Espessura (μm) $\pm 0,01$
		M-3	60/40	60	1,53
		M-4	70/30	60	2,04

A Tabela 4 mostra as condições de deposição de filmes de AlN utilizadas para a série potência, foram mantidos como parâmetros constantes a pressão e a mistura gasosa de Ar e N₂; já a potência foi variada para cada amostra. Para a amostra POT-1 a potência utilizada foi de 130W, amostra POT-2 de 160W, amostra POT-3 de 190W e amostra POT-4 de 210W.

Tabela 4. Condições de deposição de filmes de AlN da série Potência

		Pressão= 2mTorr e Mistura gasosa Ar/N₂ =70/30 sccm		
Série potência	Amostra	Potência (W)	Tempo de deposição (min)	Espessura (μm) $\pm$ 0,01
	POT-1	130	60	0,50
	POT-2	160	60	1,42
	POT-3	190	60	2,04
	POT-4	210	60	2,29

Na Tabela 5 são mostradas as condições de deposição utilizadas para a série pressão, para esta série foram mantidos como parâmetros constantes a potência em 190W e a mistura gasosa de Ar e N₂ em 70 e 30sccm respectivamente. A pressão para a amostra PR-1 foi de 2mTorr, para a amostra PR-2 foi de 5mTorr e para a amostra PR-3 foi de 10mTorr.

Tabela 5. Condições de deposição de filmes de AlN da série Pressão

		Potência 190W Mistura gasosa Ar/N₂ =70/30 sccm		
Serie pressão	Amostra	Pressão (mTorr)	Tempo de deposição (min)	Espessura (μm) $\pm$ 0,01
	PR-1	2	60	2,04
	PR-2	5	60	1,15
	PR-3	10	60	0,58

Vale ressaltar que em todas as séries a deposição foi feita à temperatura ambiente e a distância entre o alvo e o substrato foi mantida em 5,3cm, sendo este valor apontado na literatura (Iriarte, Rodríguez e Calle, 2010) como aceitável, pois está dentro da faixa de distância de 3 até 7 cm para obter AlN orientado no plano cristalino (002) (Le *et al.*, 2010) (Iriarte, Rodríguez e Calle, 2010).

O aumento da temperatura do substrato (causado pelo calor do plasma) durante todo o processo de deposição foi registrado, sendo que o máximo valor atingido durante todas as deposições realizadas neste trabalho foi de 110°C.

5.2. Medidas DRX:

A técnica de difração de raios X foi utilizada para obter informações a respeito da estrutura cristalina dos filmes de nitreto de alumínio depositados neste trabalho.

Para complementar a caracterização da estrutura do filme de AlN, foi calculado o tamanho de cristalito (do filme) a partir da equação de Scherrer (supondo grãos esféricos) – como explicado no capítulo anterior e foi também calculada uma estimativa da quantidade de cristalitos por massa difratada. Vale ressaltar que foi removido o alargamento instrumental utilizando um padrão de Si e os picos de difração foram ajustados por uma função gaussiana.

Para este estudo foram empregados difratômetros da marca Rigaku modelo Ultima+, e da marca Bruker modelo D8-Discover, instalados no Laboratório de Cristalografia do Instituto de Física da USP. Os equipamentos utilizam radiação Cu K α , cujo comprimento de onda é 1,5418 Å.

Todos os difratogramas neste trabalho são apresentados utilizando a escala logarítmica para assim minimizar a diferença de intensidade entre os picos no difratograma e ajudar na correta identificação dos planos de menor intensidade. Os picos de difração para ângulos (2θ) superiores (maiores que 45°) são de baixa intensidade e, portanto, não foram detectados; por essa razão os difratogramas são mostrados até 60°.

A figura seguinte mostra o difratograma do substrato de silício e do óxido de silício sobre substrato de silício, utilizados neste trabalho.

Figura 20. Difratoograma de raios-X do substrato de silício limpo e do óxido de silício sobre substrato de silício utilizado neste trabalho.

Fonte: Autor

No difratograma apresentado na Figura 20, observa-se o pico referente ao substrato de silício $\lambda/2$ da reflexão (400) em $2\Theta = 33,08^\circ$. O difratograma foi obtido utilizando um equipamento com filtro de níquel (sem monocromador) o que permitiu observar no difratograma a difração de outros planos do substrato devido à presença de outros comprimentos de onda emitidos pelo tubo.

Observa-se também a ausência de picos relacionados ao óxido de silício, o que indica que o material crescido termicamente apresenta características de um material amorfo.

A análise dos difratogramas foi feita tomando como base os picos de difração encontrados no banco de dados JPDS de: nitreto de alumínio hexagonal, grupo espacial P6₃mc, ficha PDF #25-1133 e silício grupo espacial Fd-3m, ficha PDF #27-1402. Ambas as fichas podem ser encontradas no Anexo desta tese. Assim também no anexo está incluído a ficha PDF#25-1495 grupo espacial Fm3m, correspondente ao nitreto de alumínio na sua forma cúbica.

5.2.1. ESTUDO DA MISTURA GASOSA Ar e N₂:

- PRIMEIRO CASO:

No Primeiro caso a pressão da câmara foi mantida em 2mTorr e a potência em 130W, a mistura gasosa de Ar e N₂ foi mantido em 60sccm e 40sccm respectivamente para a amostra M-1, e em 70sccm e 30sccm para a amostra M-2. As condições de deposição são mostradas na tabela 6.

Tabela 6. Condições de deposição de filmes de AlN da série Mistura gasosa

Amostra	Pressão (mTorr)	Potência (W)	Tempo de deposição (min)	Mistura gasosa Ar/N₂ (sccm)	Espessura (µm) ± 10nm
M-1	2	130	60	60/40	0,480
M-2	2	130	60	70/30	0,51

Na Figura 21 é apresentado o difratograma dos filmes de nitreto de alumínio obtidos utilizando as condições de deposição do primeiro caso da série do estudo da mistura gasosa Ar e N₂.

Figura 21. Difratograma mostrando a intensidade espalhada em função de 2θ das amostras M-1 e M-2.

Fonte: Autor

Pode-se observar no difratograma mostrado na Figura 21, um pico de difração comum em $2\theta = 33,08^\circ$, como anteriormente explicado, referente ao substrato, porém existem também a possibilidade de existir o pico $2\theta = 33,216^\circ$ referente ao plano cristalino (100) do AlN pois esses dois picos se encontram muito próximos.

- SEGUNDO CASO

Para o segundo caso, a pressão foi mantida em 2mTorr e a potência foi elevada a 190W. Para a amostra M-3 o fluxo de Ar e N₂ foi mantido em 60 e 40 sccm, respectivamente, e para a amostra M-4, em 70sccm e 30sccm. As condições de deposição são mostradas na tabela 7.

Tabela 7. Condições de deposição de filmes de AlN da série Mistura gasosa

Amostra	Pressão (mTorr)	Potência (W)	Tempo de deposição (min)	Mistura gasosa Ar/N ₂ (sccm)	Espessura (μm) ± 10nm
M-3	2	190	60	60/40	1,53
M-4	2	190	60	70/30	2,04

Na Figura 22 é apresentado o difratograma dos filmes de nitreto de alumínio obtidos utilizando as condições de deposição do segundo caso da série do estudo da mistura gasosa Ar e N₂.

Figura 22. Difratograma mostrando a intensidade espalhada em função de 2θ das amostras M-3 e M-4.

Fonte: Autor

A amostra M-4 apresenta o pico associado ao plano cristalino (002) no ângulo $2\theta = 35,46^\circ$, enquanto a amostra M-3 apresenta o pico 2θ do plano cristalino (002) em $35,78^\circ$.

Na Tabela 8, são mostrados os tamanhos dos cristalitos das amostras do primeiro e segundo caso da série mistura gasosa, calculados usando a equação de Scherrer como explicado anteriormente. Nesta tabela são também mostrados o ângulo $2\theta_{002}$, a área embaixo da curva do pico (002), a espessura do filme, e o parâmetro A/T que é a normalização da área do pico de difração na direção do plano cristalino (002) com a espessura que será utilizada para se fazer uma estimativa da quantidade de cristalitos presentes por massa difratada.

Tabela 8. Quantificação estimada do tamanho do cristalito e quantidade de cristalitos por massa difratada

Amostra	D₀₀₂ (Å)	2θ_{002}	A₀₀₂(u.arb)	T (µm)	A/T₀₀₂ (u.arb)
M-1	181	35,65	987	0,48	2056
M-2	241	35,69	3032	0,51	5945
M-3	205	35,78	2487	1,53	1625
M-4	160	35,46	1723	2,04	846

O estudo da mistura gasosa observando a tabela 8 sugere que a melhor mistura gasosa Ar/N₂ foi de 70/30 sccm, como da amostra M-2, pois além de ter apresentado maior tamanho de cristalito, também possui a maior quantidade desses cristalitos por massa difratada.

Como explicado anteriormente, a estrutura wurtzita de AlN possui dois tipos de ligações Al-N, B1 e B2, sendo que a ligação B1 é maior que a B2. O plano cristalino (100) é composto de ligações B2 enquanto o plano cristalino (002) é composto das duas ligações B1 e B2, requerendo assim muita mais energia para sua formação. Por essa razão é possível que a alta concentração de argônio promova uma orientação preferencial no plano cristalino (002), já que o argônio no processo de deposição é o responsável por entregar energia e, portanto, gerar as ligações B1.

Para os estudos seguintes utilizaremos como mistura gasosa 70/30 sccm para a relação de gases Ar/N₂.

5.2.2. ESTUDO DA POTÊNCIA:

Para a série de estudo da potência foram mantidos como parâmetros constantes a pressão e a mistura gasosa de Ar e N₂; já a potência foi variada para cada amostra. Para a amostra POT-1 a potência utilizada foi de 130W, amostra POT-2 de 160W, amostra POT-3 de 190W e amostra POT-4 de 210W. As condições de deposição são mostradas na tabela 9.

Tabela 9. Condições de deposição de filmes de AlN da série Potência

Amostra	Pressão (mTorr)	Mistura gasosa Ar/N ₂ (sccm)	Potência (W)	Tempo de deposição (min)	Espessura (μm) ± 10nm
POT-1	2	70/30	130	60	0,51
POT-2	2	70/30	160	60	1,42
POT-3	2	70/30	190	60	2,04
POT-4	2	70/30	210	60	2,29

Na Figura 23 é apresentado o difratograma dos filmes de nitreto de alumínio obtidos utilizando as condições de deposição do estudo da potência.

Figura 23. Difratograma mostrando a intensidade espalhada em função de 2θ das amostras POT-1, POT-2, POT-3 E POT-4.

Na tabela 10 são também mostrados: o tamanho dos cristalitos, o ângulo $2\Theta_{002}$, a área embaixo da curva do pico de difração na direção do plano cristalino (002), a espessura, e a normalização da área do pico de difração na direção do plano cristalino (002) com a espessura, que será utilizada para se fazer uma estimativa da quantidade de cristalitos presentes por massa difratada.

Tabela 10. Quantificação estimada do tamanho do cristalito e quantidade de cristalitos por massa difratada

Amostra	D_{002} (Å)	$2\Theta_{002}$	A_{002} (u.arb)	T (µm)	A/T_{002} (u.arb)
POT-1	241	35,69	3032	0,51	5945
POT-2	241	35,94	1828	1,42	1287
POT-3	160	35,46	1726	2,04	846
POT-4	181	35,46	1843	2,29	805

Até este momento pode-se dizer que a amostra POT-1 é a que apresenta condições necessárias para obter um filme de AlN orientado na direção do plano cristalino (002), porém dado que este material será utilizado para fabricação de dispositivos, é necessário que além de ser um material orientado no plano cristalino (002), este também possua uma alta taxa de deposição para tornar viável sua adaptação e integração a diversas tecnologias. Portanto, para este trabalho na busca de um filme orientado no plano cristalino (002) com alta taxa de deposição, se dará continuidade no seguinte estudo (estudo da pressão) a filmes depositados utilizando 190W por estes terem uma alta taxa de deposição, e maior quantidade de cristalitos orientados no plano cristalino (002) por massa difratada diferentemente dos filmes utilizando 210W.

5.2.3. ESTUDO DA PRESSÃO:

Na Tabela 11 são mostradas as condições de deposição utilizadas para a série pressão, para este caso foram mantidos como parâmetros constantes: a potência em 190W e a mistura gasosa de Ar e N₂ em 70 e 30sccm respectivamente. A pressão para a amostra PR-1 foi de 2mTorr, para a amostra PR-2 foi de 5mTorr e para a amostra PR-3 foi de 10mTorr.

Tabela 11. Condições de deposição de filmes de AlN da série Pressão

Amostra	Potência (W)	Mistura gasosa Ar/N ₂ (sccm)	Pressão (mTorr)	Tempo de deposição (min)	Espessura (μm) ± 10nm
PR-1	190	70/30	2	60	2,04
PR-2	190	70/30	5	60	1,15
PR-3	190	70/30	10	60	0,58

Na Figura 24 é apresentado o difratograma dos filmes de nitreto de alumínio obtidos utilizando as condições de deposição do estudo da pressão.

Figura 24. Difratograma mostrando a intensidade espalhada em função de 2θ das amostras PR-1, PR-2 e PR-3

Realizando uma análise do tamanho do cristalito e uma estimativa da quantidade de cristalitos presentes por massa difratada, é evidente que a amostra PR-3 apresenta maior tamanho de cristalito, porém dado que a pressão é relativamente alta, esta deposição dá origem a uma menor taxa de deposição que a amostra PR-2. Além disso, a amostra PR-2 também apresenta mais quantidade de cristalitos orientados no plano cristalino (002) por massa difratada, como mostra a tabela 12.

Tabela 12. Quantificação estimada do tamanho do cristalito e quantidade de cristalitos por massa difratada

Amostra	D₀₀₂ (Å)	2θ₀₀₂	A₀₀₂ (u.arb)	T (µm)	A/T₀₀₂ (u.arb)
PR-1	160	35,46	1726	2,04	846
PR-2	320	36,08	7519	1,15	6538
PR-3	722	36,08	1771	0,58	3053

Portanto, devido ao grande tamanho do cristalito, quantidade de cristalitos por massa difratada e alta taxa de deposição, as condições de deposição da amostra PR-2 foram utilizadas para produzir os filmes orientados no plano cristalino (002), utilizados nos dispositivos fabricados nesta tese.

Com o intuito de procurar um filme amorfo para posterior uso e comparação nos guias de onda foi decidido adicionar uma terceira amostra no estudo da potência mirando potências baixas para incentivar uma formação de estrutura sem orientação preferencial, como mostra a Tabela 13. Neste caso a pressão utilizada foi de 20mTorr e a mistura gasosa de Ar/ N₂ foi 70/30 sccm, a potência utilizada para amostra PR-4 foi de 60W.

Tabela 13. Condições de deposição para o 3 caso do estudo de potência

Amostra	Pressão (mTorr)	Mistura gasosa Ar/N₂ (sccm)	Potência (W)	Tempo de deposição (min)	Espessura (µm) ± 10nm
PR-4	20	70/30	60	240	0,80

Na Figura 25 é mostrado o difratograma da amostra PR-4, produzida utilizando as condições de deposição mostradas na Tabela 13.

Figura 25. Difratograma mostrando a intensidade espalhada em função de 2θ de amostras de nitreto de alumínio depositado sobre silício da amostra PR-4.

Fonte: Autor

Para a amostra PR-4, observam-se só os picos referentes ao substrato, porém o pico referente à reflexão do plano cristalino (002) do nitreto de alumínio não aparece. A ausência de picos indica que o material é amorfo (Jagannadham, 1998), o que pode ser explicado devido a que a pressão e a potência de deposição utilizada não entregaram energia suficiente ao sistema para a formação de cristalinos orientados na direção do plano cristalino (002) de AlN. O plano cristalino (002) é o mais denso na estrutura AlN requerendo muita energia do sistema, portanto sem uma rápida nucleação na direção do eixo-c, é esperado que apareçam picos pouco aparentes ou até ausência deles neste plano em questão.

Para as demais caracterizações do material foram escolhidos 2 tipos de amostra de nitreto de alumínio. As condições de deposição dessas duas amostras são mostradas na Tabela 14, a primeira é uma amostra orientada no plano cristalino (002) e a segunda é uma amostra amorfa.

Tabela 14. Condições de deposição para amostras de AlN orientada no plano cristalino (002) e amorfa.

Amostra	Potência (W)	Pressão (mTorr)	Mistura gasosa Ar/N₂ (sccm)
AlN orientado no plano cristalino (002)	190	5	70/30
Amorfa	60	20	70/30

5.3. Perfilometria e Elipsometria:

Para determinar a espessura dos filmes foi utilizado o perfilômetro Tencor, modelo Alpha Step 500, localizado no Laboratório de Microeletrônica da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Para a técnica foi preciso criar um degrau no filme cuja geometria é feita utilizando uma máscara mecânica durante a deposição do material ou utilizando *etching* seletivo (cobrindo uma pequena área com resina apiezon para depois corroer com hidróxido de tetrametilamônio (TMAH) a uma temperatura de 80°C). As medições realizadas são mostradas nas tabelas anteriores.

Na tabela 15 temos a taxa de deposição para a amostra orientada no plano cristalino (002) e a amostra amorfa.

Tabela 15. Amostras produzidas e suas respectivas taxas de deposição.

Filmes	Taxa de deposição (Å/min)
AlN orientado no plano cristalino (002)	191,7
Amorfo	33,5

Como pode ser notado a taxa de deposição para os filmes orientados no plano cristalino (002) é muito maior do que a dos filmes amorfos. A diferença na taxa de deposição é devido ao fato que o aumento da potência no processo de deposição produz um aumento da espessura do filme devido a que ao acréscimo do número de partículas de Al ejetadas do alvo.

Os índices de refração, no comprimento de onda de 632,8nm, foram medidos com a técnica de elipsometria. Ambas as medidas foram realizadas em 3 pontos distribuídos pela superfície das lâminas e os valores médios são apresentados a seguir.

Tabela 16. Medidas de índice de refração dos filmes de AlN.

Filmes	Índice de Refração
AlN orientado no plano cristalino (002)	$2,11 \pm 0,02$
Amorfo	$1,8 \pm 0,2$

Notou-se da Tabela 16 uma diminuição no valor do índice de refração da amostra amorfa em comparação com a amostra orientada no plano cristalino (002). Atribui-se esta diferença de valores às mudanças estruturais do filme (Palik, 1985).

Os valores mostrados na Tabela 16 são semelhantes aos reportados na literatura. Índice de refração de AlN de 2,2 para filmes epitaxiais, 1,9-2,1 para filmes policristalinos e 1,8-1,9 para filmes amorfos (Joo *et al.*, 2000) .

5.4. Espectroscopia de Infravermelho por transformada de Fourier (FTIR):

Neste trabalho foi utilizado um espectrômetro de infravermelho por transformada de fourier Bio-Rad QS 300, pertencente ao Laboratório de sistemas Integráveis da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Os espectros foram obtidos em amostras de AlN depositadas sobre substratos de silício. Os espectros mostrados foram obtidos usando como referência o substrato de silício.

Foi visto na literatura os modos vibracionais ópticos típicos do AlN, transversais (TO) e longitudinais (LO) localizados em 610, 670, 890 e 910 cm^{-1} , referentes aos modos A1(TO), E1 (TO), A1 (LO) e E1(LO) (Jagannadham, 1998).

Na seguinte figura é mostrado um típico espectro de FTIR de filmes de AlN orientados no plano cristalino (002).

Figura 24. Espectro de FTIR de filmes de AlN orientado no plano cristalino (002) depositado sobre si(100) e Si (111) do trabalho.

Fonte: (Pelegriini, 2010).

Na Figura 25 é mostrado os espectros de absorção na região de infravermelho da amostra orientada no plano cristalino (002) e da amostra amorfa utilizadas para a fabricação dos guias de onda neste trabalho.

Figura 25. Espectros FTIR das amostras orientada no plano cristalino (002) e da amostra amorfa normalizada pela espessura do filme e uma ampliação do pico da amostra amorfa.

Fonte: Autor

Como observado na Figura 25, há uma absorção em torno de 690 cm⁻¹ para ambas as amostras. Os modos E1(TO) e A1 (TO) são excitados pelo campo elétrico perpendicular e paralelo ao eixo-c da estrutura wurtzita respectivamente e dado que as medidas de FTIR foram realizadas mantendo o feixe de IR incidente na normal da superfície, o campo elétrico ficou paralelo à superfície da amostra. Com isso, quando filmes de AlN são fortemente orientados ao plano cristalino (002), o eixo-c é perpendicular à superfície da amostra e, nesse caso, só o modo E1(TO) será excitado (Pelegriani *et al.*, 2014), como pode ser evidenciado nos espectros apresentados na Figura 25 (banda de absorção em torno de 678,94 cm⁻¹). O desvio do valor típico (670

cm^{-1}) é atribuído ao stress residual (Sanz-Hervás *et al.*, 2003). Pode ser observado na Figura 25 uma outra banda característica do AlN em $883,4 \text{ cm}^{-1}$ referente ao modo A1(LO) da amostra orientada.

O pico da amostra amorfa é praticamente ausente, porém se amplificado pode ser observada uma banda com muito menor intensidade e bem mais larga comparado com os picos dos outros espectros, o que está relacionado com o fato do material ser amorfo, apresentando então vibrações em uma faixa mais larga de frequências.

A presença da tensão residual nos filmes depositados (evidenciada pelos deslocamentos dos picos nos difratogramas) utilizando a técnica de *sputtering*, pode ser consequência de tensões intrínsecas devido a defeitos; tensões de incompatibilidade de rede ou domínio e tensão residual térmica devido a diferentes coeficientes de expansão térmica entre substratos e os filmes depositados (Fitzpatrick *et al.*, [s.d.]).

5.5. Espectroscopia de absorção óptica na região UV-VIS

Para as medidas de Transmitância dos filmes de AlN na região do visível e do ultravioleta, utilizou-se um espectrômetro Shimadzu modelo UV-1650 na faixa de 240nm até 1000 nm, do Laboratório de Microeletrônica (LME) da Escola Politécnica da USP.

Da Figura 26 observamos que em ambos os filmes, a transmitância óptica maior é alta a partir do comprimento de onda maior que 400 nm.

Figura 26. Espectros de transmitâncias na região do visível e do ultravioleta da amostra orientada no plano cristalino (002) e da amostra amorfa

Fonte: Autor

Ambas as amostras apresentaram uma transmitância de aproximadamente 97%. Pode-se dizer que todos os filmes apresentam alta transmitância, o que indica que podem ser utilizados em guias de onda ópticas.

Dado que o *bandgap* do AlN é direto, pode ser rapidamente calculado ao analisar o coeficiente de absorção do material. Na Tabela seguinte são mostrados os valores do *bandgap* óptico direto E_{o4} calculados a partir energia correspondentes aos coeficientes de absorção $\alpha=10^4\text{cm}^{-1}$ (Heavens, 1991).

Tabela 17. Valores obtidos do band gap óptica

Condições dos filmes	<i>Bandgap</i> [eV]
AlN orientado no plano cristalino (002)	4,83
AlN amorfo	4,65

Embora os valores encontrados sejam diferentes dos valores teóricos (6,1 eV), diversos trabalhos coincidem com os valores encontrados neste trabalho (Pelegriani, 2010) (Loughin *et al.*, 1993), as razões desta diferença podem ser devido ao fato de o material fabricado neste trabalho apresentar grande stress residual como notado nos deslocamentos dos picos de difração de raios x ou também o fato dos filmes deste trabalho não serem monocristalinos, pois é conhecido que os filmes depositados por *sputtering* apresentem um menor band gap em comparação com os filmes fabricados utilizando técnica epitaxiais (Bhosale *et al.*, 2012).

CAPÍTULO 6 – Processo de Fabricação e Caracterização óptica dos guias de onda tipo pedestal

Neste capítulo será mostrado o processo de fabricação dos guias de onda tipo pedestal etapa por etapa, assim como os estudos feitos visando a aprimoramento do processo de fabricação dos dispositivos. Em seguida será mostrada também a caracterização óptica dos guias de onda fabricados.

Como explicado no primeiro capítulo, no guia de onda tipo pedestal não é necessário definir as paredes laterais do núcleo utilizando técnicas de corrosão, pois a geometria do núcleo (espessura d) é definida no pedestal da camada anterior (altura h). A Figura 27 apresenta a geometria dos guias fabricados neste trabalho.

Figura 27. Ilustração da geometria dos guias de onda tipo pedestal fabricados neste trabalho.

Fonte: autor

Para a fabricação dos guias foram também utilizados como substrato, lâminas de silício cristalino tipo P, com resistividade 1-10 ohm-cm e orientação (100). Após as lâminas serem cortadas em quadrados com dimensões de 1x1 polegada elas passaram por um procedimento de limpeza química para a eliminação de contaminantes, tal como explicado na tabela 2 do capítulo 5.

As principais etapas do processo de fabricação de guias de onda pedestal são ilustradas na Tabela 18.

Tabela 18. Descrição sucinta do processo de fabricação de guias de onda pedestal

Etapa	Ilustração	Descrição
(a)		Camada inferior
(b)		Camada de mascaramento
(c)		Fotolitografia: Deposição do fotorresiste
(d)		Fotolitografia: Exposição UV
(e)		Remoção seletiva do fotorresiste foto sensibilizado
(f)		Corrosão úmida da camada de mascara
(g)		Corrosão por plasma
(h)		Deposição do núcleo

A seguir explicaremos com mais detalhe cada etapa do processo.

a) Camada de isolamento (Pedestal)

O silício absorve a luz em comprimentos de onda menores que $1,12\ \mu\text{m}$, o que apresenta uma dificuldade na fabricação de guias de onda que operam em comprimentos de onda no visível. Para resolver este problema, foi utilizado um filme relativamente grosso ($\sim 2\ \mu\text{m}$) de SiO_2 entre o núcleo e o substrato, de modo a evitar a absorção de luz por meio do substrato.

Nesta primeira etapa, as lâminas de silício foram oxidadas termicamente a $1200\ ^\circ\text{C}$. A Tabela 19 exhibe os parâmetros utilizados no processo de oxidação do silício.

Tabela 19. Parâmetros do processo de oxidação térmica úmida

Temperatura	1200°C
Tempo	360 min
Ambiente	Vapor $\text{H}_2\text{O} + \text{O}_2$
Espessura obtida	$1,5\ \mu\text{m}$

A Figura 28 ilustra a camada de óxido térmico sobre o silício.

Figura 28. Ilustração da camada de óxido térmico da lâmina de silício.

Fonte: Autor

Todos os guias utilizados neste trabalho passaram pelo mesmo processo de oxidação térmica úmida.

b) Material de mascaramento

A definição das paredes laterais do guia tipo pedestal foi feita mediante a corrosão por plasma do óxido de silício utilizando gases de CHF_3 e O_2 . Para isso foi utilizado o cromo, depositado por sputtering RF, como mascaramento, um material resistente, a tais gases, para permitir a definição da geometria dos guias. Com essa finalidade, utilizou-se um filme de cromo (devido a sua resistência a CHF_3 e O_2) depositado por *sputtering* RF, como pode ser visto na Figura 29.

Figura 29. Deposição do cromo por RF *magnetron sputtering*.

Fonte: Autor

As condições utilizadas para a deposição do cromo são mostradas na Tabela 20.

Tabela 20. Condições de deposição do filme de Cr.

Potência (W)	800
Pressão da câmara (mtorr)	1,5
Fluxo de Ar (sccm)	10
Tempo de deposição (min)	11
Espessura (nm)	150

Os parâmetros de deposição de cromo foram os mesmos para todos os guias envolvidos neste trabalho.

c) Definição Geométrica

Foi usada uma técnica fotolitográfica convencional para a definição do cromo que serviu para definir a geométrica lateral dos guias. Todos os guias de onda fabricados neste trabalho passaram pelo mesmo processo de fotolitografia e utilizaram a mesma máscara mostrada na Figura 30.

Figura 30. Máscara empregada contendo linhas retas e Mach Zender.

Fonte: (Carvalho, 2008)

A máscara mostrada na Figura 30 contém linhas retas com larguras que variam entre 1 e 11 μm (passo de 1 μm), de 12 a 20 μm (passo de 2 μm) e de 20 a 100 μm (passo de 10 μm).

A Figura 31 ilustra o processo de exposição e de revelação do fotorresiste AZ-1518. O AZ-1518 é um fotorresiste positivo em que a região sensibilizada pela luz UV é removida na revelação. Dessa forma, o fotorresiste fica com o mesmo formato do padrão que é fotolitografado.

Figura 31. Fotolitografia de contato utilizando fotorresiste AZ-1518 (2 μ m). A) expondo luz uv no fotorresiste, b) fotorresiste definido após exposição de luz uv.

Fonte: Autor

A Tabela 21 discorre sobre as etapas do processo de aplicação, exposição e revelação do fotorresiste AZ-1518.

Tabela 21. Etapas do processo de deposição, exposição e revelação do fotorresiste AZ-1518.

Etapa	Descrição
Deposição por spin-coating	Aplicação do fotorresiste utilizando <i>spinner</i> com rotação de 3.000 rpm por 30 segundos (~2 μ m).
Pré-bake	20 minutos a 80°C (para evaporação do solvente do fotorresiste).
Exposição	Exposição por 10 segundos de luz UV na alinhadora MJB3 (<i>Karl Suss</i>).
Pós-bake	30 minutos a 100°C no forno para ativar reação nas regiões expostas à luz UV.
Revelação	~ 1 minuto no respectivo revelador.

Depois de definido o fotorresiste, realiza-se a corrosão das regiões de cromo não cobertas pelo fotorresiste usando corrosão úmida em solução de nitrato cérico amoniacal. A Figura 32 mostra o guia depois da corrosão parcial de cromo.

Figura 32. Corrosão úmida do cromo exposto utilizando nitrato cérico amoniacal.

Fonte: Autor

d) Corrosão por plasma (Reactive Ion Etching - RIE)

A geometria do pedestal foi definida mediante a corrosão por plasma utilizando 40 sccm de fluxo para os gases de trifluorometano (CHF_3) e oxigênio (O_2), potência RF de 100W, a 50 mTorr. O tempo de corrosão depende da profundidade do pedestal requerida. Para $1\mu\text{m}$ o tempo de corrosão é de 90 minutos. Na Figura 33 são mostradas as amostras na câmara de corrosão por plasma.

Figura 33. Câmara de corrosão por plasma utilizada neste trabalho.

Fonte: Autor

O processo de corrosão por plasma envolve um processo intermediário em que supondo um processo de corrosão de 90 minutos, as amostras são retiradas da câmara de corrosão e submergidas numa solução de $\text{HNO}_3 + 10\text{H}_2\text{O}$ por 10 segundos cada 35 minutos. Esse processo, conhecido como *dip*, é feito na tentativa de reduzir a rugosidade da superfície.

A Figura 34 exibe a definição das paredes laterais dos guias sobre o filme de SiO_2 depois da corrosão por plasma.

Figura 34. Corrosão por plasma RIE para definir as dimensões laterais dos guias.

Fonte: Autor

Após a corrosão por plasma o cromo é totalmente removido da superfície da lâmina em solução de nitrato cérico amoniacal. Cabe enfatizar que o processo de corrosão por plasma também remove o fotorresiste.

Na Figura 35 a imagem de MEV do pedestal fabricado antes da deposição do núcleo.

Figura 35. Imagem de MEV mostrando o pedestal de SiO_2

Fonte: Autor

e) Deposição do núcleo

O último passo de fabricação dos guias consiste na deposição do nitreto de alumínio sobre a camada de óxido de silício a temperatura ambiente (Figura 36) utilizando a técnica de deposição *sputtering* RF.

Figura 36. Ilustração da etapa de deposição do núcleo dos guias de onda

Fonte: Autor

Para o estudo de influência de espessura do núcleo e da altura do pedestal, empregou-se um alvo de alumínio puro (99,999%) em atmosferas de Ar-N₂, mantendo a relação da mistura gasosa Ar/N₂ estável em 70/30 sccm. A pressão e potência do processo foi mantida em 20 mtorr e 60W para filme amorfo e 5mtorr e 190w para filme orientado no plano cristalino (002) tal, como foi visto no capítulo 5. A ideia é fabricar guias de onda com filmes orientados no plano cristalino (002) e com filmes amorfos, com o intuito de comparar a influência da cristalinidade do núcleo no desempenho dos guias de onda. Na Figura 37 é mostrada uma imagem de MEV de um guia de onda tipo pedestal fabricado neste trabalho.

Figura 37. Imagens de MEV dos guias do tipo pedestal

Fonte: Autor

6.1. Estudo de eliminação de micromasking

A definição do pedestal pode ser feita utilizando corrosão úmida, porém esse tipo de corrosão tem a característica de gerar um pedestal isotrópico, cujo perfil não é desejado na nossa estrutura. Por tal motivo, foi decidido usar corrosão seca utilizando processo por plasma pela técnica de corrosão iônica reativa (RIE). Contudo, neste trabalho, ao utilizar a corrosão por plasma para a definição das paredes do pedestal formam-se microestruturas (de aproximadamente 650nm) em forma de filamentos nas regiões laterais do pedestal (Figura 38).

Figura 38. Imagem de MEV do perfil do pedestal em SiO₂

Fonte: Autor

Estas microestruturas são comumente chamadas de micrograma (*'microgram'* em inglês) e são produto da corrosão por plasma. Isso acontece por um processo conhecido como *'micromasking'* (Zhou, Luo e Cao, 2005).

Sabe-se que os metais são quimicamente inertes aos gases do plasma, mas na câmara de corrosão ocorre um processo de *sputtering*, onde espécies físicas removem o metal (neste caso, o cromo), que depois são redepositadas em outras regiões, protegendo pequenas regiões de óxido de silício de serem corroídos, formando assim as microestruturas na forma de grama. Essas microestruturas não

são desejáveis em nenhum tipo de dispositivo óptico, pois dificultam a reflexão interna nas paredes do guia, impossibilitando o guiamento da luz.

Com o intuito de retirar essas estruturas, decidiu-se realizar alguns testes utilizando diversas técnicas químicas, como:

1. Utilizar como camada de mascaramento fotorresiste (sem cromo).
2. Fazer uma limpeza RCA das lâminas depois da corrosão.
3. Submeter as lâminas a uma corrosão úmida em BOE por 30 segundos.

Estas técnicas são usadas comumente na sala limpa para fazer limpezas de lâminas ou para corroer filmes de óxidos.

- PRIMEIRO TESTE:

No primeiro teste, para evitar o micromascaramento, o cromo foi substituído por uma camada de fotorresiste positivo AZ-1518 (de aproximadamente $2\mu\text{m}$). Utilizando 40 sccm de fluxo para os gases de CHF_3 e O_2 , potência RF de 100W, a 50 mTorr, depois de 15 minutos de corrosão, o fotorresiste para ambos os casos foi corroído totalmente. Sem a possibilidade de definição do pedestal, pois a corrosão por plasma corroeu também parte do óxido de silício. Poder-se-ia optar pela corrosão por plasma sem O_2 (pois o O_2 corrói o fotorresiste), porém seria necessária uma alta potência, o que não é possível, já que o sistema RIE utilizado possui uma potência limite máxima. Portanto o uso de fotorresiste como camada de sacrifício foi descartado.

- SEGUNDO TESTE:

Tomando como base um trabalho de dissertação (Camilo, 2014), que mostrou que, utilizando-se uma solução de $1\text{NH}_4\text{OH} + 1\text{H}_2\text{O}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$ além de se corroer o

cromo restante, também se ataca o óxido suavizando a superfície de SiO_2 , foi decidido utilizar também esse método utilizando os parâmetros mostrados na Tabela 22.

Tabela 22. Parâmetros utilizados para 2 teste de corrosão do micrograma

Solução	$1\text{NH}_4\text{OH} + 1\text{H}_2\text{O}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$
Tempo (min)	90
Temperatura	70°C

Imediatamente depois da corrosão por plasma a amostra foi submergida na solução da Tabela 22. Como mostrado na Figura 39, o teste não mostrou resultados satisfatórios, pois não houve uma diminuição significativa do tamanho da micrograma, sendo que depois da corrosão, o comprimento da micrograma foi de aproximadamente 600nm.

Figura 39. Imagem de MEV do perfil do pedestal em SiO_2

Fonte: Autor

- TERCEIRO TESTE:

É conhecido que a solução de polimento lento de vidro conhecido como BOE (Buffered Oxide Etch), $4\text{HF} + 25\text{NH}_4\text{F}$, corrói o óxido de silício (Williams, Gupta e Wasilik, 2003). Com base nessa premissa, foi utilizada essa solução para um terceiro teste no qual as amostras foram submergidas em solução BOE por 30 segundos a temperatura ambiente sem agitação. Nas imagens seguintes é mostrado o resultado após a corrosão com BOE.

Figura 40. Imagem de MEV do perfil do pedestal em SiO_2 depois de o submeter a uma corrosão úmida em BOE por 20 segundos

Fonte: Autor

O terceiro teste mostrou ser o mais eficiente, pois, como mostrado na Figura 40, o BOE removeu consideravelmente a micrografia da superfície.

Apesar do resultado satisfatório na remoção da micrografia, lamentavelmente, nenhum dispositivo fabricado apresentou guiamento de luz utilizando este teste.

Embora o teste tenha sido repetido diversas vezes, não foram obtidos bons resultados. Não é clara a razão do não guiamento de luz nos guias fabricados utilizando BOE para retirar a micrografia, porém como mostrado na figura seguinte, foi percebido que várias guias depois de utilizar corrosão BOE ficaram destruídas.

Figura 41. Imagem de MEV do perfil do pedestal em SiO_2 depois de submeter a uma corrosão úmida em BOE por 20 segundos

Fonte: Autor

Devido aos resultados insatisfatórios do estudo da remoção da micrografia, foi decidido deixar a micrografia na superfície, porém foram realizados outros estudos, como influência da espessura do núcleo e altura do pedestal, com o intuito de estudar o comportamento da perda de luz.

6.1.1. Estudo da Influência da espessura do núcleo com AlN amorfo

Para este estudo, foram fabricados guias de onda com altura pedestal de $1\mu\text{m}$ e espessura de núcleo de $0,6$; 1 e $1,2\mu\text{m}$, como indicado na Figura 42.

Figura 42. Ilustração da geometria dos guias de onda tipo pedestal fabricados neste trabalho.

Fonte: Autor

O filme utilizado como núcleo foi o AlN amorfo usando a receita estudada no capítulo anterior, mistura gasosa de Ar/N₂ de 70/30 sccm respectivamente, potência 60W e pressão de 20mtorr.

Na Tabela 23 é mostrado a listagem das amostras fabricadas no estudo da influência da espessura do núcleo utilizando nitreto de alumínio de estrutura amorfa.

Tabela 23. Listagem das amostras fabricadas no estudo da influência da espessura do núcleo com AlN amorfo

Amostra	Altura Pedestal (μm)	Espessura Núcleo(μm)
G-1	1	0,6
G-2	1	1
G-3	1	1,2

Na Figura 43 apresentam-se imagens de MEV dos guias de onda com espessura de núcleo de 0,6; 1 e 1,2 μm .

Figura 43. Imagens de MEV de guias de onda de profundidade de pedestal de $1\mu\text{m}$ e espessura de núcleo da amostra a) G-1 ($0,6\mu\text{m}$); b) G-2 ($1\mu\text{m}$); e c) G-3 ($1,2\mu\text{m}$), indicando com uma linha pontuada vermelha a interface pedestal-núcleo.

Fonte: Autor

Na Figura 43 pode ser observado a micrografia ao redor dos guias, mas a micrografia na Figura 43.c (guia com espessura de núcleo de $1,2\mu\text{m}$) é significativamente maior em comparação com a Figura 43.a (correspondente ao guia com espessura de núcleo de $0,6\mu\text{m}$), enquanto que na Figura 43.b (espessura de núcleo de $1\mu\text{m}$), a micrografia está começando a tocar nas paredes laterais do núcleo do guia de onda, só que o núcleo ainda não está em contato com a micrografia.

A Figura 44 expõe as perdas por propagação dos guias G-1 e G-2 de espessura de núcleo de $0,6$ e $1\mu\text{m}$ respectivamente.

Figura 44. Perdas ópticas em dB/cm em função da largura do guia de onda para guias de onda G-1 (com espessura de núcleo de $0,6\ \mu\text{m}$ (Δ)) e G-2 (com espessura de núcleo de $1\ \mu\text{m}$ ($\blacksquare$)) a $\lambda=633\text{nm}$ utilizando núcleo com AIN amorfo. As linhas são só guias para os olhos.

Fonte: Autor

A perda média obtida para guias de onda com larguras superiores a $20\ \mu\text{m}$ foi de aproximadamente $8,51$ e $10,60\ \text{db/cm}$ para os guias de G-1 e G-2 respectivamente.

Não foi possível medir as perdas por propagação dos guias com $1,2\ \mu\text{m}$ (G-3) de espessura de núcleo para nenhum comprimento de onda. Provavelmente devido ao acoplamento entre o núcleo e as estruturas laterais criadas pela junção da camada de nitreto de alumínio e a micrograma, como observado na imagem de MEV da Figura 43. Esta estrutura atua como um pseudo-guia, absorvendo a luz guiada (perda por acoplamento). Atribui-se a este mesmo fenômeno a causa de que a perda por atenuação do guia com espessura de núcleo de $0,6\ \mu\text{m}$ seja menor do que a perda do guia de espessura de $1\ \mu\text{m}$.

A Figura 45 exibe a curva de perda por propagação em $980\ \text{nm}$ do guia de onda G-2.

Figura 45. Perdas ópticas em dB/cm em função da largura do guia de onda para guias de onda G-2 (com espessura de núcleo de $1\mu\text{m}$ (■)) a $\lambda=980\text{nm}$. A linha é só guia para os olhos.

Fonte: Autor

O guia G-3, com espessura de núcleo de $1\mu\text{m}$, em 980nm de comprimento de onda apresentou perda média (para larguras de onda superiores a $20\mu\text{m}$) de $3,98\text{ dB/cm}$. A diminuição da perda em 980 nm pode ser atribuída ao fenômeno de espalhamento Rayleigh, em que quanto maior for o comprimento de onda, mais baixa é a perda de propagação (Miya *et al.*, 1979).

Já a caracterização óptica do guia de onda com espessura de núcleo de $0,6\mu\text{m}$ não foi possível em 980nm , devido ao fato de que não pode ser observada a luz propagando-se pela superfície do guia. Como explicado anteriormente, a técnica utilizada neste trabalho se baseia na luz espalhada propagada na superfície (medida através do campo evanescente). Porém como observado na Figura 46, houve propagação no guia G-1 pois é possível observar uma luminosidade na saída do guia. Além disso, embora não foi possível realizar a caracterização de perdas por propagação de luz no guia G-1, a caracterização por campo próximo foi realizada normalmente como mostrado mais à frente no texto.

Figura 46. Luz se propagando no guia G-1

Fonte: Autor

Atribui-se este resultado à resolução limitada da câmera CCD. Isto também poderia ser uma consequência do elevado contraste de índices de refração entre o núcleo ($n \approx 2$) e o ar ($n \approx 1$), empregado como camada superior. Este elevado contraste melhora o confinamento de luz no centro e diminui o campo evanescente sobre a superfície.

A figura seguinte mostra o perfil de campo próximo do guia G-1 com núcleo de espessura de $0,6 \mu\text{m}$, excitado com lasers de diferentes comprimentos de onda (633nm e 980nm).

Figura 47. Perfis de campo próximo dos guias de onda pedestal G-1 (de 0,6 μm de espessura de núcleo) a 633nm e 980nm.

Fonte: Autor

Pode ser observado, para o comprimento de onda de 633nm, que guias menores de 5 μm aparentemente têm um comportamento monomodo. Entretanto, não se pode afirmar que os guias são de fato monomodo, já que o ângulo de inserção entre a fibra óptica e o guia de onda não foi variado. Se os guias fossem monomodo, não deveria ser observada nenhuma alteração na imagem de campo próximo quando o ângulo de inserção é variado. Devido às limitações experimentais, esta verificação não foi concretizada. Também se comprovou com estes resultados que, efetivamente, o guia excitado a 980nm tem guiamento de luz, já que se conseguiu obter o perfil de campo próximo na saída do guia.

O perfil seguinte de campo próximo é correspondente ao guia G-2, com núcleo de espessura de 1 μm , para 633nm e 980nm.

Figura 48. Perfis de campo próximo dos guias de onda pedestal G-2 (de $1\mu\text{m}$ de espessura de núcleo) excitados com comprimentos de onda de 633nm e 980nm.

Fonte: Autor

A 633nm, a Figura 48 mostra que o guia de onda de espessura de núcleo de $1\mu\text{m}$ tem guiamento multimodo; já o mesmo guia em 980nm para larguras de onda menores de $5\mu\text{m}$ parece ter um comportamento monomodo para guias menores que $4\mu\text{m}$, mas, como dito anteriormente, por limitações experimentais, não foi possível confirmar se efetivamente se trata de guiamento monomodo. É importante ressaltar que devido a não se ter um controle específico de polarização de luz injetada no guia, é difícil apontar qual modo foi excitado.

6.1.2. Estudo da Influência da altura do pedestal com AIN amorfo

Neste estudo, foram fabricados guias de onda com espessura de núcleo de $0,6\mu\text{m}$ e altura pedestal de $0,6; 1$ e $1,2\mu\text{m}$ como indicado na Figura 49.

Figura 49. Ilustração da geometria dos guias de onda tipo pedestal fabricados neste trabalho.

Fonte: Autor

Foi decido utilizar espessura de núcleo de $0,6\mu\text{m}$ por ter sido esta espessura a que apresentou menores perdas por propagação de luz na seção anterior, no estudo da influência da espessura do núcleo. A seguinte tabela mostra a listagem das amostras fabricadas para o estudo da influência da altura do pedestal utilizando AIN amorfo.

Tabela 24. Listagem das amostras fabricadas no estudo da influência da espessura do núcleo com AIN amorfo

Amostra	Altura Pedestal (μm)	Espessura Núcleo(μm)
G-4	0,6	0,6
G-5	1	0,6
G-6	1,2	0,6

Na Figura 50, observam-se as imagens de MEV dos guias fabricados com profundidade de pedestal de 0,6; 1 e $1,2\mu\text{m}$.

Figura 50. Imagem de MEV de guias de onda de espessura de núcleo de $0,6\ \mu\text{m}$ e profundidade de pedestal de a) $0,6\ \mu\text{m}$ (G-4); b) $1\ \mu\text{m}$ (G-5) e c) $1,2\ \mu\text{m}$ (G-6).

Fonte: Autor

Como constatado na Figura 50, todos os guias estão cercados pela micrografia; contudo, pode também ser observado que a micrografia da Figura 50.a - correspondente ao guia com altura do pedestal de $0,6\ \mu\text{m}$ - está mais perto do núcleo do que os outros guias mostrados. As caracterizações ópticas foram feitas por meio de medidas de atenuação para determinar as perdas por propagação dos guias de onda no comprimento de onda de 633nm e 980nm . Para a caracterização da atenuação dos guias, foi também utilizada a técnica de vista superior.

Na Figura 51 mostram-se as perdas ópticas para 633nm para cada guia com diferente altura de pedestal.

Figura 51. Perdas ópticas em dB/cm em função da largura do guia de onda para guias de onda G-4 (de 0,6 μ m (■)); G-5 (1 μ m (○)) e G-6 (1,2 μ m (Δ)) a λ = 633nm.

Fonte: Autor

A perda média obtida para guias de onda com larguras superiores a 20 μ m e com altura de pedestal de 0,6; 1 e 1,2 μ m foi 10,43; 8,95 e 7,54 db/cm respectivamente.

A menor perda foi para a altura de pedestal de 1,2 μ m, pode ser devido a que o núcleo deste guia se encontra mais afastado da micrografia que nos outros guias, evitando assim a perda por acoplamento, tal como explicado anteriormente.

Não foi possível realizar a caracterização por perdas ópticas para o comprimento de onda de 980nm, já que a bancada utilizada para a caracterização apresentou algumas falhas.

6.1.3. Estudo da Influência da espessura do núcleo com AlN orientado no plano cristalino (002).

Do estudo da influência da altura do pedestal com AlN amorfo foi obtido a menor perda por propagação de luz para a altura de pedestal de 1,2 μm , por tal motivo essa altura de pedestal será utilizada para este estudo.

Para o estudo da influência da espessura do núcleo utilizando AlN orientado no plano cristalino (002) foram fabricados guias de onda com altura pedestal de 1 μm e espessura de núcleo de 0,3; 0,6 e 1,2 μm . A seguinte tabela mostra a listagem dos guias fabricados para este estudo.

Tabela 25. Listagem das amostras fabricadas no estudo da influência da espessura do núcleo com AlN amorfo

Amostra	Altura Pedestal (μm)	Espessura Núcleo(μm)
G-7	1,2	0,3
G-8	1,2	0,6
G-9	1,2	1,2

Para os guias G-7, com espessura de 0,3 μm de núcleo, não foi possível a caracterização óptica, muito provavelmente por causa da dificuldade na inserção da fibra óptica de injeção.

Devido a alguns problemas técnicos com o laser de 633nm, só foi possível realizar a caracterização no comprimento de onda de 547 nm. A seguinte figura mostra o resultado da perda por propagação no guia G-8.

Figura 52. Perdas ópticas em dB/cm em função da largura do guia de onda para guias de onda G-8, com espessura de núcleo de 0,6 μm , (Δ) a $\lambda=547\text{nm}$. As linhas são só guias para os olhos.

Fonte: Autor

As perdas de propagação para larguras de guia de onda maior que 20 μm foram de aproximadamente 15,78 dB/cm a 547 nm.

O aumento das perdas de propagação para as larguras de guia de ondas menores que 20 μm pode ser atribuído ao fato de que à medida que as larguras das guias de onda diminuem, maior a influência da perda devido à espalhamento nas paredes laterais, como demonstrado em trabalhos anteriores (Carvalho e Alayo, 2008).

A análise morfológica do guia de onda é mostrada na Figura 53, na qual se pode observar uma considerável rugosidade superficial. A rugosidade superficial é causada por um crescimento em forma de coluna, típico de um filme AlN orientado no plano cristalino (002) (Liu *et al.*, 2005).

Figura 53. Imagens de microscopia eletrônica de varredura de guias de pedestal AIN orientadas a 002 com espessura de núcleo de 0,6 μ m em (a) vista frontal e (b) vista superior.

Fonte: Autor

O núcleo do guia de onda desempenha um papel essencial no confinamento de luz; portanto, o guia de onda do núcleo com filme de AIN orientada no plano cristalino (002) é susceptível de apresentar grandes contornos de grãos (como mostrado no capítulo anterior) – tamanho do cristalito aproximadamente 320 nm – que é uma das principais causas de perda de propagação por difusão devido a defeitos estruturais (Wu *et al.*, 2007). É sabido que a magnitude dessa perda está relacionada ao número de reflexões que ocorrem na propagação da luz dentro do núcleo (Pearce *et al.*, 2010).

Para os guias de onda G-9 (espessura de núcleo 1,2 μ m) de espessura de núcleo. Fizeram-se caracterizações dos guias fabricados a 547nm, porém os guias só mostraram espalhamento na entrada do guia, perdendo quase imediatamente toda a luz a poucos milímetros do comprimento do guia de onda, o mesmo aconteceu em 980nm. A alta perda por propagação de luz nos guias pode ser devido à altura da micrografia do lado do núcleo ou à estrutura colunar do material (AIN), como mostrado na figura seguinte.

Figura 54. Imagem de microscopia eletrônica de varredura do guia G-9 (com espessura de núcleo de 1,2 μm) em vista superior.

Fonte: Autor

A Figura 55 exibe a curva de perda por propagação em 980 nm do guia de onda G-8.

Figura 55. Perdas ópticas em dB/cm em função da largura do guia de onda para guias de onda G-8 a $\lambda=980\text{nm}$. A linha é só guia para os olhos.

Fonte: Autor

As perdas de propagação para larguras de guia de onda maior que 20 μm foram de aproximadamente 11,92 dB/cm a 980 nm. A diminuição da perda em 980 nm, como explicado anteriormente, pode ser atribuída ao fenômeno de espalhamento Rayleigh, pois a perda tende a ser mais baixa para comprimento de onda maiores (Miya *et al.*, 1979).

CAPÍTULO 7 – Conclusões Finais

Neste trabalho filmes de nitreto de alumínio foram produzidos, caracterizados e comparados utilizando-se técnicas de Raios X, FTIR e UV-VIS, elipsometria e perfilometria.

Os resultados apresentados no estudo da estrutura cristalina do nitreto de alumínio mostraram que as amostras produzidas utilizando mistura gasosa Ar/N₂ de 70/30 sccm, potência 190W e pressão de 5mTorr apresentaram orientação preferencial no plano cristalino (002), pois ao trabalhar com alta potência e pressões baixas se aumenta a energia aplicada ao sistema e por tanto ao filme, durante a deposição.

Baseado nas análises que foram feitas foi constatado que quando se trabalha com pressão total alta e potência baixa, diminui-se o livre caminho médio das espécies, aumentando assim a probabilidade do espalhamento, provocando a diminuição da energia do sistema, como ocorrido com as amostras produzidas utilizando mistura gasosa Ar/N₂ de 70/30 sccm, potência de 60W e pressão de 20mtorr, que se apresentaram com estrutura amorfa.

Os resultados também mostraram a influência da cristalinidade do filme no valor do índice de refração, pois obtiveram-se valores maiores para filmes orientados no plano (002), do que para filmes amorfos.

Foi mostrado também que a cristalinidade do filme é proporcional ao tamanho de grão, ou seja, quanto mais cristalino o material maior o grão, ou quanto menos cristalino o material menor o tamanho do cristalito (como no caso dos filmes de AlN amorfos), coincidindo com descrito na literatura.

Foi observado que se utilizando nitreto de alumínio com orientação preferencial no plano cristalino (002), se dificulta o correto guiamento de luz no guia de onda pedestal. Isso precisa ser melhor estudado para poder afirmar que de fato a orientação cristalográfica influencia no correto guiamento, pois, como observado nas imagens de MEV apresentadas no trabalho, o tamanho da micrografia chega a ficar bem perto do núcleo, o que pode estar originando grandes perdas por acoplamento.

O estudo da influência da altura do pedestal sugere que para obter um guia de onda com perdas menores, o núcleo precisa estar afastado da micrografia gerada pela corrosão por plasma.

O estudo da influência da espessura do núcleo no guia de onda tipo pedestal foi realizado mediante medidas de perdas ópticas. Resultou que a espessura de núcleo que produz menos perda por atenuação foi de 0,6 μm , tanto no caso de utilizar núcleo de AlN orientado no plano cristalino (002) quanto no AlN de estrutura amorfa.

O nitreto de alumínio é um material promissor com boas características para aplicações opto-mecânicas e opto-elétricas.

Sugestões para trabalhos futuros

Sugere-se fabricar sensores com guia de núcleo de AlN, nos quais deve ser melhorada a rugosidade das faces. Seria também interessante utilizar guias convencionais e comparar os resultados das caracterizações com os deste trabalho.

É também sugerida a fabricação de guias de onda pedestal utilizando AlN como núcleo e depositando uma camada de revestimento de SiO_2 com o objetivo de diminuir as perdas por propagação.

Um dos trabalhos que ainda poderiam ser realizados como continuidade deste trabalho seria um estudo mais aprofundado com relação ao efeito eletro-óptico do AlN assim como também o estudo e o desenvolvimento de dispositivos ópticos ativos baseados em guias de onda pedestal explorando o efeito eletro-óptico do AlN.

TRABALHOS PUBLICADOS AO LONGO DO DOUTORADO

Artigos completos publicados em periódicos

1. JORGE, K. C. ; **ALVARADO, M.** ; Melo, E. G. ; Carreño, M. N. P. ; Alayo, M. I. ; Wetter, N. U. . Directional random laser source consisting of a HC-ARROW reservoir connected to channels for spectroscopic analysis in microfluidic devices. Applied Optics, v. 55, p. 5393-5398, 2016.
2. Melo, E. G. ; Carvalho, D. O. ; FERLAUTO, A. S. ; **ALVARADO, M.** ; Carreño, M. N. P. ; Alayo, M. I. . Oxide-cladding aluminum nitride photonic crystal slab: Design and investigation of material dispersion and fabrication induced disorder. Journal of Applied Physics **JCR**, v. 119, p. 023107-023107-8, 2016.
3. **Alvarado, M.A.**; PELEGRINI, M.V. ; PEREYRA, I. ; ASSUMPÇÃO, T.A.A. DE ; KASSAB, L.R.P. ; ALAYO, M.I. . Fabrication and characterization of aluminum nitride pedestal-type optical waveguide ¹. Canadian Journal of Physics (Print) **JCR**, v. -, p. 1-4, 2014.
4. PELEGRINI, M.V. ; **Alvarado, M.A.** ; ALAYO, M.I. ; PEREYRA, I. . Deposition and characterization of AlN thin films obtained by rf reactive magnetron sputtering. Canadian Journal of Physics (Print) **JCR**, v. -, p. 140117144010006, 2014.
5. DE ASSUMPÇÃO, T.A.A. ; **Alvarado, M.A.** ; ALAYO, M.I. ; KASSAB, L.R.P. . Production and characterization of Tm ³⁺ /Yb ³⁺ codoped pedestal-type PbO-GeO ₂ waveguides ¹. Canadian Journal of Physics (Print) **JCR**, v. -, p. 1-5, 2014.

Trabalhos completos publicados em anais de congressos

6. GHIEL, J. M. ; BUTZBACH, F. ; JORGE, K. C. ; **ALVARADO, M. A.** ; CARRENO, M. N. P. ; ALAYO, M. I. ; WETTER, N. U. . Random lasers for lab-on-chip applications. In: SPIE Photonics Europe, 2016, Brussels. v. 9893. p. 989314.
7. **ALVARADO, M. A.**; ALAYO, M. I. . Pedestal height influence on AlN pedestal-type optical waveguides. In: 2014 IEEE 9th IberoAmerican Congress on

Sensors (IBERSENSOR), 2014, Bogota. 2014 IEEE 9th IberoAmerican Congress on Sensors, 2014. p. 1.

8. MELO, E. G. ; ABE, I. Y. ; **ALVARADO, M. A.** ; CARRENO, M. N. P. ; ALAYO, M. I.. Design, simulation and fabrication of a hollow core ARROW waveguide in glass substrate for optofluidic applications. In: 2014 International Caribbean Conference on Devices, Circuits and Systems (ICCDACS), 2014, Playa del Carmen. 2014 International Caribbean Conference on Devices, Circuits and Systems (ICCDACS), 2014. p. 1.
9. **Maria Armas Alvarado**; Daniel O. Carvalho; Ines Pereyra and Marco Alayo Chávez. INFLUENCE OF ALN CRYSTALLINITY ON SAP WAVEGUIDES. In: Latin America Optics and Photonics Conference, (Optical Society of America, 2016), paper LTu4A.28.

Apresentações de Trabalho

10. **Alvarado, M.A.**; CHAVEZ, M. I. A. . Based Aluminum Nitride Optical Waveguide: Fabrication and Characterization. 2014. (Apresentação de Trabalho/Comunicação).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ADACHI, S. *et al.* **Properties of aluminium gallium arsenide**. [s.l.] IEE, INSPEC, 1993.
- AGRAWAL, G. P. **Nonlinear Science at the Dawn of the 21st Century**. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2000. v. 542
- ALAYO, M. I. *et al.* Deposition and characterization of silicon oxynitride for integrated optical applications. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 338–340, p. 76–80, jun. 2004.
- ALIYU, M. M. *et al.* Influence of RF Power in the Growth of Aluminium Zinc Oxide (AZO) Thin Films by RF Sputtering. **Advanced Materials Research**, v. 925, p. 295–299, abr. 2014.
- APARICIO, F. J. *et al.* Silicon oxynitride waveguides as evanescent-field-based fluorescent biosensors. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 47, n. 40, p. 405401, 8 out. 2014.
- ARMAS ALVARADO, M. E. **Estudo da aplicabilidade do polipirrol no desenvolvimento de um sensor óptico de umidade**. São Paulo: Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da Universidade de São Paulo, 27 jun. 2012.
- ASSUMPÇÃO, T. A. A. DE *et al.* Production and characterization of Tm³⁺/Yb³⁺ codoped waveguides based on PbO–GeO₂ thin films. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 586, p. S368–S372, fev. 2014.
- AZZAM, R. M. A.; BASHARA, N. M. **Ellipsometry and polarized light**. [s.l.] North-Holland Pub. Co., 1977.
- B. E. WARREN. **X-Ray Diffraction**. [s.l.] Courier Corporation, 1969.
- BABA, T.; KOKUBUN, Y. Dispersion and radiation loss characteristics of antiresonant reflecting optical waveguides-numerical results and analytical expressions. **IEEE Journal of Quantum Electronics**, v. 28, n. 7, p. 1689–1700, jul. 1992.
- BAKER, C. *et al.* Critical optical coupling between a GaAs disk and a nanowaveguide suspended on the chip. **Citation: Applied Physics Letters J. Vac. Sci. Technol. B**, v. 99, n. 21, p. 151117–2888, 2011.
- BASS, M.; LI, G.; STRYLAND, E. W. VAN. **Handbook of optics. Volume IV, Optical properties of materials, nonlinear optics, quantum optics**. [s.l.] McGraw-Hill, 2010.
- BHOSALE, J. *et al.* Temperature dependence of band gaps in semiconductors: Electron-phonon interaction. **Physical Review B**, v. 86, n. 19, p. 195208, 26 nov. 2012.
- BROWN, P. D. *et al.* Structural characterisation of Al grown on group III-nitride layers and sapphire by molecular beam epitaxy. **Journal of Crystal Growth**, v. 234, n. 2–3,

p. 384–390, jan. 2002.

CAMILO, M. E. **Produção de Interferômetros Mach-Zehnder utilizando guias de onda do tipo pedestal e filmes finos de $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-WO}_3\text{-TeO}_2$ para aplicações em sensores ópticos integrados.** São Paulo: Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da Universidade de São Paulo, 6 jun. 2014.

CARVALHO, D. O.; ALAYO, M. I. a-SiC:H anti-resonant layer ARROW waveguides. **Journal of Optics A: Pure and Applied Optics**, v. 10, n. 10, p. 104002, 2008.

CARVALHO, D. O. DE. **Estudo e desenvolvimento de guias de onda ARROW, com camadas anti-ressonantes de a-SiC:H e TiO_x , para aplicação em dispositivos de óptica integrada.** São Paulo: Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da Universidade de São Paulo, 30 abr. 2008.

_____. **Desenvolvimento de processos de fabricação de dispositivos óptico integrados em tecnologia de silício para aplicação em sensoramento.** São Paulo: Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da Universidade de São Paulo, 15 fev. 2012.

CHAUDHURI, J. *et al.* Thermal oxidation of single crystalline aluminum nitride. **Materials Characterization**, v. 58, n. 8–9, p. 672–679, ago. 2007.

CHEN, L. *et al.* Hybrid silicon and lithium niobate electro-optical ring modulator. **Optica**, v. 1, n. 2, p. 112, 20 ago. 2014.

CHEN, L.; WOOD, M. G.; REANO, R. M. 12.5 pm/V hybrid silicon and lithium niobate optical microring resonator with integrated electrodes. **Optics express**, v. 21, n. 22, p. 27003–10, 4 nov. 2013.

CHENG, J. *et al.* Single polarization transmission in pedestal-supported silicon waveguides. **Optics letters**, v. 36, n. 10, p. 1797–1799, 2011.

CHIU, K.-H. *et al.* Deposition and characterization of reactive magnetron sputtered aluminum nitride thin films for film bulk acoustic wave resonator. **Thin Solid Films**, v. 515, n. 11, p. 4819–4825, abr. 2007.

CHOO, S. J. *et al.* An integrated Mach–Zehnder interferometric biosensor with a silicon oxynitride waveguide by plasma-enhanced chemical vapor deposition. **Current Applied Physics**, v. 14, n. 7, p. 954–959, jul. 2014.

CHOUDHURY, P. K.; SINGH, O. N. **Frontiers in optical technology : materials and devices.** [s.l.] Nova Science Publishers, 2006.

CHUN, J.-S. *et al.* Synchrotron x-ray diffraction and transmission electron microscopy studies of interfacial reaction paths and kinetics during annealing of fully-002-textured Al/TiN bilayers. **Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films**, v. 19, n. 1, p. 182–191, jan. 2001.

CORNEJO MONROY, D. *et al.* Effects of deposition parameters on the optical and microstructural characteristics of sputtered deposited nanocrystalline ZnO thin films. **Revista Mexicana de Física Supplement, Vol. 53, No. 5, p.23-28**, v. 53, n. 5, p. 23–28, 2007.

- CULLITY, B. D. (BERNARD D. **Elements of x-ray diffraction**. [s.l.] Addison-Wesley Publishing Company, Inc, 1978.
- CUNHA JUNIOR, R. M. Otimização das propriedades estruturais de filmes de nitreto de alumínio visando sua aplicação como material piezoelétrico. 2016.
- DALDOSSO, N. *et al.* Comparison Among Various Si₃N₄ Waveguide Geometries Grown Within a CMOS Fabrication Pilot Line. v. 22, n. 7, p. 1734–1740, 2004.
- DAVIS, R. F. III-V nitrides for electronic and optoelectronic applications. **Proceedings of the IEEE**, v. 79, n. 5, p. 702–712, maio 1991.
- DING, L. *et al.* Wavelength-sized GaAs optomechanical resonators with gigahertz frequency. **Applied Physics Letters**, v. 98, n. 11, p. 113108, 14 mar. 2011.
- DUVAL, D. *et al.* Grating couplers integrated on Mach-Zehnder interferometric biosensors operating in the visible range. **IEEE Photonics Journal**, v. 5, n. 2, p. 3700108–3700108, abr. 2013.
- EJECKAM, F. E. *et al.* High-performance InGaAs photodetectors on Si and GaAs substrates. **Applied Physics Letters**, v. 67, n. 26, p. 3936, 25 dez. 1995.
- FAN, X. *et al.* Sensitive optical biosensors for unlabeled targets: A review. **Analytica Chimica Acta**, v. 620, n. 1–2, p. 8–26, 14 jul. 2008.
- FAVERO, I. Optomechanics: The stress of light cools vibration. **Nature Physics**, v. 8, n. 3, p. 180–181, 22 jan. 2012.
- FITZPATRICK, M. E. *et al.* Measurement Good Practice Guide No. 52 Determination of Residual Stresses by X-ray Diffraction – Issue 2. [s.d.].
- FRANCO JÚNIOR, A.; SHANAFIELD, D. J. Thermal conductivity of polycrystalline aluminum nitride (AlN) ceramics. **Cerâmica**, v. 50, n. 315, p. 247–253, set. 2004.
- FRANSSILA, S. **Introduction to microfabrication**. [s.l.] John Wiley & Sons, 2010.
- FREUND, L. B.; SURESH, S. **Thin Film Materials**. Cambridge: Cambridge University Press, 2004.
- GAFFNEY, J. S. *et al.* Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy. In: **Characterization of Materials**. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2012. .
- GALCA, A. C. *et al.* Structural and optical properties of c-axis oriented aluminum nitride thin films prepared at low temperature by reactive radio-frequency magnetron sputtering. **Thin Solid Films**, v. 524, p. 328–333, 2012.
- GAO, L.; LEMARCHAND, F.; LEQUIME, M. Refractive index determination of SiO₂ layer in the UV/Vis/NIR range: spectrophotometric reverse engineering on single and bi-layer designs. **Journal of the European Optical Society: Rapid Publications**, v. 8, p. 13010, 31 jan. 2013.
- GEUZE BROEK, D. *et al.* Photonic Integrated Circuits for visible light and near infrared: Controlling transport and properties of light. **Sensors and Actuators B: Chemical**, v. 223, p. 952–956, fev. 2016.

GHOSH, S.; DOERR, C. R.; PIAZZA, G. Aluminum nitride grating couplers. **Applied optics**, v. 51, n. 17, p. 3763–7, 10 jun. 2012.

GHOSH, S.; PIAZZA, G. Photonic microdisk resonators in aluminum nitride. **Journal of Applied Physics**, v. 113, n. 1, p. 16101, 2013.

GOERICKE, F. T. *et al.* **High temperature compatible aluminum nitride resonating strain sensor** 2011 16th International Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference. **Anais...IEEE**, jun. 2011Disponível em: <<http://ieeexplore.ieee.org/lpdocs/epic03/wrapper.htm?arnumber=5969198>>. Acesso em: 6 maio. 2014

GRÄUPNER, P. *et al.* Electro-optical effect in aluminum nitride waveguides. **Journal of Applied Physics**, v. 71, n. 9, p. 4136–4139, maio 1992.

GREEN, M. A.; KEEVERS, M. J. Optical properties of intrinsic silicon at 300 K. **Progress in Photovoltaics: Research and Applications**, v. 3, n. 3, p. 189–192, 1995.

GUARINO, A. *et al.* Electro-optically tunable microring resonators in lithium niobate. 16 maio 2007.

GUO, Q. X. *et al.* Microscopic investigations of aluminum nitride thin films grown by low-temperature reactive sputtering. **Thin Solid Films**, v. 483, n. 1, p. 16–20, 2005.

HEAVENS, O. S. **Optical properties of thin solid films**. [s.l.] Dover Publications, 1991.

HUANG, C.-L.; TAY, K.-W.; WU, L. Aluminum nitride films deposited under various sputtering parameters on molybdenum electrodes. **Solid-State Electronics**, v. 49, n. 2, p. 219–225, fev. 2005.

HUI, R. *et al.* GaN-based waveguide devices for long-wavelength optical communications. **Applied Physics Letters**, v. 82, n. 9, p. 1326, 25 fev. 2003.

HUNSPERGER, R. G. **Integrated Optics**. New York, NY: Springer New York, 2009.

IIZUKA, N. *et al.* Integration of GaN/AlN all-optical switch with SiN/AlN waveguide utilizing spot-size conversion. **Optics express**, v. 17, n. 25, p. 23247–53, 7 dez. 2009.

IRIARTE, G. F.; RODRÍGUEZ, J. G.; CALLE, F. Synthesis of c-axis oriented AlN thin films on different substrates: A review. **Materials Research Bulletin**, v. 45, n. 9, p. 1039–1045, 2010.

IWATA, S. *et al.* Growth and optical properties of AlN homoepitaxial layers grown by ammonia-source molecular beam epitaxy. **Journal of Crystal Growth**, v. 301–302, p. 461–464, abr. 2007.

JAGANNADHAM, K. Structural characteristics of AlN films deposited by pulsed laser deposition and reactive magnetron sputtering: A comparative study. **Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films**, v. 16, n. 5, p. 2804, 1 set. 1998.

JENNINGS, B. D. *et al.* Characterisation of multi-mode propagation in silicon nitride slab waveguides. **Journal of Optics**, v. 19, n. 1, p. 15604, 1 jan. 2017.

JESPER *et al.* **Ellipsometry**. [s.l.: s.n.].

JOO, H. . *et al.* The optical and structural properties of AlN thin films characterized by spectroscopic ellipsometry. **Thin Solid Films**, v. 368, n. 1, p. 67–73, jun. 2000.

KAR, J. P.; BOSE, G.; TULI, S. Influence of rapid thermal annealing on morphological and electrical properties of RF sputtered AlN films. **Materials Science in Semiconductor Processing**, v. 8, n. 6, p. 646–651, jan. 2005.

KEIL, R. *et al.* Hybrid waveguide-bulk multi-path interferometer with switchable amplitude and phase. **APL Photonics**, v. 1, n. 8, p. 81302, nov. 2016.

KEMPEN, L. U.; KUNZ, R. E. Replicated Mach-Zehnder interferometers with focusing grating couplers for sensing applications. **Sensors and Actuators B: Chemical**, v. 39, n. 1–3, p. 295–299, mar. 1997.

KERN, W. **Handbook of Semiconductor Wafer Cleaning Technology: Science, Technology, and Applications**. New Jersey: Noyes Publications, 1993.

KIM, S.-G.; PRIYA, S.; KANNO, I. **Piezoelectric MEMS for energy harvesting** Cambridge University Press (Materials Research Society), , 1 nov. 2012. Disponível em: <<http://dspace.mit.edu/handle/1721.1/75255>>. Acesso em: 6 maio. 2014

KUMARI, N.; SINGH, A. K.; BARHAI, P. K. Study of Properties of AlN Thin Films Deposited by Reactive Magnetron Sputtering. **Int. J. Thin Fil. Sci. Tec**, v. 3, n. 2, p. 43–49, 2014.

LANGFORD, J. I.; WILSON, A. J. C. Scherrer after sixty years: A survey and some new results in the determination of crystallite size. **Journal of Applied Crystallography**, v. 11, n. 2, p. 102–113, 1 abr. 1978.

LARCIPRETE, M. C. *et al.* Blue second harmonic generation from aluminum nitride films deposited onto silicon by sputtering technique. **Journal of Applied Physics**, v. 100, n. 2, p. 23507, 15 jul. 2006.

LAWRENCE, M. Lithium niobate integrated optics. **Reports on Progress in Physics**, v. 56, n. 3, p. 363–429, 1 mar. 1993.

LE, M.-T. *et al.* Effect of Sputtering Power on the Nucleation and Growth of Cu Films Deposited by Magnetron Sputtering. **MATERIALS TRANSACTIONS**, v. 51, n. 1, p. 116–120, 2010.

LI, X. *et al.* Monolithically integrated long wavelength photoreceiver OEIC based on InP/InGaAs HBT technology. **Frontiers of Optoelectronics in China**, v. 1, n. 3–4, p. 336–340, 5 fev. 2009.

LI, Y. *et al.* Ultrafast all-optical switching with low saturation energy via intersubband transitions in GaN/AlN quantum-well waveguides. **Optics Express**, v. 15, n. 26, p. 17922, 2007.

LIANG, D.; BOWERS, J. E. Photonic integration: Si or InP substrates? **Electronics Letters**, v. 45, n. 12, p. 578, 2009.

LITTLE, B. E. *et al.* Pedestal antiresonant reflecting waveguides for robust coupling to microsphere resonators and for microphotonic circuits. **Optics letters**, v. 25, n. 1, p. 73–5, 1 jan. 2000.

LIU, Q. *et al.* Highly sensitive Mach–Zehnder interferometer biosensor based on silicon nitride slot waveguide. **Sensors and Actuators B: Chemical**, v. 188, p. 681–688, nov. 2013.

LIU, W.-J. *et al.* Microstructural evolution and formation of highly c-axis-oriented aluminum nitride films by reactively magnetron sputtering deposition. **Journal of Crystal Growth**, v. 276, n. 3–4, p. 525–533, 1 abr. 2005.

LOUGHIN, S. *et al.* Electronic structure of aluminum nitride: Theory and experiment. v. 63, 1993.

LUENG, C. M. *et al.* Piezoelectric coefficient of aluminum nitride and gallium nitride. **Journal of Applied Physics**, v. 88, n. 9, 2000.

LUNT, E. J. *et al.* <title>Hollow ARROW waveguides on self-aligned pedestals for high-sensitivity optical sensing</title>. v. 7591, p. 759109-759109–11, 11 fev. 2010.

LUNT, E. J. *et al.* Hollow ARROW Waveguides on Self-Aligned Pedestals for Improved Geometry and Transmission. **IEEE photonics technology letters : a publication of the IEEE Laser and Electro-optics Society**, v. 22, n. 15, p. 1147–1149, 12 jul. 2010.

M. CHÁVEZ. **ESTUDO E OTIMIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES ESTRUTURAIS, ÓPTICAS E ELÉTRICAS DE PELÍCULAS DE SiO₂ x N₂ y DEPOSITADAS POR PECVD PARA APLICAÇÕES EM DISPOSITIVOS MOS, MICROESTRUTURAS E GUIAS DE ONDA.** [s.l: s.n.].

M. GARCÍA-MÉNDEZ, S. MORALES-RODRÍGUEZ, R. M. AND W. D. L. C. Controlled Growth of C-Oriented AlN Thin Films : Experimental Deposition and Characterization. 2011.

MATSUMOTO, T.; KIUCHI, M. Zinc-blende aluminum nitride formation using low-energy ion beam assisted deposition. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms**, v. 242, n. 1–2, p. 424–426, jan. 2006.

METEV, S. M.; VEIKO, V. P. **Laser-Assisted Microtechnology**. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1998. v. 19

MILLER, S. E. Integrated Optics: An Introduction. **Bell System Technical Journal**, v. 48, n. 7, p. 2059–2069, 29 set. 1969.

MINA, A. M. *et al.* Development and fabrication of an optimized thermo-electro-optic device using a Mach–Zehnder interferometer. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 354, n. 19–25, p. 2565–2570, maio 2008.

MIYA, T. *et al.* Ultimate low-loss single-mode fibre at 1.55 μm . **Electronics Letters**,

v. 15, n. 4, p. 106, 1979.

OKAMOTO, K. **Fundamentals of optical waveguides**. San Diego, United States: Elsevier Science Publishing Co Inc, 2000.

OLIVARES, J. *et al.* Combined assessment of piezoelectric AlN films using X-ray diffraction, infrared absorption and atomic force microscopy. **Diamond and Related Materials**, v. 16, n. 4–7, p. 1421–1424, abr. 2007.

PAISLEY, M. J.; DAVIS, R. F. Molecular beam epitaxy of nitride thin films. **Journal of Crystal Growth**, v. 127, n. 1–4, p. 136–142, fev. 1993.

PALIK, E. D. **Handbook of optical constants of solids**. [s.l.] Academic Press, 1985.

PEARCE, S. J. *et al.* Structural and optical properties of yttrium oxide thin films for planar waveguiding applications. **Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films**, v. 28, n. 6, p. 1388, 2010.

PELEGRINI, M. V. Estudo de materiais piezoelétricos da família III-V obtidos por sputtering reativo visando sua aplicação em sensores e MEMS. 2010.

PELEGRINI, M. V. *et al.* Deposition and characterization of AlN thin films obtained by radio frequency reactive magnetron sputtering 1. **Canadian Journal of Physics**, p. 1–3, 17 jan. 2014.

PELEGRINI, M. V.; PEREYRA, I. Characterization of AlN films deposited by r.f. reactive sputtering aiming MEMS applications. **Physica Status Solidi (C)**, v. 843, n. 3, p. NA-NA, 23 fev. 2010.

PEREYRA, I.; ALAYO, M. I. High quality low temperature DPECVD silicon dioxide. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 212, n. 2–3, p. 225–231, jun. 1997.

PERKAMPUS, H.-H. **UV-VIS Spectroscopy and Its Applications**. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1992.

PERNICE, W. H. P. *et al.* High-Q aluminum nitride photonic crystal nanobeam cavities. **Applied Physics Letters**, v. 100, n. 9, p. 91105, 29 fev. 2012.

PRIETO, F. *et al.* An integrated optical interferometric nanodevice based on silicon technology for biosensor applications. **Nanotechnology**, v. 14, n. 8, p. 907–912, 1 ago. 2003.

REICHL, H. (ED.). **Micro System Technologies 90**. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1990.

REIMER, L. **Scanning Electron Microscopy**. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1998. v. 45

SANZ-HERVÁS, A. *et al.* Influence of crystal properties on the absorption IR spectra of polycrystalline AlN thin films. **Diamond and Related Materials**, v. 12, n. 3–7, p. 1186–1189, mar. 2003.

SATO, A. *et al.* Characterization of AlN:Mn thin film phosphors prepared by

metalorganic chemical vapor deposition. **Journal of Crystal Growth**, v. 298, p. 379–382, jan. 2007.

SHARMA, G. *et al.* Fabrication and characterization of a shear mode AlN solidly mounted resonator-silicone microfluidic system for in-liquid sensor applications. **Sensors and Actuators A: Physical**, v. 159, n. 1, p. 111–116, abr. 2010.

SHOKHOVETS, S. *et al.* Determination of the anisotropic dielectric function for wurtzite AlN and GaN by spectroscopic ellipsometry. **Journal of Applied Physics**, v. 94, n. 1, p. 307–312, jul. 2003.

SIDIROPOULOS, T. P. H. *et al.* Compact Optical Antenna Coupler for Silicon Photonics Characterized by Third-Harmonic Generation. **ACS Photonics**, v. 1, n. 10, p. 912–916, 15 out. 2014.

SILVA, D. M. DA. **Fabricação e caracterização de guias de onda baseadas em filmes finos e vidros de óxido de metal pesado dopados com Er³⁺ e Yb³⁺ e contendo nanopartículas metálicas para aplicações em dispositivos fotônicos.** São Paulo: Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da Universidade de São Paulo, 26 nov. 2012.

SOUZA, D. C. P. DE. **Estudo da morfologia e estrutura de filmes de oxinitreto de silício (SiO_xN_y) obtidos pela técnica de PECVD.** São Paulo: Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da Universidade de São Paulo, 31 jul. 2007.

STAN, G. E. *et al.* TILT c AXIS CRYSTALLITE GROWTH OF ALUMINIUM NITRIDE FILMS BY REACTIVE RF-MAGNETRON SPUTTERING. **Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures**, v. 7, n. 1, p. 41–50, [s.d.].

STEGMAIER, M. *et al.* Aluminum nitride nanophotonic circuits operating at ultraviolet wavelengths. **Applied Physics Letters**, v. 104, n. 9, p. 91108, 3 mar. 2014.

STUART, B. H. **Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications.** Chichester, UK: John Wiley & Sons, Ltd, 2004.

SURYANARAYANA, C.; NORTON, M. G. **X-Ray diffraction : a practical approach.** [s.l: s.n.].

TAKATO, N. *et al.* Silica-based integrated optic Mach-Zehnder multi/demultiplexer family with channel spacing of 0.01-250 nm. **IEEE Journal on Selected Areas in Communications**, v. 8, n. 6, p. 1120–1127, 1990.

TANIYASU, Y.; KASU, M. Improved emission efficiency of 210-nm deep-ultraviolet aluminum nitride light-emitting diode. **NTT Technical Review**, 2010.

TAYLOR, J. R. Guided Wave Nonlinear Optics. **Journal of Modern Optics**, v. 40, n. 6, p. 1191–1192, jun. 1993.

TENCOR. **D500/D600 User Manual.** [s.l: s.n.].

TONG, X. C. **Advanced materials for integrated optical waveguides.** [s.l: s.n.].

UCHIDA, H. *et al.* Structural and chemical characteristics of (Ti,Al)N films prepared by ion mixing and vapor deposition. **Vacuum**, v. 80, n. 11–12, p. 1356–1361, set.

2006.

WASA, K.; KITABATAKE, M.; ADACHI, H. **Thin film materials technology : sputtering of compound materials**. [s.l.] William Andrew Pub., 2004.

WEIGEL, P. O. *et al.* Lightwave Circuits in Lithium Niobate through Hybrid Waveguides with Silicon Photonics. **Scientific Reports**, v. 6, p. 22301, 1 mar. 2016.

WILLIAMS, K. R.; GUPTA, K.; WASILIK, M. Etch Rates for Micromachining Processing—Part II. **JOURNAL OF MICROELECTROMECHANICAL SYSTEMS**, v. 12, n. 6, 2003.

WRIGHT, A. F. Elastic properties of zinc-blende and wurtzite AlN, GaN, and InN. **Journal of Applied Physics**, v. 82, n. 6, p. 2833, 15 set. 1997.

WU, Y. C. *et al.* Optical and fluorescent properties of Y₂O₃ sol–gel planar waveguides containing Tb³⁺ doped nanocrystals. **Applied Physics A**, v. 87, n. 4, p. 697–704, 2007.

XIONG, C. *et al.* Aluminum nitride as a new material for chip-scale optomechanics and nonlinear optics. **New Journal of Physics**, v. 14, n. 9, p. 95014, 17 set. 2012.

YAMASHITA, H. *et al.* Optical properties of AlN epitaxial thin films in the vacuum ultraviolet region. **Journal of Applied Physics**, v. 50, n. 2, p. 896, 24 jul. 1979.

YIP, G. L.; MARTUCCI, J. Scattering from a localized inhomogeneity in a cladded fiber optical waveguide 1: Radiation loss. **Applied Optics**, v. 15, n. 9, p. 2131, 1 set. 1976.

YOUNG, M. **Optics and Lasers: Including Fibers and Optical Waveguides (Google eBook)**. 4th rev. e ed. [s.l.] University of Colorado, 1992.

ZHOU, L.; LUO, F.; CAO, M. Study of the plasma etching process for low-loss SiO₂/Si optical waveguides. **Thin Solid Films**, v. 489, n. 1–2, p. 229–234, out. 2005.

ZINOVIEV, K. *et al.* Silicon Photonic Biosensors for Lab-on-a-Chip Applications. **Advances in Optical Technologies**, v. 2008, p. 1–6, 2008.

ANEXO

PDF#25-1133

PDF#25-1133: QM=Common(+); d=Diffractometer; I=(Unknown)

Aluminum Nitride

AlN

Radiation=CuK α 1 Lambda=1.5406 Filter=Calibration= 2 θ =33.216-155.518 I/I $_c$ (RIR)=1.6

Ref: Level-1 PDF

Hexagonal, P6 $3mc$ (186) Z=2 mp=

CELL: 3.1114 x 3.1114 x 4.9792 <90.0 x 90.0 x 120.0> P.S=

Density(c)=3.261 Density(m)= Mwt= Vol=41.7

Ref: Ibid.

Strong Lines: 2.69/X 2.37/8 2.49/6 1.56/4 1.41/3 1.83/3 1.32/3 1.30/1

2-Theta	d(Å)	I(f)	(h k l)	d(c)	Delta	2T(c)	Delta
33.216	2.6950	100.0	(1 0 0)	2.6946	0.0004	33.221	-0.006
36.040	2.4900	60.0	(0 0 2)	2.4896	0.0004	36.046	-0.006
37.916	2.3710	80.0	(1 0 1)	2.3698	0.0012	37.936	-0.020
49.814	1.8290	25.0	(1 0 2)	1.8286	0.0004	49.826	-0.012
59.349	1.5559	40.0	(1 1 0)	1.5557	0.0002	59.357	-0.008
66.052	1.4133	30.0	(1 0 3)	1.4132	0.0001	66.059	-0.007
69.729	1.3475	5.0	(2 0 0)	1.3473	0.0002	69.742	-0.013
71.438	1.3194	25.0	(1 1 2)	1.3193	0.0001	71.444	-0.006
72.627	1.3007	10.0	(2 0 1)	1.3005	0.0002	72.639	-0.012
76.442	1.2450	1.0	(0 0 4)	1.2448	0.0002	76.457	-0.015
81.087	1.1850	4.0	(2 0 2)	1.1849	0.0001	81.095	-0.008
85.938	1.1301	1.0	(1 0 4)	1.1300	0.0001	85.943	-0.005
94.840	1.0461	9.0	(2 0 3)	1.0460	0.0001	94.849	-0.008
98.289	1.0184	3.0	(2 1 0)	1.0184	0.0000	98.283	0.006
101.064	0.9978	7.0	(2 1 1)	0.9978	0.0000	101.065	-0.002
104.834	0.9720	2.0	(1 1 4)	0.9720	0.0000	104.841	-0.007
109.625	0.9425	3.0	(2 1 2)	0.9426	-0.0001	109.604	0.021
111.118	0.9340	6.0	(1 0 5)	0.9341	-0.0001	111.102	0.016
114.826	0.9142	1.0	(2 0 4)	0.9143	-0.0001	114.808	0.018
118.092	0.8982	4.0	(3 0 0)	0.8982	0.0000	118.096	-0.003
125.101	0.8680	10.0	(2 1 3)	0.8681	-0.0001	125.088	0.013
131.508	0.8448	5.0	(3 0 2)	0.8449	-0.0001	131.483	0.025
136.334	0.8298	1.0	(0 0 6)	0.8299	-0.0001	136.311	0.023
148.261	0.8008	5.0	(2 0 5)	0.8008	0.0000	148.249	0.012
152.444	0.7931	1.0	(1 0 6)	0.7931	0.0000	152.441	0.003
155.518	0.7882	1.0	(2 1 4)	0.7882	0.0000	155.489	0.029

PDF#25-1495

PDF#25-1495: QM=Common(+); d=Diffractometer; I=(Unknown)

Aluminum Nitride

AlN

Radiation=CuK α 1 Lambda=1.5406 Filter=Calibration= 2 θ =37.784-113.514 I/I_c(RIR)=

Ref: Level-1 PDF

Cubic, Fm3m(225) Z=4 mp=

CELL: 4.12 x 4.12 x 4.12 <90.0 x 90.0 x 90.0> P.S=

Density(c)=3.893 Density(m)= Mwt= Vol=69.9

Ref: Ibid.

Strong Lines: 0.92/X 2.06/8 1.46/5 2.38/2 0.94/2 1.19/2 1.03/1 1.24/1

2-Theta	d(Å)	I(f)	(h k l)	Theta	1/(2d)	2pi/d	n ²
37.784	2.3790	20.0	(1 1 1)	18.892	0.2102	2.6411	3
43.915	2.0600	75.0	(2 0 0)	21.958	0.2427	3.0501	4
63.832	1.4570	45.0	(2 2 0)	31.916	0.3432	4.3124	8
76.660	1.2420	13.0	(3 1 1)	38.330	0.4026	5.0589	11
80.758	1.1890	17.0	(2 2 2)	40.379	0.4205	5.2844	12
96.808	1.0300	13.0	(4 0 0)	48.404	0.4854	6.1002	16
109.197	0.9450	19.0	(3 3 1)	54.598	0.5291	6.6489	19
113.514	0.9210	100.0	(4 2 0)	56.757	0.5429	6.8221	20

PDF#27-1402

PDF#27-1402: QM=Common(+); d=Diffractometer; I=(Unknown)

Silicon, syn

Si

Radiation=CuKα1 Lambda=1.5406 Filter=

Calibration= 2θ=28.442-136.890 I/Ic(RIR)=4.7

Ref: Level-1 PDF

Cubic, Fd-3m(227) Z=8 mp=

CELL: 5.43088 x 5.43088 x 5.43088 <90.0 x 90.0 x 90.0> P.S=

Density(c)=2.329 Density(m)= Mwt= Vol=160.2

Ref: Ibid.

Strong Lines: 3.14/X 1.92/6 1.64/3 1.11/1 1.25/1 0.86/1 0.92/1 1.05/1

2-Theta	d(Å)	I(f)	(h k l)	Theta	1/(2d)	2pi/d	n^2
28.442	3.1355	100.0	(1 1 1)	14.221	0.1595	2.0039	3
47.302	1.9201	55.0	(2 2 0)	23.651	0.2604	3.2723	8
56.121	1.6375	30.0	(3 1 1)	28.060	0.3053	3.8371	11
69.130	1.3577	6.0	(4 0 0)	34.565	0.3683	4.6278	16
76.377	1.2459	11.0	(3 3 1)	38.189	0.4013	5.0431	19
88.026	1.1086	12.0	(4 2 2)	44.013	0.4510	5.6677	24
94.948	1.0452	6.0	(5 1 1)	47.474	0.4784	6.0115	27
106.715	0.9600	3.0	(4 4 0)	53.357	0.5208	6.5450	32
114.087	0.9180	7.0	(5 3 1)	57.044	0.5447	6.8444	35
127.541	0.8587	8.0	(6 2 0)	63.770	0.5823	7.3171	40
136.890	0.8282	3.0	(5 3 3)	68.445	0.6037	7.5866	43