MAURICIO EIJI CAMILO

**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
2014

MAURICIO EIJI CAMILO

**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**

Dissertação apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São Paulo
para a obtenção do título de Mestre em
Ciências

São Paulo
2014

MAURICIO EIJI CAMILO

**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**

Dissertação apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São Paulo
para a obtenção do título de Mestre em
Ciências

Área de concentração:
Microeletrônica

Orientador: Profa. Dra. Luciana Reyes
Pires Kassab

São Paulo
2014

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

São Paulo, de agosto de 2014.

Assinatura do autor _____

Assinatura do orientador _____

Catálogo-na-publicação

Camilo, Mauricio Eiji

**Produção de interferômetros Mach-Zehnder utilizando guias de onda tipo pedestal e filmes finos de Bi₂O₃-WO₃-TeO₂ para aplicações em sensores ópticos integrados / M.E. Camilo. -- versão corr. -- São Paulo, 2014.
132 p.**

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia de Sistemas Eletrônicos.

1.Dispositivos ópticos 2.Microeletrônica 3.Fabricação (Microeletrônica) 4.Processos de microeletrônica I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Sistemas Eletrônicos II.t.

AGRADECIMENTOS

A toda minha família, pelo incentivo, aprendizado, suporte e paciência a mim oferecidos.

À Prof. Dra. Luciana Reyes Pires Kassab, pela orientação e apoio ao longo deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Marco Isaías Alayo por toda ajuda oferecida no desenvolvimento dos processos dos guias de onda pedestais no Laboratório de Microeletrônica (LME) da USP.

Ao Prof. Dr. Acácio Luis Siarkowski pela ideia da realização deste trabalho e pela ajuda no desenvolvimento dos processos do sensor de pressão realizados no Laboratório de Sistemas Integráveis (LSI) da USP.

Aos técnicos do LSI Rangel, Nelson, Adir e Gustavo pelos treinamentos, ajudas e idéias nos processos desenvolvidos e pelas medidas de Microscopia Eletrônica de Varredura.

Aos técnicos do LME Teresa, Rita, João, Cristina e Igor por todos os processos realizados.

Ao Prof. Dr. Gustavo Rehder e o aluno de graduação Halph Macedo Fraulob pela ajuda no projeto e fabricação das máscaras de litografia.

Ao Prof. Dr. Niklaus Ursus Wetter e o aluno de doutorado Danilo Mariano da Silva, do Centro de Lasers e Aplicações, pela realização dos cortes das lâminas de silício.

A Capes, pela bolsa de mestrado concedida.

À FATEC-SP, pelo espaço cedido pelo Laboratório de Tecnologia em Materiais Fotônicos e Optoeletrônicos à pesquisa.

Aos Profs. Drs, Davinson Mariano da Silva e Vanessa Duarte Del Cacho da FATEC-SP pela amizade, conselhos e discussões a respeito do andamento do trabalho.

Agradeço de maneira especial aos amigos do LTMFO Diego, Thiago, Augusto, Francisco, Leonardo, Fabrício, Elton, Giordano, José Francisco e também aos amigos do curso de Materiais da Fatec-SP por propiciarem um ótimo ambiente de trabalho e por toda ajuda prestada desde o período que ingressei ao laboratório.

A todos que, de alguma forma, colaboraram para a realização deste trabalho.

"O tempo dura bastante para aqueles
que sabem aproveitá-lo."

(Leonardo da Vinci)

RESUMO

Neste trabalho foram produzidos Interferômetros Mach-Zehnder (IMZ) a partir de guias de onda do tipo pedestal com filmes finos de $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-WO}_3\text{-TeO}_2$ (BWT) como camada de núcleo para aplicações em sensores ópticos integrados. A influência dos parâmetros e dos materiais utilizados nas etapas de processo foi verificada. Os valores de índice de refração efetivo e coeficiente de absorção em função do comprimento de onda foram obtidos para os filmes finos BWT. Os guias de onda pedestais foram caracterizados por Microscopia Eletrônica de Varredura, medidas de perda por propagação e perfis de campo próximo em 633 nm e 1050 nm. Os valores mínimos obtidos nas perdas por propagação foram de $\sim 1,5$ dB/cm em 633 nm e 3,0 dB/cm em 1050 nm. As medidas de perfis de campo próximo mostraram que guias de onda com larguras superiores a 7 μm apresentaram comportamento multimodo. Foram obtidos IMZs que apresentaram guiamento de luz por toda a estrutura, com comportamento multimodo. Sensores ópticos de pressão e temperatura foram produzidos. A fabricação de diafragmas através do processo de corrosão úmida do silício é apresentada no sensor de pressão. Sensores ópticos de temperatura foram produzidos com filamentos metálicos. As cavidades ópticas não foram obtidas nesse sensor. A potência de luz na saída dos sensores de temperatura foi medida em função da diferença de potencial aplicada no filamento metálico. Os resultados apresentados mostram que guias de onda do tipo pedestal produzidos com núcleo de BWT são promissores para aplicações em sensores ópticos integrados.

Palavras-chaves: Interferômetro Mach-Zehnder. Guias de onda. Sensores ópticos. Pedestal. Filmes Finos.

ABSTRACT

In this work Mach-Zehnder Interferometers (MZI) were produced from the pedestal-type waveguides with Bi_2O_3 - WO_3 - TeO_2 (BWT) thin films as the core layer for applications in integrated optical sensors. The influence of the parameters and materials used in the process steps was verified. The values of the effective refractive index and absorption coefficient as a function of wavelength were obtained for the BWT thin films. The pedestal waveguides were characterized by Scanning Electron Microscopy, by propagation loss measurements and near-field profiles at 633 nm and 1050 nm. The minimum values obtained by propagation losses were ~ 1.5 dB/cm at 633 nm and 3.0 dB/cm at 1050 nm. The measures of near-field profiles showed that waveguides with widths larger than 7 μm presented multimode behavior. The MZIs obtained presented guiding light through the structure, with multimode behavior. Optical pressure sensors and temperature sensors were produced. The production of diaphragms using the wet etching process of silicon is presented on the pressure sensor. Optical temperature sensors were made with metallic filaments. Optical cavities were not obtained in this sensor. The light power in the output of the temperature sensors was measured as the voltage applied to the metal filament. The results show that the waveguides produced with pedestal-type and BWT thin films as core layer are promising for applications in integrated optical sensors.

Keywords: Mach-Zehnder Interferometer. Waveguides. Optical sensors. Pedestal. Thin films.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

<i>Figura 2.1– Equipamentos e componentes de um sistema de Sputtering.</i>	25
<i>Figura 2.2 – Estrutura básica e perfil do índice de refração de um guia de onda.</i>	26
<i>Figura 2.3 – Ilustração das configurações utilizadas para realização do confinamento de luz em guias de onda. Confinamento do eixo x: guias “slab” do tipo índice degrau (a) e índice gradual (b). Confinamento lateral: “raised strip” (c), canal (d), rib (e) e pedestal (f).</i>	28
<i>Figura 2.4 – Diferentes formas de propagação de um raio luminoso em um guia de onda: (a) modo de radiação; (b) modo do substrato; (c) modo guiado.</i>	30
<i>Figura 2.5 – Raios de luz e suas frentes de onda em um guia de onda [22].</i>	31
<i>Figura 2.6 – Perda por espalhamento nas interfaces</i>	34
<i>Figura 2.7 - Perda por radiação.</i>	35
<i>Figura 2.8 – Acoplamento de luz em um guia de onda.</i>	35
<i>Figura 2.9 – Ilustração da estrutura do IMZ.</i>	36
<i>Figura 2.10 – Perda de radiação pelo efeito de raio de curvatura.</i>	40
<i>Figura 2.11 – Tipos de junção Y</i>	41
<i>Figura 3.1 – Processos de fabricação dos alvos cerâmicos (a), reagentes constituintes do alvo no molde antes da prensagem (b) alvo cerâmico após o tratamento térmico de sinterização (c).</i>	44
<i>Figura 3.2 – Oxidação térmica úmida da lâmina de silício.</i>	47
<i>Figura 3.3 – Deposição de cromo por Magnetron Sputtering.</i>	48
<i>Figura 3.4 - Etapas de um processo de litografia óptica</i>	49
<i>Figura 3.5 – Definição da região dos guias de onda e Mach-Zehnder por litografia óptica</i>	50
<i>Figura 3.6 – Máscara contendo estruturas horizontais e do tipo Mach-Zehnders [62].</i>	52
<i>Figura 3.7 – Máscara contendo Mach-Zehnders do conjunto de máscaras do sensor de pressão.</i>	52
<i>Figura 3.8 – Corrosão úmida do cromo utilizando nitrato cérico amoniacal.</i>	53
<i>Figura 3.9 – Etapas de um processo de corrosão por plasma</i>	55
<i>Figura 3.10 – Corrosão por plasma do óxido de silício.</i>	57
<i>Figura 3.11 – Estrutura pedestal obtida após remoção do cromo.</i>	58
<i>Figura 3.12 – Deposição do núcleo dos guias de onda por Magnetron Sputtering.</i>	59
<i>Figura 3.13 – Estrutura dos sensores de temperatura com filamentos metálicos e cavidades ópticas.</i>	60
<i>Figura 3.14 – Máscara contendo as estruturas dos filamentos metálicos</i>	61
<i>Figura 3.15 – Máscara contendo as estruturas das cavidades</i>	61
<i>Figura 3.16 – Região dos filamentos de cromo definida no dispositivo.</i>	63
<i>Figura 3.17 – Região das cavidades definidas por litografia óptica.</i>	65
<i>Figura 3.18 – Estrutura do sensor térmico após a definição das cavidades ópticas e o filamento metálico.</i>	66
<i>Figura 3.19 – Deposição do núcleo dos guias de onda por Magnetron Sputtering.</i>	67
<i>Figura 3.20 – Equipamento utilizado para corte de materiais do CLA/IPEN</i>	68
<i>Figura 3.21 – Estrutura de um sensor óptico com o diafragma construído.</i>	69
<i>Figura 3.22 – Perfil do sensor de pressão após a deposição de SiO_xN_y.</i>	70

<i>Figura 3.23 – Fotolito com as estruturas dos diafragmas e as respectivas marcas de alinhamento</i>	<i>71</i>
<i>Figura 3.24 – Perfil do sensor óptico de pressão após a remoção dos materiais sobre o silício para definição dos diafragmas</i>	<i>71</i>
<i>Figura 3.25 – Vista em corte do aparato utilizado na corrosão por KOH.....</i>	<i>72</i>
<i>Figura 3.26 – Perfil final do sensor óptico de pressão.....</i>	<i>73</i>
<i>Figura 3.27 – Espectrômetro Ocean Optics usado nas medidas de transmitância.....</i>	<i>75</i>
<i>Figura 3.28 – Interferência dos feixes de luz com o sistema substrato + filme fino.</i>	<i>76</i>
<i>Figura 3.29 – Espectro de transmissão simulado para um filme de 1 μm de espessura.....</i>	<i>77</i>
<i>Figura 3.30 - Arranjo experimental usado para o acoplamento do laser no guia de onda e realização das medidas de perdas por propagação e obtenção das imagens dos perfis de campo próximo.</i>	<i>78</i>
<i>Figura 3.31 – Montagem experimental usada nas medidas de atenuação óptica.....</i>	<i>79</i>
<i>Figura 3.32 – Fibra óptica utilizada para acoplar a luz proveniente dos lasers aos guias de onda produzidos.</i>	<i>79</i>
<i>Figura 3.33 – Gráfico da intensidade luminosa capturada pela câmera CCD em função do comprimento do guia de onda.....</i>	<i>80</i>
<i>Figura 4.1 – Espectro de transmissão do filme fino BWT</i>	<i>82</i>
<i>Figura 4.2 – Índice de refração efetivo do BWT em função do comprimento de onda</i>	<i>83</i>
<i>Figura 4.3 – Coeficiente de absorção do BWT em função do comprimento de onda</i>	<i>84</i>
<i>Figura 4.4 – Imagens de MEV dos guias de onda da amostra IMZ 2</i>	<i>85</i>
<i>Figura 4.5 – Imagens de MEV do pedestal da amostra IMZ 3 sem a utilização do BOE</i>	<i>86</i>
<i>Figura 4.6 – Imagens de MEV do pedestal da amostra IMZ 3 utilizando o BOE.....</i>	<i>87</i>
<i>Figura 4.7 – Imagens de MEV do pedestal da amostra IMZ 3 utilizando o BOE após a deposição do filme BWT.</i>	<i>87</i>
<i>Figura 4.8 – Perda por propagação na amostra IMZ 3 em função da largura dos guias de onda.....</i>	<i>88</i>
<i>Figura 4.9 – Imagens de MEV do pedestal da amostra IMZ 4</i>	<i>90</i>
<i>Figura 4.10 – Perda por propagação na amostra IMZ 4 em função da largura dos guias de onda.</i>	<i>91</i>
<i>Figura 4.11 – Perfis de campo próximo em 633 nm dos guias de onda da amostra IMZ 4.</i>	<i>92</i>
<i>Figura 4.12 – Imagens de MEV da estrutura pedestal da amostra IMZ 5.....</i>	<i>93</i>
<i>Figura 4.13 – Imagens de MEV da estrutura pedestal da amostra IMZ 6.....</i>	<i>94</i>
<i>Figura 4.14 – Imagens de MEV da estrutura pedestal da amostra IMZ 7.....</i>	<i>94</i>
<i>Figura 4.15 - Perda por propagação em 633 nm nas amostras fabricadas com diferentes tempos de dip em função da largura dos guias de onda.....</i>	<i>95</i>
<i>Figura 4.16 - Perda por propagação em 1050 nm nas amostras fabricadas com diferentes tempos de dip em função da largura dos guias de onda.....</i>	<i>96</i>
<i>Figura 4.17 - Perda por propagação na amostra IMZ 6 em função da largura dos guias de onda.</i>	<i>97</i>
<i>Figura 4.18 – Perfis de campo próximo dos guias de onda da amostra IMZ 5 para o comprimento de onda no visível.</i>	<i>99</i>
<i>Figura 4.19 – Perfis de campo próximo dos guias de onda da amostra IMZ 5 para o comprimento de onda no infravermelho.....</i>	<i>99</i>

<i>Figura 4.20 – Perfis de campo próximo dos guias de onda da amostra IMZ 6 para o comprimento de onda no visível.</i>	100
<i>Figura 4.21 – Perfis de campo próximo dos guias de onda da amostra IMZ 6 para o comprimento de onda no infravermelho.</i>	100
<i>Figura 4.22 - Imagens de MEV da estrutura pedestal após a utilização da solução RCA 1</i>	101
<i>Figura 4.23 - Imagens de MEV dos guias de onda da amostra IMZ 8</i>	102
<i>Figura 4.24 - Imagens de MEV dos guias de onda da amostra IMZ 9</i>	103
<i>Figura 4.25 - Imagens de MEV dos guias de onda da amostra IMZ 10</i>	103
<i>Figura 4.26 - Perda por propagação em 633 nm nas amostras fabricadas com diferentes espessuras de núcleo em função da largura dos guias de onda.</i>	104
<i>Figura 4.27 - Perda por propagação em 1050 nm nas amostras fabricadas com diferentes espessuras de núcleo em função da largura dos guias de onda.</i>	104
<i>Figura 4.28 – Perfis de campo próximo em 633 nm dos guias de onda da amostra IMZ 8</i>	106
<i>Figura 4.29 – Perfis de campo próximo em 1050 nm dos guias de onda da amostra IMZ 8</i>	106
<i>Figura 4.30 – Perfis de campo próximo em 633 nm dos guias de onda da amostra IMZ 9</i>	107
<i>Figura 4.31– Perfis de campo próximo em 1050 nm dos guias de onda da amostra IMZ 9</i>	107
<i>Figura 4.32 – Perfis de campo próximo em 633 nm dos guias de onda da amostra IMZ 10</i>	107
<i>Figura 4.33 – Perfis de campo próximo em 1050 nm dos guias de onda da amostra IMZ 10</i>	108
<i>Figura 4.34 – Perfis de campo próximo em 1050 nm nos braços do Mach-Zehnder na amostra IMZ 8</i>	109
<i>Figura 4.35 – Perfis de campo próximo em 1050 nm nos braços do Mach-Zehnder na amostra IMZ 9</i>	109
<i>Figura 4.36 – Imagens de MEV dos guias de onda da amostra LSI 1</i>	110
<i>Figura 4.37 – Imagens de MEV dos guias de onda da amostra LSI 2</i>	112
<i>Figura 4.38 – Imagens de MEV obtidas dos diafragmas produzidos.</i>	113
<i>Figura 4.39 – Estrutura pedestal dos guias de onda utilizados para fabricação dos sensores de temperatura</i>	114
<i>Figura 4.40 – Imagens de microscopia óptica das amostras fabricadas com filamento de alumínio sobre o filme fino BWT</i>	115
<i>Figura 4.41 - Imagens de microscopia óptica das amostras fabricadas com o filme fino BWT depositado sobre o filamento de alumínio.</i>	116
<i>Figura 4.42 – Perfis de campo próximo, em 1050 nm, na saída dos IMZs fabricados com filamentos metálicos</i>	117
<i>Figura 4.43 – Imagens de microscopia óptica das amostras raspadas sobre os filamentos metálicos</i>	117
<i>Figura 4.44 – Arranjo experimental montado para medidas dos sensores de temperatura</i>	119
<i>Figura 4.45 – Imagens de MEV da superfície dos sensores produzidos com cavidades ópticas após a etapa de corrosão do KOH</i>	121

LISTA DE TABELAS

<i>Tabela 3.1 – Parâmetros do processo de oxidação térmica úmida.....</i>	<i>47</i>
<i>Tabela 3.2 – Parâmetros do processo de deposição de cromo usados no equipamento do LTMFO/FATEC-SP</i>	<i>48</i>
<i>Tabela 3.3 – Parâmetros do processo de deposição de cromo usados no equipamento do LME/EPUSP</i>	<i>48</i>
<i>Tabela 3.4 – Parâmetros do processo de corrosão por plasma</i>	<i>56</i>
<i>Tabela 3.5 – Parâmetros do processo de deposição do BWT</i>	<i>58</i>
<i>Tabela 3.6 – Parâmetros do processo de evaporação do alumínio.....</i>	<i>62</i>
<i>Tabela 3.7 – Parâmetros do processo de deposição do SiO_xN_y.....</i>	<i>64</i>
<i>Tabela 4.1 – Parâmetros de processos das amostras preparadas.....</i>	<i>85</i>
<i>Tabela 4.2 – Parâmetros de processos da amostra IMZ 4</i>	<i>89</i>
<i>Tabela 4.3 – Tempos de dip realizados na amostra IMZ 4</i>	<i>90</i>
<i>Tabela 4.4 – Tempos de dip realizados nas amostras IMZ 5, 6 e 7.....</i>	<i>93</i>
<i>Tabela 4.5 – Espessuras do filme BWT obtidas nas amostras IMZ 8, 9 e 10.....</i>	<i>102</i>
<i>Tabela 4.6 – Valores de potência medidos na saída dos IMZs.....</i>	<i>120</i>

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ARROW	Guia de onda com camada reflexiva anti-resonante
BOE	“Buffered Oxide Etch”
BWT	$\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-WO}_3\text{-TeO}_2$
CLA	Centro de Lasers e Aplicações da USP.
CMOS	Tecnologia que emprega transistores MOSFET do tipo P e N
CVD	Deposição química a vapor
EPUSP	Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
FATEC-SP	Faculdade de Tecnologia de São Paulo
IMZ	Interferômetro Mach-Zehnder
IPEN	Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares
LECVD	Laser Enhanced CVD
LME/EPUSP	Laboratório de Microeletrônica da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
LPCM	Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais
LPCVD	Low Pressure CVD
LSI-EPUSP	Laboratório de Sistemas Integráveis da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.
LTMFO	Laboratório de Tecnologia em Materiais Fotônicos e Optoeletrônicos
MEV	Microscopia eletrônica de varredura

MOCVD	Metal Organic CVD
MOS	Metal-óxido semiconductor
PECVD	Plasma Enhanced CVD
RPM	Rotações por minuto
USP	Universidade de São Paulo
UV	Luz ultravioleta

LISTA DE SÍMBOLOS

n	índice de refração
n_1	índice de refração do núcleo
n_0	índices de refração da cobertura e do isolamento
θ	ângulo de incidência do feixe com os guias de onda
θ_{max}	ângulo crítico dos guias de onda
λ	comprimento de onda
k	constante de propagação no vácuo
β	constante de propagação no eixo x
κ	constante de propagação no eixo z
ϕ	ângulo de incidência do feixe com os guias de onda
r	coeficiente de reflexão
j	parte imaginária da equação
L_1	distância entre duas reflexões que ocorrem em um guia de onda
L_2	distância entre duas reflexões que ocorrem em um guia de onda
m	número inteiro
I	Intensidade de luz na entrada do IMZ
I_o	Intensidade de luz na saída do IMZ
α	Diferença de fase entre os feixes de luz que se propagam nos braços do IMZ
Δn	Variação do índice de refração
L	Comprimento do guia de onda submetido a variação de temperatura

ΔT	Variação de temperatura
cto	coeficiente termo-óptico
β	constante de propagação do feixe
ΔL	variação do comprimento no braço sensor
$\delta\beta$	variação da constante de propagação
$\Omega \cdot cm$	resistividade das lâminas de silício
kV	Quilo volts
d	Espessura do filme fino depositado em substrato de vidro
k	coeficiente de extinção
α_s	coeficiente de absorção
s	índice de refração do substrato de vidro

Sumário

1	INTRODUÇÃO.....	19
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	23
2.1	FILMES FINOS	23
2.1.1	<i>Filmes Finos de $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-WO}_3\text{-TeO}_2$</i>	<i>23</i>
2.1.2	<i>Obtenção de filmes finos por Magnetron Sputtering.....</i>	<i>25</i>
2.2	GUIAS DE ONDA.....	26
2.2.1	<i>Princípio de funcionamento dos guias de onda ópticos.....</i>	<i>26</i>
2.2.2	<i>Tipos de guias de ondas.....</i>	<i>28</i>
2.2.3	<i>Teoria dos modos de propagação.....</i>	<i>29</i>
2.2.4	<i>Perdas em guias de ondas</i>	<i>33</i>
2.3	INTERFERÔMETRO MACH-ZEHNDER	36
2.3.1	<i>Influência do modo de guiamento.....</i>	<i>37</i>
2.3.2	<i>Perdas de radiação no IMZ.....</i>	<i>39</i>
2.3.3	<i>IMZ utilizado como sensor térmico.....</i>	<i>41</i>
2.3.4	<i>IMZ utilizado como sensor de pressão.....</i>	<i>42</i>
3	MATERIAIS E MÉTODOS	43
3.1	PRODUÇÃO DOS ALVOS CERÂMICOS	43
3.2	PROCESSOS DE FABRICAÇÃO DOS GUIAS DE ONDA PEDESTAIS.....	45
3.2.1	<i>Limpeza de lâminas.....</i>	<i>45</i>
3.2.2	<i>Oxidação térmica úmida.....</i>	<i>46</i>
3.2.3	<i>Deposição de cromo como máscara de corrosão</i>	<i>47</i>
3.2.4	<i>Definição da região dos guias.....</i>	<i>49</i>
3.2.5	<i>Remoção do cromo</i>	<i>53</i>
3.2.6	<i>Corrosão por plasma do óxido</i>	<i>54</i>
3.2.7	<i>Remoção do cromo</i>	<i>57</i>
3.2.8	<i>Deposição do núcleo do guia de onda.....</i>	<i>58</i>
3.3	PROCESSOS DE FABRICAÇÃO DOS SENSORES TÉRMICOS	59
3.3.1	<i>Deposição do material de filamento metálico</i>	<i>61</i>
3.3.2	<i>Definição da região dos filamentos.....</i>	<i>62</i>
3.3.3	<i>Deposição das máscaras de corrosão do KOH.....</i>	<i>63</i>
3.3.4	<i>Definição da região das cavidades.....</i>	<i>64</i>
3.3.5	<i>Corrosão úmida do silício</i>	<i>65</i>
3.3.6	<i>Remoção dos materiais.....</i>	<i>66</i>

3.3.7	<i>Deposição do núcleo do guia.....</i>	67
3.4	PROCESSOS DE FABRICAÇÃO DOS SENSORES DE PRESSÃO.....	69
3.4.1	<i>Deposição de SiOxNy e definição dos diafragmas.....</i>	70
3.4.2	<i>Corrosão do silício para construção dos diafragmas e deposição do núcleo dos guias de onda</i>	72
3.5	TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO.....	73
3.5.1	<i>Perfilometria</i>	73
3.5.2	<i>Elipsometria.....</i>	74
3.5.3	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....</i>	74
3.5.4	<i>Espectrometria de Transmitância</i>	74
3.5.5	<i>Caracterização Óptica dos Guias</i>	77
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	81
4.1	CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES FINOS DE BWT.....	81
4.2	CARACTERIZAÇÃO DOS GUIAS DE ONDA PEDESTAIS	84
4.3	CARACTERIZAÇÃO DOS INTERFERÔMETROS MACH-ZEHNDER	108
4.4	PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DOS SENSORES ÓPTICOS DE PRESSÃO E TEMPERATURA	113
5	CONCLUSÕES.....	122
6	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	124
	ANEXOS - PUBLICAÇÃO DOS RESULTADOS.....	131
	<i>Publicações em periódicos realizadas no período do mestrado relacionadas com outros trabalhos do grupo</i>	<i>131</i>
	<i>Divulgação dos Resultados em Congressos.....</i>	<i>131</i>

1 Introdução

A microeletrônica é a área responsável pelo projeto e fabricação dos circuitos integrados, que revolucionaram o mundo da eletrônica na década de 1950. Atualmente, eles estão presentes em quase todos os equipamentos eletrônicos, como telefones celulares, microcomputadores, câmeras digitais, entre outros.

Essa revolução foi impulsionada pelo estudo do transistor MOS (metal-óxido semicondutor), que é o principal dispositivo utilizado nos circuitos integrados. A tecnologia MOS baseia-se na utilização deste dispositivo. Através dela e de um avanço nos processos de fabricação de dispositivos, principalmente em processos de litografia óptica e corrosão por plasma [1], foi permitida uma gigantesca miniaturização dos circuitos observada atualmente, que aumentou a capacidade de processamento de informação [2,3].

Os grandes inconvenientes que têm impedido o desenvolvimento da miniaturização dos circuitos integrados são a interferência eletromagnética, que aumenta conforme os circuitos ficam mais reduzidos [4], e a dificuldade na redução das dimensões do transistor MOS. Para que suas dimensões sejam reduzidas, é necessário utilizar uma espessura muito fina de óxido de porta e diminuir a distância entre os eletrodos de dreno e fonte. A utilização de óxidos de porta com espessuras muito finas pode causar o rompimento do dielétrico e também gerar correntes indesejadas no transistor. A diminuição do comprimento da região entre o dreno e a fonte altera os parâmetros do transistor, comprometendo o controle da corrente pelo eletrodo de porta [2,4,5].

Na busca de novas tecnologias para contornar as limitações impostas nos circuitos integrados, muitos estudos foram direcionados no desenvolvimento de dispositivos fotônicos. Esses dispositivos são capazes de realizar o processamento de informações em maior velocidade do que os eletrônicos, pois funcionam à base de fótons, que desempenham muitas funções de maneira mais eficiente do que os elétrons. Isto ocorre pelo fato de que feixes de luz possuem praticamente capacidade ilimitada de transmissão de informações, baixas perdas por transmissão,

dissipam menos calor e são imunes a interferência eletromagnética [6]. Dentre eles, destaca-se a fabricação de fibras ópticas ultra puras, que substituíram os fios de cobre utilizados na área de telecomunicações, por apresentarem valores de perdas por transmissão abaixo de 0,2 dB/km [6]. Desde então os dispositivos fotônicos foram desenvolvidos de modo a desempenhar as mesmas funções dos eletrônicos. Assim como ocorreu na eletrônica, a necessidade da integração dos dispositivos fotônicos existentes resultou na Óptica Integrada.

A Óptica Integrada estuda a tecnologia de desenvolvimento da integração de dispositivos e componentes fotônicos, num único chip, para geração, focalização, divisão, combinação, isolamento, polarização, acoplamento, modulação e detecção da luz [7]. A integração dos dispositivos fotônicos pode trazer vantagens em relação aos dispositivos ópticos convencionais como aumento da taxa de transmissão de dados, baixa sensibilidade às radiações eletromagnéticas e o aumento da densidade de empacotamento dos circuitos ópticos [8,9].

Cabe ressaltar a grande importância da fabricação de dispositivos fotônicos integrados em substratos de silício, para que sejam compatíveis com a tecnologia CMOS (Complementar MOS) convencional [10]. Desse modo é possível realizar a integração de ambas as tecnologias, gerando novos dispositivos chamados optoeletrônicos, que contém as vantagens dos dispositivos eletrônicos e fotônicos num único chip [8,11].

No Laboratório de Tecnologia em Materiais Fotônicos e Optoeletrônicos (LTMFO) da Faculdade de Tecnologia de São Paulo (Fatec-SP), foram realizados diversos trabalhos na fabricação de guias de onda ópticos do tipo *rib* e pedestal, através dos processos de fabricação de microeletrônica em substratos de silício, para aplicações em dispositivos fotônicos e optoeletrônicos. Os materiais mais estudados pelo grupo, para fabricação dos núcleos dos guias de onda, são matrizes vítreas de germanato e telureto, que são produzidas com e sem íons de terras-raras, depositadas pela técnica *Magnetron Sputtering*. [12–15]. O presente trabalho mostra que é possível fabricar dispositivos ópticos a partir dessas matrizes, como o

Interferômetro Mach-Zehnder (IMZ), que tem aplicações como sensores ópticos [16–20].

Nos últimos anos muitos estudos foram direcionados para fabricação de sensores ópticos com a finalidade da integração em circuitos fotônicos e optoeletrônicos [21]. Esses dispositivos apresentam como principais características a imunidade ao ruído eletromagnético, são isentos de curto circuito e laços de terra, seguros em ambientes combustíveis e relativamente baratos [22]. Alguns trabalhos foram reportados na literatura visando à construção de sensores ópticos integrados, dentre eles sensores químicos [23,24], biológicos [25–27], imunológicos [28–30], de pressão [31,32] e temperatura [33,34].

Os guias de onda que constituem os sensores ópticos citados acima são em sua grande maioria do tipo *rib* com camada de núcleo de nitreto de silício (Si_3N_4). Também foram reportados na literatura guias de onda *slab* e ARROW (*anti-ressonant reflective optical waveguide*), sendo que em alguns casos o material de núcleo é constituído de óxido de silício (SiO_x), que possui um índice de refração maior do que o dióxido de silício (SiO_2) e o oxinitreto de silício (SiO_xN_y), em torno de 1,9. Entretanto, não há publicações referentes à fabricação de sensores ópticos utilizando o IMZ construído a partir de guias de onda do tipo pedestal em filmes finos de telureto como camada de núcleo, o que motiva a pesquisa em questão. A estrutura pedestal apresenta uma importante vantagem em relação à estrutura *rib* que é a eliminação da etapa de corrosão parcial da camada de núcleo. Isso permite a utilização de novos materiais como camada de núcleo de guias de onda que não poderiam ser processados na estrutura *rib*. Quando novos materiais são utilizados como núcleo, novos estudos são necessários para realização dos respectivos processos de corrosão para obtenção das estruturas de guias de onda. Em alguns casos, a corrosão desses materiais pode ser inviável; portanto a estrutura pedestal possibilita a utilização de qualquer material para fabricação de guias de onda, pois dispensa o desenvolvimento de novos processos de corrosão específicos para cada composição que se pretenda usar para o material de núcleo. Filmes finos de Si_3N_4 são muito utilizados como núcleo de guias de onda devido ao alto índice de refração (em torno de 2,0) e a facilidade de obtenção através do processo de deposição

química a vapor (CVD). Porém, esses filmes apresentam um alto estresse mecânico após a deposição, que pode causar a quebra do filme fino, e posteriormente a quebra da lâmina na qual foi processado [35]. Os filmes finos de telureto depositados pela técnica *Magnetron Sputtering* não apresentam esse problema. Além disso, possuem um índice de refração tão alto quando comparados aos filmes de Si_3N_4 , o que os torna um ótimo candidato para fabricação de guias de onda e dispositivos fotônicos.

É importante destacar o desenvolvimento dos sensores de pressão e temperatura, pois desempenham papel importante em muitas áreas. Sensores ópticos de pressão possuem aplicações em ambientes agressivos, explosivos, corrosivos ou com alta interferência eletromagnética, devido à ausência de conexões elétricas no local da medida [32]. Os sensores ópticos de temperatura podem ser utilizados na área industrial, principalmente no controle de qualidade dos produtos, que devem ser fabricados a temperaturas controladas, e também no monitoramento do consumo de energia elétrica utilizada para aquecimento [36].

O objetivo do presente trabalho é a produção de IMZs utilizando guias de onda do tipo pedestal, e filmes finos de $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-WO}_3\text{-TeO}_2$ (BWT) como camada de núcleo produzidos pela técnica *Magnetron Sputtering*. Será necessário verificar a influência dos parâmetros de processos na obtenção das estruturas pedestais e as melhores condições do filme BWT para guiamento da luz. Através da caracterização óptica dos guias de onda, deseja-se fabricar IMZs que apresentem guiamento de luz por toda sua estrutura. Esse é o principal objetivo a ser alcançado, pois através dele será estudada a viabilidade de fabricação dos sensores ópticos de pressão e temperatura. Finalmente, a partir dos sensores fabricados, será feita a análise da propagação da luz ao longo do IMZ quando o mesmo for submetido à variação de pressão e temperatura.

2 Revisão Bibliográfica

2.1 Filmes Finos

Em microeletrônica, os filmes finos representam uma camada de material isolante, semicondutor, condutor ou orgânico, cuja espessura pode variar entre 1 nm a 20.000 nm. As técnicas mais utilizadas para obtenção dos filmes finos são: Deposição física a vapor (PVD), dentre elas a evaporação térmica e o *sputtering*, e CVD, dentre elas o LPCVD (*Low Pressure CVD*), PECVD (*Plasma Enhanced CVD*), LECVD (*Laser Enhanced CVD*) e MOCVD (*Metalorganic CVD*). A oxidação térmica é outra técnica utilizada para obtenção de filmes finos; por exemplo, o SiO₂, que pode também ser obtido pelas técnicas citadas acima [37,38].

Dentre as várias aplicações na tecnologia moderna, os filmes finos são utilizados em circuitos integrados, mídias de gravação como DVD's e discos *blu-ray*, células solares, células de combustível, fibras ópticas, sensores, detectores e proteção contra agentes químicos [39].

Para a fabricação de circuitos integrados eletrônicos e ópticos, os filmes finos são depositados em diversas camadas para que, através de outros processos como litografia óptica e corrosão, as estruturas dos dispositivos sejam definidas. O funcionamento dos dispositivos fabricados em microeletrônica depende da obtenção de filmes finos com as seguintes características: espessura e composição química uniformes, baixa quantidade de defeitos e isento de impurezas superficiais.

2.1.1 Filmes Finos de Bi₂O₃-WO₃-TeO₂

Filmes finos fabricados a partir de matrizes vítreas de telureto são ótimos candidatos para fabricação de guias de onda ópticos, pois apresentam uma característica importante que é o elevado índice de refração. No LTMFO da Fatec-SP têm sido desenvolvidos diversos filmes finos vítreos com composição à base de

telureto utilizando a técnica *Magnetron Sputtering*. As principais características apresentadas por esses filmes são:

- índice de refração ($n \geq 1,8$ a $\lambda = 632 \text{ nm}$) consideravelmente superior ao do vidro de sílica, cujo índice de refração é de 1,46 para o mesmo comprimento de onda [40];

- baixas energias de fônon, entre 500 cm^{-1} e 700 cm^{-1} , o que reduz a probabilidade das perdas por processos não radiativos [41];

- baixa reatividade química à maioria dos ácidos e bases; apenas o ácido fluorídrico os ataca em maior escala;

- considerável transparência desde a região do visível até a do infravermelho médio (400 a 7000 nm) [42];

- resistência mecânica adequada, isto é, os filmes de telureto apresentam maior resistência aos impactos do que os filmes de sílica.

A matriz escolhida para fabricação dos filmes finos, $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-WO}_3\text{-TeO}_2$ (BWT), é muito promissora para aplicações em comunicação óptica, dispositivos fotônicos e optoeletrônicos, pois utiliza metais pesados como o Tungstênio e o Bismuto [43–45].

Matrizes de telureto a base de óxido de Tungstênio se destacam dentre outras matrizes de telureto por apresentarem características importantes como maior índice de refração linear ($> 2,0$), alta constante dielétrica (30-32) e alto coeficiente de expansão térmica $(11,2\text{-}16,5) \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ [44,46]. A adição do óxido de bismuto a essa matriz, contribui ainda mais para o aumento do índice de refração linear, e aumenta as propriedades ópticas não lineares do material [40], que têm aplicações em dispositivos ultrarrápidos.

Para o presente trabalho foi escolhida a seguinte composição em % molar: 70 TeO_2 – 20 WO_3 – 10 Bi_2O_3 . Foram reportados trabalhos na literatura utilizando a referida composição, como o estudo das características ópticas lineares e não lineares da matriz [40], das características espectroscópicas de íons de érbio e itérbio incorporados na forma trivalente [47,48], e também trabalhos realizados pelo

grupo em vidros e filmes finos [12,14,49,50]. Os resultados obtidos motivam o uso da referida matriz para fabricação de guias de onda ópticos.

2.1.2 Obtenção de filmes finos por *Magnetron Sputtering*

Neste trabalho a obtenção dos filmes finos BWT, utilizados para fabricação dos núcleos dos guias de onda, foi feita através da técnica *Magnetron Sputtering*. Essa técnica consiste no bombardeamento de um alvo sólido com íons extraídos de uma nuvem de plasma. A Figura 2.1 mostra um sistema de *sputtering*.

Figura 2.1– Equipamentos e componentes de um sistema de *Sputtering*.

Fonte: Autor

O plasma é criado através da ionização de um gás, por exemplo, argônio, que é injetado na câmara de vácuo e mantido através da diferença de potencial aplicada entre os eletrodos, que criam um campo elétrico que é responsável por manter o plasma aceso. Os íons formados no plasma são acelerados pela bainha formada no eletrodo e movem-se em direção ao alvo sólido ejetando os átomos de sua superfície. Os átomos ejetados do alvo são espalhados para todas as direções da câmara, e parte deles são depositados no substrato.

A técnica *Magnetron Sputtering* utiliza um campo magnético, formado por íons permanentes ou eletroímãs colocados sob o alvo, que confinam o plasma em um

anel circular junto à superfície do alvo, promovendo algumas vantagens em relação ao *sputtering* convencional que são [51]:

- Um acréscimo da probabilidade de ionização devido ao aumento da trajetória dos elétrons e o fato dela ser mais localizada, o que aumenta a densidade do plasma na região próxima ao alvo.

- Maior quantidade de íons, o que intensifica o bombardeamento do catodo, aumentando a taxa de *sputtering*. Isto promove a geração de taxas de deposição maiores que o *sputtering* convencional e garante maior reprodutibilidade.

2.2 Guias de Onda

2.2.1 Princípio de funcionamento dos guias de onda ópticos

Guias de onda são dispositivos ópticos capazes de confinar e guiar a luz de maneira controlada ao longo de um caminho óptico. Eles são constituídos de um núcleo, região onde a luz é confinada, uma camada de isolamento e uma de cobertura, de acordo com a Figura 2.2. O índice de refração do núcleo (n_1) deve ser sempre maior do que os índices de refração da camada de isolamento e cobertura (n_0), para que a luz seja confinada e conduzida pelo guia através do fenômeno da reflexão interna total.

Figura 2.2 – Estrutura básica e perfil do índice de refração de um guia de onda.

Fonte: K. Okamoto, Fundamentals of optical waveguides, 2nd Ed, San Diego, 2006

A condição para ocorrer à reflexão interna total na interface núcleo/isolamento ou núcleo/cobertura é dada pelas equações a seguir [22]:

$$n_1 \sin\left(\frac{\pi}{2} - \phi\right) \geq n_0 \quad (2.1)$$

Através da relação entre o ângulo ϕ e o ângulo incidente θ dada por $\sin \theta = n_1 \sin \phi$, obtemos a condição crítica da reflexão interna total como:

$$\theta \leq \arcsen \sqrt{n_1^2 - n_0^2} \quad (2.2)$$

O ângulo θ pode ser escrito como θ_{max} e aproximado para:

$$\theta_{max} \cong \sqrt{n_1^2 - n_0^2} \quad (2.3)$$

θ_{max} , ou ângulo crítico, é o valor do ângulo máximo capaz de confinar a luz dentro do guia de onda, que também é chamado de abertura numérica.

A abertura numérica é um parâmetro dos guias de onda que depende exclusivamente dos índices de refração dos materiais utilizados. Caso o guia de onda seja feito com materiais de índices de refração distintos, para a camada de isolamento e de cobertura, cada uma das interfaces terá uma condição para satisfazer a reflexão interna total. Entretanto, o material que possuir o maior índice de refração é o que determinará o tamanho da abertura numérica do guia de onda, pois quanto menor o contraste entre os índices de refração do núcleo e da cobertura ou revestimento, menor é a abertura numérica. Portanto, se a condição de reflexão interna total for satisfeita na interface do núcleo com o material que possui maior índice de refração, ela consequentemente será satisfeita para a outra interface [22].

2.2.2 Tipos de guias de ondas

Existem diversas configurações utilizadas para o guiamento e o confinamento da luz em guias de onda ópticos. A Figura 2.3 apresenta alguns tipos de configurações utilizadas.

Figura 2.3 – Ilustração das configurações utilizadas para realização do confinamento de luz em guias de onda. Confinamento do eixo x: guias “slab” do tipo índice degrau (a) e índice gradual (b). Confinamento lateral: “raised strip” (c), canal (d), rib (e) e pedestal (f).

Fonte: Autor

Os guias de onda do tipo *slab*, também conhecidos como guias de onda planar, são estruturas ideais, compostas por camadas adjacentes que contêm diferentes índices de refração e espessura. Essa estrutura é simétrica em relação ao eixo de propagação (eixo z) e a um dos eixos transversais ao eixo de propagação, portanto o perfil dos índices de refração só varia ao longo de uma direção (no caso da figura, o eixo x). Os guias de onda *slab* do tipo índice degrau (Figura 2.3 a) apresentam uma camada de índice de refração maior entre duas camadas de índices de refração menor. A luz é guiada dentro da camada de maior índice de refração. Os guias de onda *slab* do tipo índice gradual (Figura 2.3 b) apresentam uma variação gradual do índice de refração, de um valor maior na região do núcleo, para valores menores, na direção externa ao núcleo. Este tipo de estrutura não

possibilita o confinamento lateral da luz. Passamos a descrever as estruturas que possibilitam o confinamento lateral em guias de onda. A estrutura *raised strip* (Figura 2.3 c) apresenta a lateral do núcleo totalmente corroída de forma a definir as paredes laterais de um guia retangular. Na estrutura canal (Figura 2.3 d), o núcleo que é formado por um canal retangular fica envolto por materiais com índices de refração menor. Na estrutura *rib* (Figura 2.3 e) a definição das paredes laterais dos guias é obtida através da corrosão parcial do núcleo. A estrutura pedestal (Figura 2.3 f) é obtida através da deposição do núcleo sobre uma camada de menor índice de refração que foi previamente corroída, ou seja, as paredes laterais são obtidas através da corrosão da camada abaixo ao núcleo. Conforme explicado anteriormente, a estrutura pedestal apresenta uma importante vantagem em relação às demais estruturas apresentadas, que é a eliminação da corrosão da camada de núcleo. Apenas o material que serve como isolamento entre o núcleo e o substrato é corroído, o que dispensa o desenvolvimento de processos específicos de corrosão. Nos guias de onda pedestais fabricados pelo grupo, o material a ser corroído é o SiO_2 . Este é um dos materiais mais utilizados na microeletrônica, portanto o processo de corrosão é bem conhecido. Por esse motivo, a estrutura pedestal foi escolhida para fabricação dos dispositivos do presente trabalho.

2.2.3 Teoria dos modos de propagação

Para o entendimento do funcionamento do IMZ e da teoria de propagação de ondas eletromagnéticas em guias de onda ópticos é necessário o conhecimento dos modos guiados. Os modos guiados são as ondas eletromagnéticas que podem se propagar ao longo dos guias de onda ópticos sem sofrer atenuações (considerando guias de onda ideais que não apresentam perdas). A Figura 2.4 explica os diferentes casos para o surgimento dos modos. Considerando que o meio 1 é o ar ($n_1 = 1$), o meio 3 é o substrato com índice de refração maior que 1 ($n_3 > n_1$), temos dois ângulos críticos, θ_1 e θ_3 , referentes as interfaces 1-2 e 1-3 respectivamente, e o meio 2 corresponde ao núcleo do guia, em que $n_2 > n_1$ e $n_2 > n_3$, temos três casos distintos [13]:

Figura 2.4 – Diferentes formas de propagação de um raio luminoso em um guia de onda: (a) modo de radiação; (b) modo do substrato; (c) modo guiado.

Fonte: Da Silva, D.M. **Fabricação e caracterização de guias de onda baseados em filmes finos e vidros de óxido de metal pesado dopados com Er³⁺ e Yb³⁺ e contendo nanopartículas metálicas para aplicações em dispositivos fotônicos**. 2013. 242 p. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013.

O modo de radiação ocorre quando o ângulo de incidência é pequeno, $\theta_2 < \theta_1$ e θ_3 . A luz incidente é refratada de acordo com a lei de Snell e sai do guia como representado na Figura 2.4 (a). O modo substrato (Figura 2.4(b)) é obtido quando $\theta_2 < \theta_1 < \theta_3$. Neste caso a luz é refratada na interface 3-2 e totalmente refletida na interface 2-1. O modo guiado (Figura 2.4(c)), ocorre na condição $\theta_2 > \theta_1$ e θ_3 . Nessa condição, a reflexão total nas duas interfaces é obtida, o que faz com o que a luz seja confinada no núcleo.

De acordo com a teoria da óptica geométrica, para que ocorra o mecanismo de confinamento da luz em guias de onda ópticos, o ângulo de incidência não deve exceder o valor do ângulo crítico. Porém, mesmo que a luz seja inserida com um ângulo menor que o ângulo crítico (Figura 2.4 c), raios de luz com ângulos arbitrários não serão propagados, devido ao fenômeno de interferência destrutiva que ocorrerá ao longo da propagação nos guias. Existe uma equação, chamada de equação de dispersão, que fornece os valores dos ângulos em que a luz será propagada sem que ocorram interferências destrutivas no guia de onda. Os ângulos que satisfazem as condições da equação de dispersão são chamados de modos. Cada modo está associado a um raio de luz que se propaga com um determinado ângulo. A seguir será explicada através da Figura 2.5 a formação dos modos em um guia de onda *slab* [22].

Consideraremos uma onda propagando-se na direção z , ângulo de inclinação ϕ , de um guia em que a fase da frente de onda plana é perpendicular ao raio de luz. O comprimento de onda e o número de onda da luz no núcleo são λ/n_1 e kn_1 , respectivamente, onde λ é o comprimento de onda da luz no vácuo e k , é a constante de propagação no vácuo dada por $2\pi/\lambda$. As constantes de propagação nos eixos x e z são expressas por:

$$\beta = kn_1 \cos \phi \quad (2.4)$$

$$\kappa = kn_1 \sin \phi \quad (2.5)$$

Figura 2.5 – Raios de luz e suas frentes de onda em um guia de onda [22].

Fonte: K. Okamoto, Fundamentals of optical waveguides, 2nd Ed, San Diego, 2006

Antes da análise da formação dos modos, devemos explicar o efeito da reflexão dos raios na mudança de suas fases. O coeficiente de reflexão de um raio totalmente refletido, que é polarizado perpendicularmente ao plano incidente (plano formado pelos raios incidentes e refletidos), é dado pela equação [22]:

$$r = \frac{A_r}{A_i} = \frac{n_1 \sin \phi + j \sqrt{n_1^2 \cos^2 \phi - n_0^2}}{n_1 \sin \phi - j \sqrt{n_1^2 \cos^2 \phi - n_0^2}} \quad (2.6)$$

Este coeficiente também pode ser escrito na forma complexa, ficando da seguinte forma:

$$r = A + jB = \sqrt{A^2 + B^2} \angle \operatorname{tg}^{-1}(B/A) \quad (2.7)$$

A mudança de fase na reflexão é dada por [22]:

$$\varphi = \operatorname{tg}^{-1}(B/A) = -2\operatorname{tg}^{-1} \frac{\sqrt{n_1^2 \cos^2 \phi - n_0^2}}{n_1 \operatorname{sen} \phi} \quad (2.8)$$

Vamos considerar a diferença de fase entre os dois raios que se propagam no mesmo plano, de acordo com a Figura 2.5, o raio PQ, que se propaga do ponto P ao Q, não sofre influência da reflexão, já o raio RS, que se propaga do ponto R ao S, é refletido duas vezes. Sabendo que os pontos P e R ou os pontos Q e S estão na mesma fase, os caminhos ópticos PQ e RS devem ser iguais, ou a diferença entre eles deve ser um múltiplo de 2π . Sabendo 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 dada por [22]:

$$L_1 = (2a/\operatorname{tg} \phi - 2a \operatorname{tg} \phi) \cos \phi = 2a \left(\frac{1}{\operatorname{sen} \phi} \right) - 2 \operatorname{sen} \phi \quad (2.9)$$

A distância entre os pontos R e S é dada por:

$$L_2 = \frac{2a}{\operatorname{sen} \phi} \quad (2.10)$$

Portanto, a condição de fase para os caminhos ópticos PQ e RS explicado acima deve ser:

$$(kn_1 l_2 + 2\phi) - kn_1 L_1 = 2m\pi \quad (2.11)$$

Onde m é um número inteiro. Substituindo as equações 2.8-2.10 na equação 2.11, nós obtemos a condição para o ângulo de propagação ϕ dada por [22]:

$$\operatorname{tg}(kn_1 a \sin \phi - \frac{m\pi}{2}) = \frac{\sqrt{n_1^2 \cos^2 \phi - n_0^2}}{n_1 \sin \phi} \quad (2.12)$$

A equação 2.12 é a equação de dispersão. As distribuições de campo que satisfazem essa equação são os modos de propagação. O modo que contém o valor mínimo do ângulo ϕ na equação de dispersão ($m=0$) é chamado de modo fundamental. Para valores de $m \geq 1$, são obtidos os outros modos de propagação que contém ângulos maiores [22].

2.2.4 Perdas em guias de ondas

Há diferentes tipos de perdas que podem ocorrer durante a propagação da luz em um guia de onda real. Essas perdas estão associadas às características intrínsecas e imperfeições do material. A atenuação no guiamento é a soma das perdas apresentadas a seguir:

- Irregularidades nas interfaces do núcleo do guia

Em um guia de onda ideal, as interfaces entre o núcleo do guia e as coberturas são livres de irregularidades. Deste modo a luz é guiada ao longo de toda estrutura sem sofrer alterações no ângulo de reflexão interna total. Porém em guias de onda reais, essas interfaces contêm irregularidades decorrentes ou dos processos de fabricação, ou da qualidade das máscaras fabricadas. Essas irregularidades mudam o ângulo no qual a luz propagada incide nas interfaces do núcleo com as coberturas. Isso faz com que o ângulo incidente não obedeça mais a condição da reflexão interna total. Desse modo é possível que a luz seja desviada antes de atravessar o guia. A Figura 2.6 ilustra esse tipo de perda.

Figura 2.6 – Perda por espalhamento nas interfaces

Fonte: Mina, A.M. **Estudo das etapas de fabricação de dispositivos termo-eletro-ópticos utilizando o interferômetro Mach-Zehnder**, 2008. 116 p. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

- Perdas por absorção

Ocorrem em materiais que absorvem parte da radiação usada na propagação. Essa perda pode ser considerada nula na maioria dos materiais dielétricos, contanto que o interior do guia de onda não apresente muitos contaminantes.

- Perdas por radiação

As perdas por radiação (Figura 2.7) acontecem pela diminuição da energia do modo guiado devido à probabilidade de alguns fótons escaparem do guia de onda nas interfaces do núcleo. Em sistemas com baixa eficiência de confinamento de luz, este tipo de perda se torna relevante. O confinamento da luz dentro de um guia de onda faz com que parte dela se propague nas interfaces, originando campos evanescentes. Este tipo de perda é minimizado em guias de onda com alto contraste de índice de refração devido ao alto confinamento óptico da luz na região do núcleo [52–54].

Figura 2.7 - Perda por radiação

Fonte: Siarkowski, A.L. **Implementação de um sensor óptico integrado de pressão baseado no interferômetro Mach-Zehnder (IMZ)**, 2001, 84 p. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.

- Perdas por acoplamento

Para que a luz seja acoplada em um guia de onda pode-se focalizar a luz em uma das extremidades do guia com um ângulo apropriado, de acordo com a Figura 2.8. Este acoplamento depende fortemente das espessuras e dos índices de refração das camadas e do ângulo de incidência do feixe, que deve respeitar a condição de reflexão interna total. A luz pode ser confinada e se propagar na direção do guia ou sobre uma superfície, mas também pode ser atenuada por absorção no sistema. A baixa eficiência do acoplamento pode gerar perdas e comprometer a propagação do feixe de luz.

Figura 2.8 – Acoplamento de luz em um guia de onda.

Fonte: Siarkowski, A.L. **Implementação de um sensor óptico integrado de pressão baseado no interferômetro Mach-Zehnder (IMZ)**, 2001, 84 p. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.

2.3 Interferômetro Mach-Zehnder

O IMZ é um dispositivo óptico cujo princípio de funcionamento consiste na separação de um feixe de luz em dois guias de onda idênticos através de um divisor de feixes chamado de junção Y. Cada um dos guias de onda recebe metade da intensidade de luz inserida na entrada do dispositivo. Em seguida os feixes divididos se juntam na segunda junção Y, simétrica a primeira e são conduzidos pelo guia de saída. A Figura 2.9 apresenta a estrutura de um IMZ.

Figura 2.9 – Ilustração da estrutura do IMZ.

Fonte: Autor

Quando consideramos um interferômetro ideal, ou seja, sem perdas de radiação, e com caminhos ópticos iguais nos dois braços, a intensidade luminosa do feixe na saída é a mesma da entrada. Isso ocorre, pois os feixes de luz que se separam na primeira junção Y estão em fase, e os caminhos ópticos percorridos nos dois braços são iguais. Portanto ao se juntarem na segunda junção Y, ocorrerá a

interferência totalmente construtiva e as intensidades de entrada e saída serão iguais.

Quando o IMZ é utilizado como sensor, um dos braços é utilizado como referência, ou seja, a luz se propaga pelo mesmo sem sofrer alterações na sua fase, e uma região do outro braço, chamado braço sensor, estará sujeita a uma ação externa. Essa ação provoca uma mudança de fase na luz que percorre o braço sensor. Desse modo, os feixes de luz que chegam à segunda junção Y não estão mais em fase, não ocorrendo mais a interferência construtiva. A intensidade da luz na saída do interferômetro é dependente da diferença de fase causada no braço sensor. A equação 2.13 mostra a relação entre a intensidade de saída e a fase [16].

$$I = \frac{I_0}{2} (1 + \cos(\alpha)) \quad (2.13)$$

Na equação acima, o termo I se refere à intensidade de luz na saída do interferômetro, I_0 a intensidade de luz na entrada do interferômetro, (com ambas as unidades em W), e α é a diferença de fase da luz nos dois braços.

A diferença de fase que acontece neste dispositivo possibilita sua utilização como sensor óptico, pois ela pode ser relacionada com os parâmetros que desejamos calcular, como por exemplo, variações de pressão ou de temperatura. Em um dispositivo ideal, a diferença de fase é causada apenas por ações externas. Entretanto, caso o comprimento dos braços do IMZ seja diferente, uma diferença de fase aparecerá devido à diferença de caminho óptico entre eles.

2.3.1 Influência do modo de guiamento

Para que o IMZ seja utilizado como sensor óptico, o ideal é que os guias de onda que compõem o dispositivo tenham comportamento monomodo. Uma das maneiras para fabricar guias monomodo consiste em utilizar materiais com índices

de refração próximos. Porém dependendo dos materiais que são utilizados, fica inviável pesquisar materiais que atendam a essa condição. Outra maneira de conseguir guias de onda monomodo é fabricar guias com larguras finas, menores do que $10\text{ }\mu\text{m}$. Entretanto, dependendo das limitações dos equipamentos e das máscaras utilizadas nos processos de fabricação, pode não ser possível fabricar guias de onda tão finos de boa qualidade.

A principal vantagem da utilização de guias monomodo para construção do Mach-Zehnder e utilização como interferômetro é que haja apenas um modo de guiamento ao longo do dispositivo, para que na saída exista apenas a interferência entre o modo correspondente ao braço referência e um modo correspondente ao braço sensor. Se vários modos se propagarem pelos guias, eles chegarão com velocidades diferentes na segunda junção Y, ocorrendo muitas interferências destrutivas indesejadas. Além disso, para a aplicação em sensores, por exemplo, sensores térmicos, os guias de onda monomodo apresentam uma sensibilidade maior à variação de temperatura [22].

Apesar dos guias monomodo serem ideias para utilização em interferometria, também é possível fabricar sensores ópticos integrados com o dispositivo Mach-Zehnder a partir de guias multimodo. Ao contrario dos guias monomodo, para a obtenção de guias de onda do tipo multimodo, o contraste entre os índices de refração dos materiais utilizados como núcleo e cobertura deve ser maior, ou deve-se utilizar guias de onda mais largos. Com isso eles têm a capacidade de acomodar mais modos. Guias de onda com larguras superiores a $10\text{ }\mu\text{m}$ têm mais chances de apresentar o comportamento multimodo, o que é muito mais fácil de produzir do que os guias monomodo.

Outra vantagem de se fabricar guias multimodo levando em consideração a utilização de materiais com índices de refração distintos é que o campo evanescente dos guias de onda diminui à medida que o contraste dos índices de refração do núcleo e da cobertura aumenta. Além disso, guias de onda multimodo transmitem mais potência do que guias monomodo, já que mais modos transmitem mais potência do que um guia que conduz apenas um modo. A desvantagem da utilização

de guias do tipo multimodo é que eles serão menos sensíveis às variações de temperatura, no caso de sensores térmicos. Além disso, com vários modos se propagando pelos guias, teremos na segunda junção Y do Mach-Zehnder, inúmeras interferências devido as diferentes velocidades dos modos guiados [22].

2.3.2 Perdas de radiação no IMZ

Para que o IMZ funcione, é necessário que os guias de onda que o compõe apresentem baixas perdas de radiação enquanto a luz se propaga ao longo dos braços. Em guias de onda reais, é natural que haja a diminuição da amplitude da onda ao longo de sua propagação devido às características intrínsecas dos guias de onda que podem estar relacionadas com o processo de fabricação e o material utilizado na obtenção dos guias de onda. Os fatores que influenciam a propagação da luz ao longo do dispositivo são: raio de curvatura e formato da junção Y, que serão explicados a seguir.

- Raio de curvatura

Esse tipo de perda ocorre nas regiões do IMZ que são curvas, pois nessas regiões as chances dos raios de luz não estabelecerem o ângulo necessário para que ocorra a reflexão interna total é maior, e dependendo da diferença entre o ângulo do raio de propagação com a região curva, a luz pode ser totalmente perdida. A Figura 2.10 ilustra o efeito do raio de curvatura.

Figura 2.10 – Perda de radiação pelo efeito de raio de curvatura.

Fonte: Mina, A.M. **Estudo das etapas de fabricação de dispositivos termo-eletro-ópticos utilizando o interferômetro Mach-Zehnder**, 2008. 116 p. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

Uma das soluções para evitar esse tipo de perda é diminuir o ângulo de abertura das junções Y. Desse modo o raio de curvatura aumenta, fazendo com que o ângulo de propagação da luz se aproxime do de reflexão interna total. O problema de diminuir o ângulo de abertura das junções Y é que consequentemente a distância entre os braços do interferômetro diminui. Isso não é adequado caso seja inserida alguma estrutura entre os braços do IMZ. O ideal é que os braços estejam a uma distância suficiente para que o braço sensor seja bem isolado do braço referência. Quanto mais próximos estiverem, uma possível ação externa que haja sobre o braço sensor, pode interferir também no braço referência. Desse modo, uma diferença de fase indesejada na luz que se propaga pelo mesmo, pode causar uma diferença na intensidade da luz na saída do dispositivo.

- Formato da junção Y

O formato das junções Y utilizados no IMZ pode influenciar as perdas quando o feixe de luz se separa. Os formatos analisados na literatura são: Abertura linear e senoidal. A Figura 2.11 apresenta esses formatos.

Figura 2.11 – Tipos de junção Y

Fonte: Mina, A.M. **Estudo das etapas de fabricação de dispositivos termo-eletrópticos utilizando o interferômetro Mach-Zehnder**, 2008. 116 p. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

De acordo com a literatura, as perdas são menores para o formato de braços com abertura senoidal, pois a variação do ângulo nesse tipo de estrutura é mais suave do que na linear [20,55,56].

2.3.3 IMZ utilizado como sensor térmico

Conforme explicado anteriormente, o IMZ é um dispositivo que pode ser usado como sensor óptico devido ao efeito de mudança de fase no caminho óptico da luz que percorre os dois braços. Os sensores construídos a partir do Mach-Zehnder podem funcionar de duas maneiras: Através da medida do campo evanescente detectado no braço sensor, ou através da mudança do índice de refração no braço sensor. Os Mach-Zehnders fabricados neste trabalho têm como finalidade a aplicação no sensoriamento de temperatura e pressão. O funcionamento do sensor de temperatura é baseado no efeito termo-óptico [57], que é uma propriedade do material onde o índice de refração se altera com a mudança de temperatura, constituindo o fenômeno que causará a defasagem entre os braços do interferômetro. Com a mudança do índice de refração em uma parte do braço sensor do interferômetro, a luz que se propaga nessa região terá um adiantamento ou um atraso de fase em relação à luz que está se propagando pelo braço referência. Ao se juntarem eles interferirão não mais construtivamente. Isso implicará na mudança da intensidade de saída da luz no interferômetro. Portanto, poderemos identificar a

mudança de um dos parâmetros analisados, como a temperatura. A diferença de fase introduzida no braço sensor é dada pela equação 2.14 [16,25,58].

$$\alpha = (2\pi\Delta nL)/\lambda \quad (2.14)$$

Na equação acima, Δn representa a variação do índice de refração, L o comprimento do guia onde existe a mudança de temperatura e λ o comprimento de onda da luz no núcleo. A relação entre a variação da temperatura no braço sensor e a variação do índice de refração é dada pela equação [59]:

$$\Delta n = \Delta T \text{ cto} \quad (2.15)$$

Na equação acima, ΔT representa a variação da temperatura no braço sensor e cto o coeficiente termo-óptico do material utilizado como núcleo.

2.3.4 IMZ utilizado como sensor de pressão

O princípio de funcionamento do sensor de pressão consiste em aplicar pressão em uma região do braço sensor utilizando um diafragma, que será construído abaixo do braço sensor do IMZ. A aplicação de uma pressão nesta região acarretará em uma movimentação mecânica do diafragma, que resulta em uma diferença de fase α na luz que se propaga no IMZ, alterando a intensidade de luz na saída do dispositivo, conforme explicado pela equação 2.14.

A diferença de fase α está relacionada à diferença de pressão entre os braços do IMZ que se deve a dois efeitos: a deformação mecânica do diafragma, que altera o comprimento óptico no braço sensor e o efeito fotoelástico, que corresponde a mudança do índice de refração dos materiais quando submetidos a um estresse. A equação que relaciona a diferença de fase α com os dois efeitos explicados acima é: [60]

$$\alpha = \beta\Delta L + \int_L \delta\beta dL \quad (2.16)$$

Onde β é a constante de propagação do feixe, ΔL é a variação do comprimento no braço sensor e $\delta\beta$ é a variação da constante de propagação devido à mudança do índice de refração e L é o comprimento ativo do braço sensor.

3 Materiais e Métodos

3.1 Produção dos alvos cerâmicos

Os alvos de BWT utilizados nesse trabalho para deposição dos filmes finos foram produzidos no LTMFO. Foi visto em trabalhos anteriores que a utilização de alvos vítreos era inviável, pois quebravam em função da potência aplicada [13]. Para a produção destes alvos foi escolhida a composição $70 \text{ TeO}_2 - 20 \text{ WO}_3 - 10 \text{ Bi}_2\text{O}_3$ (% molar), pois além de bastante conhecida e estudada em trabalhos anteriores realizados pelo grupo do LTMFO, apresentam boas propriedades ópticas conforme explicadas na seção 2.1.2.

Serão detalhados a seguir os procedimentos (Figura 3.1 a) utilizados na produção dos alvos cerâmicos [15]:

1. **Pesagem e Mistura dos Reagentes:** Inicialmente, os béqueres que são utilizados na pesagem dos reagentes são lavados com detergente neutro e enxaguados em água corrente. Após estarem secos, são limpos com álcool isopropílico, assim como as espátulas que são descartáveis para evitar qualquer tipo de contaminação, tanto dos reagentes quanto do material a ser produzido. Em seguida, os reagentes são pesados em uma balança analítica com precisão de $\pm 0,0001 \text{ g}$, utilizando-se béqueres individuais e exclusivos. Posteriormente são todos misturados em um almofariz de ágata e colocados no molde de prensagem (Figura 3.1 b) com as dimensões do alvo.
2. **Prensagem Uniaxial:** Nesta etapa a mistura colocada no molde passa pelo processo de prensagem, onde é utilizada uma prensa hidráulica

uniaxial e pressão máxima em torno de 4000 kgf/cm^3 . A pressão é elevada lentamente para que haja homogeneidade na compactação da mistura.

3. **Sinterização:** Após a prensagem, o alvo é extraído do molde, usando o próprio embolo, e colocado em uma base de latão (Figura 3.1 c). Posteriormente, é inserido em um forno mufla, sob aquecimento de $2 \text{ }^\circ\text{C/min}$ até a temperatura de $760 \text{ }^\circ\text{C}$ e sinterizado por cerca de 10 horas, conferindo-lhe resistência mecânica e menor fragilidade.

Figura 3.1 – Processos de fabricação dos alvos cerâmicos (a), reagentes constituintes do alvo no molde antes da prensagem (b) alvo cerâmico após o tratamento térmico de sinterização (c).

Fonte: Da Silva, D.M. **Fabricação e caracterização de guias de onda baseados em filmes finos e vidros de óxido de metal pesado dopados com Er^{3+} e Yb^{3+} e contendo nanopartículas metálicas para aplicações em dispositivos fotônicos**. 2013. 242 p. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013.

O tempo de sinterização foi escolhido em função da retração que o material apresenta durante o processo, pois tempos e temperaturas maiores poderiam provocar retração maior do que a esperada, fazendo o material adquirir menores tamanhos e consequentemente, não cobrir a região do eletrodo destinada ao alvo, podendo inviabilizar o processo de deposição.

3.2 Processos de fabricação dos guias de onda pedestais

Para fabricação dos guias de onda e dos IMZs, foram utilizados como substratos, lâminas de silício tipo P, com orientação cristalográfica (100) e resistividade de 10 a 20 $\Omega\cdot\text{cm}$. As etapas de processos utilizadas para a fabricação dos guias de onda pedestais seguem a sequência abaixo:

3.2.1 Limpeza de lâminas

A limpeza de lâminas é realizada para obtenção de uma superfície de silício o mais livre possível de impurezas e rugosidades. A qualidade da superfície das lâminas de silício é essencial para fabricação de dispositivos, tanto ópticos quanto eletrônicos. A limpeza química consiste na imersão das lâminas em soluções químicas padronizadas na seguinte sequência [61]:

1. Enxágue em água DI por 5 minutos para remoção de particulados;
2. Imersão em solução de ácido sulfúrico ($4\text{H}_2\text{SO}_4$) + peróxido de hidrogênio ($1\text{H}_2\text{O}_2$) por 10 minutos. Esta etapa é chamada de limpeza piranha, produz uma reação exotérmica cuja temperatura da solução é maior do que 100°C , o que não necessita de aquecimento. É utilizada para remoção de compostos orgânicos, pois o ácido sulfúrico carboniza compostos orgânicos, e o peróxido de hidrogênio oxida a lâmina de silício;
3. Enxague em água deionizada (DI) por 5 minutos para neutralização da solução anterior;
4. Imersão em solução de 1 HF (ácido fluorídrico) + 20 H_2O por alguns segundos até a lâmina sair seca. Esta solução é utilizada para remoção do óxido de silício formado na etapa anterior. Como o silício é hidrofóbico, quando todo óxido for removido da superfície, ela sairá totalmente seca.
5. Enxague em água DI por 5 minutos para neutralização da solução anterior;

6. Imersão em solução de $1\text{NH}_4\text{OH}$ (hidróxido de amônio) + $1\text{H}_2\text{O}_2$ + $5\text{H}_2\text{O}$ por 10 minutos a uma temperatura de $60\text{-}70^\circ\text{C}$. Esta etapa é utilizada para remoção de material particulado e contaminação metálica. O hidróxido de amônio remove alguns metais através da formação de um íon complexo solúvel em água;

7. Enxague em água DI por 5 minutos para neutralização da solução anterior;

8. Imersão em solução de 1HCL (ácido clorídrico) + $1\text{H}_2\text{O}_2$ + $4\text{H}_2\text{O}$ por 10 minutos a uma temperatura de $65\text{-}70^\circ\text{C}$. Esta etapa, junto com a etapa 6, é chamada de limpeza RCA. A solução a base de ácido clorídrico remove todos os metais que não são removidos na etapa 6. O peróxido de hidrogênio oxida a lâmina e os metais;

9. Enxague em água DI por 5 minutos para neutralização da solução anterior;

10. Imersão em solução de 1HF + $20\text{H}_2\text{O}$ por alguns segundos até a lâmina sair seca. Esta limpeza tem a mesma função da limpeza explicada na etapa 4.

11. Enxague em água DI por 5 minutos para neutralização da solução anterior;

3.2.2 Oxidação térmica úmida

Esta etapa é realizada para obtenção do dielétrico mais importante da tecnologia do silício, o SiO_2 , que é utilizado como camada de isolamento dos guias de onda. As espécies oxidantes utilizadas são oxigênio e vapor d'água, e no caso da oxidação térmica úmida, é o vapor d'água. A reação química que descreve a oxidação térmica úmida do silício é [38]:

Conforme o óxido de silício cresce, a lâmina de silício é consumida, assim a interface Si/SiO_2 muda de posição. A temperatura utilizada para a oxidação térmica varia de 700°C - 1200°C , e quanto maior a espessura de óxido desejada maior o tempo de oxidação. A Figura 3.2 representa o perfil da lâmina de silício após a oxidação térmica úmida.

Figura 3.2 – Oxidação térmica úmida da lâmina de silício.

Fonte: Autor

O processo de oxidação térmica úmida foi realizado em um forno convencional da Thermco Systems no Laboratório de Sistemas Integráveis da Escola Politécnica da USP (LSI/EPUSP), utilizando os parâmetros mostrados na Tabela 3.1, baseados em trabalhos realizados anteriormente pelo grupo.

Tabela 3.1 – Parâmetros do processo de oxidação térmica úmida

Fluxo de H ₂ O (Vapor d'água)	Temperatura	Tempos	Espessuras Aproximadas
2 litros/minuto	1150°C	2h / 5h	1 µm / 1,4 µm

3.2.3 Deposição de cromo como máscara de corrosão

A deposição de cromo é feita pela técnica *Magnetron Sputtering*, explicada na seção 2.1.2 deste trabalho. O filme de cromo serve como máscara para corrosão do SiO₂, devido a sua alta seletividade com o plasma utilizado na corrosão e também pela boa aderência com o óxido. Por se tratar de um material metálico, é possível utilizar altas potências para deposição. Os parâmetros do processo de deposição do cromo foram baseados em trabalhos anteriores, e foram utilizados dois equipamentos diferentes. Um deles é o equipamento do LTMFO da Fatec-SP, o

outro o da sala limpa do Laboratório de Microeletrônica da Escola Politécnica da USP (LME/EPUSP). Os referidos parâmetros são mostrados nas tabelas abaixo.

Tabela 3.2 – Parâmetros do processo de deposição de cromo usados no equipamento do LTMFO/FATEC-SP

Pressão de trabalho	Potência RF	Fluxo de argônio	Tempo	Espessura aproximada
5 mTorr	70 W	18 sccm	1 hora	130 nm

Tabela 3.3 – Parâmetros do processo de deposição de cromo usados no equipamento do LME/EPUSP

Pressão de trabalho	Potência RF	Fluxo de argônio	Tempo	Espessura aproximada
5 mTorr	70 W	10 sccm	12 minutos	120 nm

A Figura 3.3 apresenta o perfil da lâmina após a etapa de deposição de cromo.

Figura 3.3 – Deposição de cromo por Magnetron Sputtering

Fonte: Autor

3.2.4 Definição da região dos guias

Essa etapa consiste no processo denominado litografia óptica, utilizado para transferência de padrões geométricos de uma máscara para uma fina camada de material sensível a radiações, para uma lâmina de um dado material. Todo processo de litografia é composto pelas seguintes etapas: Limpeza, desidratação, cobertura, tratamento térmico, exposição, revelação / estabilização. A Figura 3.4 ilustra as principais características dos processos litográficos citados acima.

Figura 3.4 - Etapas de um processo de litografia óptica

Fonte: Autor

A etapa de limpeza é importante para que sejam removidos particulados ou contaminações provenientes de processos anteriores e varia de acordo com o material que compõe o substrato. A etapa da desidratação é feita para que seja retirada a umidade da superfície da amostra. Ela pode ser feita em estufa (150°C) ou com álcool isopropílico no *spinner*. Na etapa de aplicação do resiste, deve ser obtida uma camada uniforme do material, para evitar defeitos provenientes da não uniformidade do mesmo. Na etapa seguinte, o resiste é tratado termicamente para que seja evaporado parte do solvente da matriz polimérica, e ativado o elemento

foto-sensível. Para a realização deste tratamento, utiliza-se um forno de convecção, ou uma chapa quente. Na etapa de exposição, os padrões da máscara são transferidos ao fotorresiste utilizando luz ultravioleta (UV) para sensibilização da região do fotorresiste que será removida posteriormente. É importante utilizar uma fotoalinhadora nesta etapa, para que não haja erros no alinhamento das máscaras. Na etapa de revelação o fotorresiste que foi sensibilizado pela luz UV é removido, e na estabilização o fotorresiste é submetido a outro tratamento térmico para evaporação do solvente, tornando-o mais rígido para ser submetido aos demais processos. Após todas as etapas do processo de litografia, a estrutura obtida na lâmina é apresentada na Figura 3.5:

Figura 3.5 – Definição da região dos guias de onda e Mach-Zehnder por litografia óptica

Fonte: Autor

Foram utilizadas duas máscaras diferentes para o processo de litografia das estruturas dos guias de onda e IMZs. A primeira máscara (Figura 3.6), contém estruturas horizontais de 4 cm de comprimento, com larguras de 1 a 10 μm (intervalo de 1 μm), de 10 a 20 μm (intervalo de 2 μm) e de 20 a 100 μm (intervalo de 10 μm) e Mach-Zehnders de larguras de 7, 8, 10 e 30 μm . Os parâmetros e materiais dos processos de litografia utilizando a referida máscara foram realizados na sala limpa do LME/EPUSP e estão descritos abaixo:

Fotorresiste: AZ-1518

Deposição por *spin-coating*: *Spinner* com rotação de 3000 rpm por 30 segundos ($\sim 2 \mu\text{m}$);

Tratamento térmico: 20 minutos a 80°C em estufa para evaporação do solvente do fotorresiste;

Exposição: Exposição por 10 segundos de luz ultravioleta (UV) na alinhadora MJB3 (*Karl Suss*);

Revelação: Aproximadamente 1 minuto no revelador AZ 351 *Developer*;

Estabilização: 30 minutos a 100°C no forno para ativar reação nas regiões expostas à luz UV;

A segunda máscara, apresentada na Figura 3.7, contém conjuntos de estruturas horizontais com larguras de 1 a $5 \mu\text{m}$, 20 estruturas do tipo IMZ de 6 cm de comprimento com aberturas senoidais, larguras de linha de 3, 4 e $5 \mu\text{m}$, e variação do ângulo de abertura de 1° a $1,4^\circ$ com variação de $0,1^\circ$. Os processos de litografia utilizando essa máscara foram realizados no LSI/EPUSP, através dos seguintes parâmetros:

Fotorresiste: AZ-1518

Deposição por *spin-coating*: *Spinner* com rotação de 3500 rpm por 20 segundos;

Tratamento térmico: 90 segundos a 105°C em prato quente para evaporação do solvente do fotorresiste;

Exposição: Exposição por 8 segundos de luz UV na alinhadora

Revelação: Aproximadamente 40 segundos no revelador AZ 351 *Developer*;

Estabilização: 5 minutos a 135°C em prato quente para ativar reação nas regiões expostas à luz UV;

As figuras a seguir apresentam o *layout* das referidas máscaras.

Figura 3.6 – Máscara contendo estruturas horizontais e do tipo Mach-Zehnders [62].

Fonte: Carvalho, D.O. **Desenvolvimento de processos de fabricação de dispositivos óptico integrados em tecnologia de silício para aplicação em sensoriamento**, 2012. 129 p. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.

Figura 3.7 – Máscara contendo Mach-Zehnders do conjunto de máscaras do sensor de pressão.

Fonte: Siarkowski, A.L. **Implementação de um sensor óptico integrado de pressão baseado no interferômetro Mach-Zehnder (IMZ)**, 2001, 84 p. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.

3.2.5 Remoção do cromo

A remoção do cromo é feita pelo processo de corrosão úmida. Esse processo emprega líquidos e ácidos perigosos como o ácido fluorídrico que corroem o material de maneira isotrópica (ocorre em todas as direções). Com isto esse processo resulta em uma remoção lateral indesejada.

Um ataque básico de corrosão úmida pode ser dividido em três etapas básicas: (1) transporte de reagentes para a superfície a reagir, (2) reação entre o ácido de ataque e o material a ser removido, (3) transporte dos produtos a partir da superfície [38].

A corrosão úmida apresenta uma maior taxa de corrosão do que a corrosão seca, o que caracteriza sua principal vantagem. Apesar do perfil isotrópico de corrosão, nesta etapa o cromo é utilizado apenas como máscara, e o tempo de corrosão é curto. Portanto, a rugosidade lateral decorrente deste processo não é tão relevante para o processo seguinte que é a corrosão por plasma do óxido. O restante de cromo dessa etapa é removido posteriormente. A solução utilizada para remoção do cromo é o $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$ (nitrato cérico amoniacal), e o tempo de corrosão é de aproximadamente 2 minutos. Após a remoção do cromo, a lâmina fica com o seguinte perfil:

Figura 3.8 – Corrosão úmida do cromo utilizando nitrato cérico amoniacal.

Fonte: Autor

3.2.6 Corrosão por plasma do óxido

A corrosão por plasma, caracterizada como uma corrosão seca é um processo realizado por plasma e tem um perfil anisotrópico (ocorre apenas em uma direção). É menos vulnerável à corrosão lateral indesejada, porém é mais lenta do que a corrosão úmida. Nesta etapa é obtida a estrutura pedestal através da corrosão anisotrópica do SiO_2 . O processo se dá através de um gás, como o CF_4 , sob-baixa pressão e ionizado por um campo elétrico. A remoção do material se dá através do bombardeamento de íons de alta energia.

A corrosão por plasma oferece a importante vantagem de conseguir eliminar a manipulação e o consumo de quantidades relativamente grandes de ácidos perigosos e dos solventes usados na corrosão úmida.

A corrosão por plasma consiste basicamente nas seguintes etapas que estão ilustradas na Figura 3.9: (1) geração de espécies reativas em um plasma, (2) difusão dessas espécies para a superfície do material a ser corroído, (3) adsorção destas espécies na superfície, (4) ocorrência de reações químicas entre as espécies e o material a ser corroído, (5) dessorção dos subprodutos da superfície e (6) a difusão dos subprodutos dessorvidos na massa do gás [63]. A Figura 3.9 apresenta as etapas do processo de corrosão por plasma.

Figura 3.9 – Etapas de um processo de corrosão por plasma

Fonte: Betanzo, C.R. **Corrosão por plasma para tecnologias cmos e microssistemas**, 2003. 166 p. Tese (Doutorado) – Engenharia Elétrica e Computação, Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 2003.

Se qualquer uma das etapas descritas acima não ocorrer, o ciclo total da corrosão é detido. Para a corrosão do SiO_2 , diversos gases podem ser utilizados no processo, dentre eles os gases CF_4/H_2 , C_2F_6 , C_3F_8 , CHF_3/O_2 [38].

Neste processo, o gás utilizado para corrosão do SiO_2 das lâminas é o CHF_3/O_2 , por meio do reator encontrado na sala limpa do LME/EPUSP. O plasma de oxigênio remove o fotorresiste, e portanto para que o processo seja bem sucedido, a deposição do filme de cromo é necessária para servir como máscara junto com o fotorresiste. As condições utilizadas pelo reator são descritos na tabela abaixo:

Tabela 3.4 – Parâmetros do processo de corrosão por plasma

Pressão de trabalho	Potência RF	Fluxo de CHF ₃	Fluxo de O ₂
50 mTorr	100 W	40 sccm	40 sccm

A utilização de materiais metálicos como máscara em processos de corrosão por plasma tem um efeito indesejado chamado *micromasking* [64]. Durante a corrosão, algumas partículas de cromo migram para a superfície do material que está sendo corroído, atuando como micromáscaras que impedem a corrosão em pequenas áreas, gerando altas rugosidades dependendo do tempo de processo. Devido ao alto tempo de corrosão utilizado para a formação da estrutura pedestal em maioria das amostras produzidas, os processos de corrosão por plasma foram realizados em mais de uma etapa. Por exemplo, um processo de corrosão de 90 minutos, é realizado em três etapas de 30 minutos. Entre cada etapa de corrosão, e após a última etapa, as lâminas são submetidas a uma solução de ácido nítrico e água (1:10) por 10 segundos. Essa solução remove as partículas de cromo da superfície corroída, e também suaviza a rugosidade da mesma. Esse procedimento é chamado de *dip*. É importante ressaltar que esse procedimento não impede totalmente que a superfície fique rugosa, apenas minimiza o efeito *micromasking*. Porém é muito importante para a fabricação de guias de onda pedestais de boa qualidade.

A Figura 3.10 mostra o perfil do dispositivo após a corrosão por plasma do SiO₂.

Figura 3.10 – Corrosão por plasma do óxido de silício.

Fonte: Autor

3.2.7 Remoção do cromo

Após a etapa de corrosão do SiO_2 , a estrutura pedestal é criada, e o filme de cromo é removido. Entretanto, como o cromo foi submetido a um processo de plasma, sua composição é modificada. Por esse motivo o tempo de remoção utilizando o nitrato cérico amoniacal é mais longo do que o da etapa subsequente a litografia óptica. Essa solução mancha as amostras quando submetidas por muito tempo. Por esse motivo, em algumas amostras a remoção do cromo foi feita em duas etapas: A primeira etapa consiste na imersão das lâminas na solução $1\text{NH}_4\text{OH} + 1\text{H}_2\text{O}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$ (RCA 1) por uma hora e meia a 70°C . Essa solução foi escolhida, pois além de atacar alguns metais como o cromo, também suaviza a rugosidade da superfície do SiO_2 , sem comprometer as paredes laterais da estrutura pedestal. O cromo não é totalmente removido nesta etapa, pois levaria muito tempo para removê-lo completamente utilizando apenas o RCA 1. Portanto na segunda etapa, novamente, a solução de nitrato cérico amoniacal é utilizada. Devido ao efeito da solução da primeira etapa, o cromo é removido nessa etapa em aproximadamente 1 minuto, e desse modo, o SiO_2 exposto não é comprometido. A Figura 3.11 apresenta a estrutura pedestal após a remoção do cromo.

Figura 3.11 – Estrutura pedestal obtida após remoção do cromo.

Fonte: Autor

3.2.8 Deposição do núcleo do guia de onda

A deposição do filme vítreo utilizado como núcleo do guia de onda é realizada pela técnica *Magnetron Sputtering*. Nesse processo é importante a obtenção de uma alta uniformidade de espessura e baixa rugosidade superficial do filme obtido, para geração de guias de onda de alta qualidade. Cabe acrescentar que a utilização de potências da ordem de 100W ou maiores podem quebrar o alvo devido ao aquecimento local. Pelo fato do material ser um isolante, o aquecimento é gerado pelo acúmulo altamente energético de cargas superficiais, e também é capaz de induzir mudanças de fase no material. Portanto, utilizar baixas potências é uma condição para melhorar o processo e manter a integridade do alvo.

Os parâmetros utilizados no processo de deposição do filme BWT estão descritos na tabela abaixo:

Tabela 3.5 – Parâmetros do processo de deposição do BWT

Pressão de trabalho	Potência RF	Fluxo de Argônio	Fluxo de O ₂
5 mTorr	40 W	18 sccm	6 sccm

O perfil final dos guias de onda pedestais com o filme BWT depositado é apresentado na Figura 3.12.

Figura 3.12 – Deposição do núcleo dos guias de onda por Magnetron Sputtering.

Fonte: Autor

Após a deposição do filme BWT, foi realizado um tratamento térmico a uma temperatura de 360° por 3 horas, baseando-se em trabalhos realizados anteriormente pelo grupo [14]. Este tratamento térmico é realizado em todos os dispositivos produzidos, de forma a melhorar a transparência do filme depositado.

3.3 Processos de fabricação dos sensores térmicos

As etapas de processo explicadas na seção anterior apresentam apenas a fabricação dos IMZs sem estruturas adicionais que possibilitam sua aplicação em sensores. A seguir, serão explicadas as etapas de processo utilizadas para a construção dos dispositivos que atuam como sensores ópticos de temperatura. Para fabricação destes dispositivos utilizaremos um filamento metálico que aquecerá o braço sensor devido ao efeito joule que ocorre quando aplicamos uma corrente nele. Deste modo o calor gerado causará a mudança de fase entre os feixes propagados nos braços do Mach-Zehnder. Além disso, serão feitas cavidades abaixo do braço

sensor do Mach-Zehnder de modo que o calor gerado pelo filamento de cromo não se propague para o braço referência. Essas cavidades são construídas através da corrosão do silício utilizando a solução hidróxido de potássio (KOH). São construídas duas cavidades entre o braço sensor, portanto a solução de KOH entra pelas cavidades e remove o silício que está sob esse braço, deixando-o suspenso e isolado termicamente. A figura abaixo apresenta o perfil do dispositivo que será construído com as cavidades ópticas e o filamento metálico.

Figura 3.13 – Estrutura dos sensores de temperatura com filamentos metálicos e cavidades ópticas.

Fonte: Autor

O estudo da fabricação das cavidades e dos filamentos foi realizado em um trabalho anterior no LME/EPUSP [36]. A partir desse trabalho, foram fabricadas duas máscaras novas, que em conjunto com os IMZs apresentados na máscara da Figura 3.6, constituem as estruturas para fabricação dos sensores de temperatura. As figuras abaixo apresentam as máscaras fabricadas.

Figura 3.14 – Máscara contendo as estruturas dos filamentos metálicos

Fonte: Autor

Figura 3.15 – Máscara contendo as estruturas das cavidades

Fonte: Autor

As etapas de processos a seguir serão explicadas, a partir da estrutura pedestal obtida na Figura 3.11.

3.3.1 Deposição do material de filamento metálico

O cromo e o alumínio são os materiais disponíveis para utilização como filamento metálico do sensor de temperatura. Em relação às propriedades elétricas e químicas desses materiais (por exemplo, ponto de fusão e condutividade elétrica),

ambos apresentam características favoráveis para a finalidade em questão. O alumínio foi escolhido como filamento metálico, pois o cromo será utilizado em uma etapa posterior. A deposição de alumínio foi feita por evaporação térmica por meio do equipamento encontrado na sala limpa do LSI/EPUSP. Os parâmetros do processo estão descritos na tabela abaixo:

Tabela 3.6 – Parâmetros do processo de evaporação do alumínio

Pressão de trabalho	Corrente de aquecimento	Massa de alumínio	Tempo de evaporação	Espessura aproximada
2×10^{-2} mTorr	58 A	180 mg	1 minuto	1 μ m

3.3.2 Definição da região dos filamentos

Nesta etapa as estruturas do filamento metálico serão definidas através da litografia óptica. A Figura 3.14 apresenta a máscara utilizada nessa etapa:

Os parâmetros do processo de litografia são os mesmos descritos na seção 3.2.4. Para a corrosão úmida do alumínio, foi utilizada a solução $175 \text{ H}_3\text{PO}_4 + 70 \text{ H}_2\text{O} + 15 \text{ HNO}_3$ aquecida a 40°C , por 3 minutos. A Figura 3.16 apresenta a estrutura do dispositivo após a etapa de definição dos filamentos.

Figura 3.16 – Região dos filamentos de cromo definida no dispositivo.

Fonte: Autor

Após a realização da litografia, o fotorresiste deve ser totalmente removido, para que sejam depositados outros materiais sobre a lâmina.

3.3.3 Deposição das máscaras de corrosão do KOH

Essa etapa tem como finalidade a deposição de materiais que sirvam como máscara para corrosão de KOH. Para que a construção das cavidades seja efetiva, o filamento metálico e a estrutura pedestal não podem ser prejudicados. Será utilizada uma solução de KOH diluída 45% a uma temperatura de 85°C. Ela apresenta taxa de corrosão do silício de aproximadamente 48 $\mu\text{m/h}$, e a distância entre as cavidades é de 130 μm . Como a solução entrará por duas cavidades, a taxa de corrosão dobra, portanto o tempo necessário de corrosão é de aproximadamente 1,5 horas. Esse tempo de corrosão é suficiente para o KOH remover completamente o filamento de alumínio e atacar grande parte da estrutura pedestal. O Si_3N_4 e o SiO_xN_y são materiais que apresentam boa resistência a corrosão do KOH, e são facilmente obtidos pela técnica CVD. O SiO_xN_y foi escolhido como material de máscara por não apresentar o problema de estresse mecânico que ocorre com a deposição de filmes finos de Si_3N_4 . O SiO_xN_y pode ser removido por plasma ou por corrosão úmida utilizando a solução BOE (*Buffered Oxide Etch*). Entretanto ambas as alternativas atacariam também a estrutura pedestal abaixo desse filme. Portanto,

uma fina camada de cromo é depositada antes do filme fino de SiO_xN_y . Desse modo, os processos utilizados para remoção da máscara não atacam as estruturas abaixo do cromo, e o mesmo é facilmente removido com nitrato cérico amoniacal. Nessa etapa o cromo apresenta uma vantagem em relação ao alumínio que é a maior resistência a solução KOH. Caso a máscara SiO_xN_y apresente defeitos estruturais que permitam que o KOH penetre pela estrutura e ataque os materiais que estão abaixo dele, o cromo protegerá de maneira mais eficiente as estruturas litografadas da lâmina.

Os filmes finos de SiO_xN_y foram obtidos pela técnica PECVD, utilizando o reator encontrado no LME/EPUSP, cujos parâmetros estão descritos na tabela abaixo:

Tabela 3.7 – Parâmetros do processo de deposição do SiO_xN_y

Pressão de trabalho	Potência RF	Fluxo de N_2	Fluxo de N_2O	Fluxo de SiH_4	Tempo	Espessura aproximada
100 mTorr	200 W	45 sccm	30 sccm	30 sccm	1 hora	1 μm

A taxa de corrosão desse filme de SiO_xN_y na solução de KOH utilizada para a abertura das cavidades é de aproximadamente 250 nm/h. Portanto o filme depositado é espesso suficiente para resistir ao processo de corrosão úmida do silício.

3.3.4 Definição da região das cavidades

A litografia realizada nesta etapa tem como intuito definir as regiões das cavidades pelas quais a solução de KOH entrará para realizar a corrosão úmida do silício. A máscara utilizada nessa etapa foi apresentada através da Figura 3.15.

Em seguida, o SiO_xN_y , o cromo e o SiO_2 são removidos das regiões não protegidas pelo fotorresiste de modo que o silício fique exposto para posteriormente ser removido para construção da cavidade do braço sensor. O primeiro material a

ser removido é o SiO_xN_y . A remoção do SiO_xN_y foi feita utilizando a solução BOE. Em seguida, o cromo, o SiO_2 e o fotorresiste são removidos utilizando o nitrato cérico amoniacal, o BOE, e acetona aquecida, respectivamente. A Figura 3.17 apresenta o perfil do dispositivo após a definição da região das cavidades

Figura 3.17 – Região das cavidades definidas por litografia óptica.

Fonte: Autor

3.3.5 Corrosão úmida do silício

Nesta etapa parte do silício que está sob o braço sensor dos dispositivos será removido utilizando a solução KOH. Este tipo de corrosão é muito utilizado quando desejamos realizar uma corrosão úmida anisotrópica. Uma consideração importante a ser feita é que a taxa de corrosão depende do tipo de orientação cristalográfica do silício. Foi verificado na literatura que o plano cristalográfico (100) possui maior taxa de corrosão, e o plano (111) é o plano que possui a menor taxa de corrosão [35].

Para o presente trabalho, as estruturas das máscaras utilizadas foram impressas a 45° em relação ao eixo do chanfro da lâmina com o único propósito de se realizar a corrosão anisotrópica do silício nessa etapa.

As lâminas utilizadas para fabricação dos dispositivos tem orientação (100), portanto a corrosão feita através do KOH será bem efetiva. Cabe ressaltar que o tempo de corrosão utilizado foi de 90 minutos, a uma solução de KOH diluída a 45%, aquecida a uma temperatura de 85°C.

3.3.6 Remoção dos materiais

Após a construção das cavidades, todos os materiais depositados sobre o SiO_2 devem ser removidos, com exceção do alumínio que serve como filamento metálico. O SiO_xN_y é removido através da solução BOE e o cromo pelo nitrato cérico amoniacal. É importante realizar uma etapa de limpeza química das lâminas antes da deposição do núcleo do guia, para que a interface entre a camada de isolamento e do núcleo não seja comprometida. A limpeza realizada é a RCA, cujo procedimento foi explicado na seção 3.2.1.

A figura abaixo apresenta a estrutura do dispositivo após a remoção dos materiais de máscara, com as cavidades ópticas e os filamentos metálicos definidos.

Figura 3.18 – Estrutura do sensor térmico após a definição das cavidades ópticas e o filamento metálico.

Fonte: Autor

3.3.7 Deposição do núcleo do guia

Essa etapa foi realizada com os mesmos parâmetros explicados na seção 3.2.8. A deposição do núcleo do guia de onda foi realizada por último de modo que as soluções utilizadas nas etapas anteriores não modificassem o filme depositado nessa etapa, a fim de não comprometer a propagação da luz por essa região. O perfil final do dispositivo é apresentado na Figura 3.19.

Figura 3.19 – Deposição do núcleo dos guias de onda por Magnetron Sputtering.

Fonte: Autor

Nessa etapa o filamento de alumínio é encoberto pelo filme fino BWT. Entretanto isso não impede que seja aplicada corrente nele. Uma das soluções é raspar o filme BWT com uma agulha ou alfinete até que o filamento de alumínio seja alcançado. Para nos certificarmos que o filamento foi alcançado, à medida que o BWT é raspado, sua resistência é medida. Esse filme, por se tratar de um material vítreo, apresenta alta resistência elétrica em comparação com o alumínio, que é um metal. Portanto, quando a resistência medida atingir a ordem de alguns ohms, comprova-se que o filme BWT foi removido.

Após a fabricação dos sensores, as lâminas de silício devem ser cortadas, de modo que seja possível a inserção de luz na entrada do dispositivo e a medida de potência na saída. Como a litografia dos IMZs foi realizada a 45°, não é possível clivar as lâminas na orientação cristalográfica do silício. Para isso, foi utilizado um

equipamento de corte de materiais localizado no Centro de Lasers e Aplicações (CLA) do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN) da USP.

A máquina de corte de fio utiliza uma solução de carbeto de silício (SiC) como agente de abrasão, com granulometria de 27 micras, misturada com um agente refrigerante de Etileno Glicol. Essa solução é passada no fio de aço de 0,25 mm de diâmetro durante o corte dos materiais. O fio que direciona o corte é tensionado para manter a posição da amostra fixa e flexível o bastante para agir como limitador de força. A velocidade de movimentação do fio deve ser controlada para garantir a integridade das lâminas de silício. Para fixar as lâminas no porta-amostras, pode ser utilizado uma fita dupla face ou cera de abelha. A vantagem da cera de abelha é a maior segurança na etapa da retirada das amostras, e a mesma é facilmente removida com acetona. É recomendável que seja depositado algum material na superfície das lâminas de silício que serão cortadas para proteger os dispositivos fabricados, pois as soluções de SiC, Etileno Glicol ou acetona podem comprometer na qualidade dos dispositivos. Nesse trabalho, o corte das lâminas foi realizado após a etapa de litografia da região das cavidades, pois os filmes de cromo e SiO_xN_y estão protegendo a estrutura pedestal. A Figura 3.20 apresenta o equipamento utilizado para o corte das lâminas.

Figura 3.20 – Equipamento utilizado para corte de materiais do CLA/IPEN

Fonte: Autor

3.4 Processos de fabricação dos sensores de pressão

A seguir, serão explicadas as etapas de processo utilizadas para a construção dos dispositivos que atuam como sensores ópticos de pressão. Para fabricação destes dispositivos utilizaremos um diafragma que será construído nas costas da lâmina, que estará alinhado com o braço sensor do IMZ. É através do diafragma que se pretende aplicar uma diferença de pressão entre o braço sensor e o braço referência. O diafragma será construído pelo processo de corrosão úmida do silício com a solução KOH. A figura abaixo apresenta a estrutura que se deseja obter do sensor óptico de pressão.

Figura 3.21 – Estrutura de um sensor óptico com o diafragma construído

Fonte: Autor

As simulações realizadas sobre o funcionamento desse sensor, assim como o projeto das dimensões dos diafragmas foi realizado em um trabalho anterior no LSI/EPUSP [60]. A partir desse trabalho, foram adaptadas as etapas de processo para que o sensor seja fabricado com a estrutura pedestal e o BWT como material de núcleo, ao invés da utilização dos guias de onda do tipo *rib* com Si_3N_4 como camada de núcleo.

As etapas de processo serão explicadas a partir da estrutura pedestal apresentada na Figura 3.11.

3.4.1 Deposição de SiO_xN_y e definição dos diafragmas

Nessa etapa o SiO_xN_y foi depositado nas costas da lâmina de silício, e servirá como máscara de corrosão para o KOH. A deposição de SiO_xN_y foi feita no reator encontrado no LME/EPUSP, cujos parâmetros de processo são os mesmos descritos na seção 3.3.3, com exceção do tempo de deposição, pois nessa etapa o material de máscara ficará exposto a solução de KOH por muito mais tempo do que ficou para fabricação dos sensores de temperatura. Foi depositado um filme de aproximadamente $2,5\text{ }\mu\text{m}$ de espessura, para garantir a proteção das regiões que não devem ser corroídas. A Figura 3.22 apresenta o perfil do dispositivo considerando a deposição dos materiais nas costas da lâmina.

Figura 3.22 – Perfil do sensor de pressão após a deposição de SiO_xN_y

Fonte: Autor

Em seguida, é realizada a etapa de litografia óptica com intuito de definir a estrutura dos diafragmas nas costas da lâmina. A figura abaixo apresenta o fotolito com a máscara utilizada para obtenção dos diafragmas.

Figura 3.23 – Fotolito com as estruturas dos diafragmas e as respectivas marcas de alinhamento

Fonte: Siarkowski, A.L. **Implementação de um sensor óptico integrado de pressão baseado no interferômetro Mach-Zehnder (IMZ)**, 2001, 84 p. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.

O alinhamento dos IMZs definidos na primeira litografia com os diafragmas apresentados na figura acima é realizado através de um sistema litográfico que permite a visualização das marcas de alinhamento em ambas as faces. Após a etapa de litografia dos diafragmas, o SiO_xN_y e o SiO_2 são removidos pela solução BOE, de modo que o silício fique exposto.

Figura 3.24 – Perfil do sensor óptico de pressão após a remoção dos materiais sobre o silício para definição dos diafragmas.

Fonte: Autor

3.4.2 Corrosão do silício para construção dos diafragmas e deposição do núcleo dos guias de onda

Para realização dessa etapa, a parte da frente da lâmina, na qual contém as estruturas dos guias de onda e IMZs, deve ser protegida, de modo que o KOH não ataque às estruturas pedestais. Para isso, foi utilizado um aparato, mostrado na Figura 3.25, confeccionado em Teflon, que expõe somente uma das faces da lâmina. Desse modo é possível realizar processos de corrosão úmida de lâminas em apenas uma face.

Figura 3.25 – Vista em corte do aparato utilizado na corrosão por KOH

Fonte: Siarkowski, A.L. **Implementação de um sensor óptico integrado de pressão baseado no interferômetro Mach-Zehnder (IMZ)**, 2001, 84 p. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.

A solução de KOH utilizada nessa etapa é a mesma que foi mostrada na seção 3.3.5 desse trabalho. Para a fabricação dos diafragmas, deve-se corroer no mínimo 300 μm do silício. Como o KOH tem uma taxa de corrosão de aproximadamente 48 μm por hora, serão necessárias no mínimo 6 horas e meia de processo.

Após a definição dos diafragmas, os materiais depositados nas costas da lâmina não precisam ser removidos. Finalmente, o filme fino BWT é depositado na

parte da frente da lâmina, com os parâmetros apresentados na seção 3.2.8. A Figura 3.26 apresenta o perfil final do sensor óptico de pressão.

Figura 3.26 – Perfil final do sensor óptico de pressão

Fonte: Autor

3.5 Técnicas de caracterização

Para a caracterização dos filmes finos e das estruturas dos guias de onda foram usadas as seguintes técnicas de caracterização: perfilometria, elipsometria, microscopia eletrônica de varredura (MEV), e espectrometria de transmitância na região do visível e infravermelho. Uma breve descrição de cada técnica será apresentada a seguir.

3.5.1 Perfilometria

É uma das técnicas mais simples e utilizadas para realização de medidas de espessura de filmes finos depositados ou corroídos. O equipamento utilizado para essa técnica chama-se perfilômetro. Ele é capaz de detectar variações de altura utilizando uma agulha que se movimenta lentamente através da superfície dos materiais. Para as medidas de espessura dos filmes produzidos e determinação de taxas de deposição ou corrosão de processos realizados neste trabalho, utilizamos o perfilômetro existente no LME-EPUSP.

3.5.2 Elipsometria

A técnica de elipsometria envolve a incidência de um feixe colimado elipticamente polarizado de luz monocromática sobre a superfície de uma amostra e a posterior determinação do estado de polarização do feixe refletido. Essa medição nos permite obter o índice de refração e a espessura da amostra analisada. É importante destacar que para a obtenção desses parâmetros é preciso dar ao equipamento um valor inicial de espessura próximo ao real da amostra medida. Caso sejam informados valores de espessura afastados do valor real, os valores obtidos pelo equipamento serão equivocados.

O equipamento utilizado nesse trabalho é um elipsômetro *Rudolph Research Auto*, existente no LSI-EPUSP. Foram analisados filmes finos depositados sobre substrato de silício, sob incidência de um feixe com comprimento de onda de 632,8 nm.

3.5.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi utilizada neste trabalho para a caracterização morfológica dos guias de onda, análises de rugosidade e do perfil de corrosão dos filmes. As análises de MEV foram feitas no equipamento *Nova NanoSEM* da *Fei Company* no LSI-EPUSP e no equipamento JCM 6000 do Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais (LPCM) da Fatec-SP. O substrato utilizado foi o silício, e as tensões aceleradoras sempre da ordem de 20 kV. Foi utilizada uma inclinação de 45° no porta-amostra a fim de se observar o perfil lateral dos guias fabricados.

3.5.4 Espectrometria de Transmitância

Um espectrômetro de luz visível foi utilizado para obter o espectro de transmitância dos filmes vítreos, sendo a transmitância tomada como a medida da

fração da luz que atravessa um sólido. Neste equipamento um feixe de luz de comprimento de onda conhecido incide ortogonalmente sobre o filme depositado sobre um substrato transparente. Assim, faz-se a tomada da transmitância dos filmes para cada comprimento de onda. Como resultado tem-se um gráfico da transmitância em função do comprimento de onda.

A transmitância foi medida no espectrômetro Ocean Optics, mostrado na Figura 3.27. Um feixe de luz passa por uma fibra óptica e é incidido na amostra, esta luz atravessa a amostra, segue por outra fibra óptica que a direciona até uma grade de difração e uma câmera CCD que converte o espectro para o computador, onde é possível fazer o tratamento dos dados. A medição foi feita em substrato de vidro óptico com e sem filme depositado. Para esta medida, foi utilizado o espectrômetro do LTMFO da FATEC-SP.

Figura 3.27 – Espectrômetro *Ocean Optics* usado nas medidas de transmitância.

Fonte: Autor

A determinação das constantes ópticas como índice de refração, coeficiente de absorção e sua espessura podem ser obtidas através dos espectros de transmitância realizados com esta técnica, utilizando o procedimento proposto por Swanepoel [65], que será explicado a seguir.

Em geral, o material a ser analisado se trata de um filme fino depositado sobre um substrato transparente, como mostrado na Figura 3.28. O filme apresenta uma espessura d e um índice de refração complexo $n = n + ik$, onde n é o índice de refração e k é o coeficiente de extinção, que está relacionado com o coeficiente de absorção α_s . O substrato possui uma espessura que é diversas ordens de grandeza maior do que d e possui um índice de refração s e, idealmente, um coeficiente de absorção $\alpha_s = 0$.

Figura 3.28 – Interferência dos feixes de luz com o sistema substrato + filme fino.

Fonte: Da Silva, D.M. **Fabricação e caracterização de guias de onda baseados em filmes finos e vidros de óxido de metal pesado dopados com Er³⁺ e Yb³⁺ e contendo nanopartículas metálicas para aplicações em dispositivos fotônicos**. 2013. 242 p. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013.

Para um filme fino com espessura uniforme, franjas podem ser observadas no espectro de transmissão, devido à interferência dos feixes de luz refletidos na superfície do substrato e na superfície do filme. Um exemplo de espectro de transmissão está mostrado na Figura 3.29.

Figura 3.29 – Espectro de transmissão simulado para um filme de 1 μm de espessura.

Fonte: Da Silva, D.M. **Fabricação e caracterização de guias de onda baseados em filmes finos e vidros de óxido de metal pesado dopados com Er^{3+} e Yb^{3+} e contendo nanopartículas metálicas para aplicações em dispositivos fotônicos**. 2013. 242 p. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013.

Essas franjas podem ser utilizadas para a determinação das constantes ópticas. Assim, para que seja possível aplicar técnica de Swanepoel na obtenção das constantes ópticas do filme fino, é necessário que o mesmo não apresente alto coeficiente de absorção e seja razoavelmente espesso, para que seja possível obter um espectro com um número razoável de franjas, já que assim a análise apresentará resultados mais confiáveis [13].

A apresentação da dedução das equações para determinação da espessura e índice de refração através dessa técnica não serão explicados neste trabalho. Entretanto algumas referências sobre o assunto estão à disposição, entre elas um trabalho de doutorado desenvolvido no LTMFO [13,64].

3.5.5 Caracterização Óptica dos Guias

As técnicas e as montagens experimentais utilizadas na caracterização óptica dos guias de onda fabricados pelos processos descritos anteriormente são apresentadas a seguir. Essa caracterização foi feita através de medidas de atenuação para determinar as perdas por propagação dos guias de onda no

comprimento de onda de 632,8 nm e 1050 nm. Também foram obtidos os perfis de campo próximo dos guias, como será descrito a seguir.

Para a caracterização da atenuação dos guias, foi utilizada a técnica de vista superior. Nesta análise, as lâminas de silício com os dispositivos fabricados foram clivadas na orientação cristalográfica. O acoplamento do laser na entrada dos guias de ondas é feito através de uma fibra óptica posicionada na borda clivada da lâmina, como mostra a Figura 3.32.

Supondo que a intensidade do espalhamento da luz na superfície do filme seja proporcional à potência luminosa guiada, podemos medir a atenuação no guiamento a partir de imagens do espalhamento dos guias de ondas. Estas imagens são capturadas por uma câmera CCD interligada a um microcomputador e posicionada acima dos guias de ondas. O posicionamento e identificação dos guias analisados são realizados com auxílio de um estereomicroscópio. A Figura 3.30 mostra a montagem experimental para a medida de atenuação nos guias produzidos no visível e no infravermelho.

Figura 3.30 - Arranjo experimental usado para o acoplamento do laser no guia de onda e realização das medidas de perdas por propagação e obtenção das imagens dos perfis de campo próximo.

Fonte: Da Silva, D.M. **Fabricação e caracterização de guias de onda baseados em filmes finos e vidros de óxido de metal pesado dopados com Er³⁺ e Yb³⁺ e contendo nanopartículas metálicas para aplicações em dispositivos fotônicos**. 2013. 242 p. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013.

Figura 3.31 – Montagem experimental usada nas medidas de atenuação óptica.

Fonte: Autor

Para minimizar as perdas por acoplamento a luz proveniente do laser foi acoplada aos guias de onda por meio de uma fibra óptica especial (*lensed-tip fiber optics*) com uma ponta de $2\mu\text{m}$ (*LaserOptics*), mostrada na Figura 3.32.

Figura 3.32 – Fibra óptica utilizada para acoplar a luz proveniente dos lasers aos guias de onda produzidos.

Fonte: Autor

As imagens gravadas são analisadas por um programa de tratamento de imagens que possibilita medir a variação luminosa no guia de ondas. A Figura 3.33

mostra um exemplo do gráfico da intensidade luminosa capturada pela câmera CCD em função do número de pixel. Um ajuste dos pontos medidos é feito conforme mostra a Figura 3.33.

Figura 3.33 – Gráfico da intensidade luminosa capturada pela câmera CCD em função do comprimento do guia de onda.

Fonte: Autor

Através do ajuste linear da curva com o eixo y logarítmico, é possível obter o valor da perda por propagação α diretamente, através do coeficiente angular a da reta obtida, utilizando as equações apresentadas a seguir.

$$\alpha = -10a \quad (3.1)$$

$$\alpha = -10 \frac{\log \frac{P_2}{P_1}}{Z_2 - Z_1} \quad (3.2)$$

Cabe ressaltar que a referida potência é proporcional a intensidade do espalhamento da luz capturada pela câmera CCD.

A obtenção das imagens de campo próximo da luz guiada nas amostras é realizada focalizando-se a luz na saída do guia em uma câmera CCD (Newport).

Para focalizar a luz na câmera foi utilizada uma lente objetiva de 10x. Uma íris também foi incluída no arranjo para diminuir a interferência de luz espalhada.

A obtenção das imagens de campo próximo da luz guiada nas amostras é realizada focalizando-se a luz na saída do guia em uma câmera CCD (*Newport*). Para focalizar a luz na câmera foi utilizada uma lente objetiva de 10x. Uma íris também foi incluída no arranjo para diminuir a interferência de luz espalhada. A Figura 3.30 também mostra como são obtidas as imagens de campo próximo dos guias de onda.

4 Resultados e Discussões

Neste capítulo serão apresentados os resultados obtidos através das técnicas de caracterização explicados anteriormente para a extração das informações necessárias, a fim de determinarmos as melhores condições de processo para a produção de guias de onda pedestais com núcleo de BWT e, conseqüentemente, a fabricação dos Mach-Zehnders para serem aplicados como sensores. A partir dos resultados obtidos serão analisadas as possíveis alterações no processo de fabricação dos guias a fim de melhorar suas propriedades.

4.1 Caracterização dos filmes finos de BWT

Para a obtenção de guias de onda pedestais e IMZs que apresentem guiamento de luz por toda estrutura, é necessário conhecer alguns parâmetros dos filmes finos BWT. Cada comprimento de onda utilizado para caracterização dos guias de onda apresenta diferentes comportamentos. Através da caracterização das constantes ópticas do material por meio do método proposto por Swanepoel, é possível determinar a influência do comprimento de onda no guiamento de luz pelos dispositivos.

Conforme explicado anteriormente, o método de Swanepoel baseia-se na análise das franjas de interferência que surgem no espectro de transmissão dos filmes, devido à interferência entre os feixes incidentes na superfície do filme e na superfície do substrato. É desejável a utilização de filmes espessos para essa caracterização, para que o número de franjas presente no espectro seja maior, garantindo maior precisão na análise.

A análise que será apresentada abaixo foi feita a partir da deposição de um filme fino de BWT, com uma espessura de $1,7\text{ }\mu\text{m}$, após passar por tratamento térmico de 3h a 360°C . Os parâmetros de processo utilizados para obtenção deste filme são iguais aos parâmetros de todas as deposições realizadas, para garantir a validade dos resultados dos filmes obtidos nos guias de onda. A Figura 4.1 apresenta o espectro de transmissão do filme fino BWT depositado sobre o substrato de vidro.

Figura 4.1 – Espectro de transmissão do filme fino BWT

Fonte: Autor

O espectro acima apresenta uma grande quantidade de franjas decorrente da interferência dos feixes de luz com o filme fino, o que aumenta a quantidade de dados utilizados para obtenção das constantes ópticas do material. Através dos

valores de mínimo e máximo extraídos das franjas da figura acima, e os respectivos comprimentos de onda, o método de Swanepoel foi aplicado. A espessura do filme fino obtida por essa técnica foi de 1704,09 nm. Esse valor está bem próximo do obtido por perfilometria, que foi de 1690 nm. A Figura 4.2 apresenta os valores de índice de refração do BWT em função do comprimento de onda.

Figura 4.2 – Índice de refração efetivo do BWT em função do comprimento de onda

Fonte: Autor

O gráfico acima mostra que o índice de refração do material diminui a medida que o comprimento de onda aumenta, conforme o esperado. Isso indica que o confinamento de luz dos guias de onda fabricados será favorecido para comprimentos de onda menores.

A seguir será apresentado pela Figura 4.3, o gráfico do coeficiente de absorção do filme fino BWT em função do comprimento de onda.

Figura 4.3 – Coeficiente de absorção do BWT em função do comprimento de onda

Fonte: Autor

Observa-se que o coeficiente de absorção desse filme fino é menor para comprimentos de onda maiores. Esse resultado mostra que as perdas por absorção dos guias de onda serão menores na região do infravermelho.

4.2 Caracterização dos guias de onda pedestais

Serão apresentados os resultados de caracterização óptica de guias de onda com larguras de linha de 1 a 100 μm fabricados a partir da litografia realizada no LME/EPUSP. Os principais parâmetros dos processos utilizados para construção desses guias foram apresentados no Capítulo 3, com exceção dos tempos de corrosão por plasma e deposição do filme BWT, que variaram para cada amostra preparada. A tabela abaixo apresenta os parâmetros utilizados para fabricação dos guias de onda.

Tabela 4.1 – Parâmetros de processos das amostras preparadas

Amostra	Tempo de oxidação	Espessura do SiO ₂	Tempo de corrosão	Espessura corroída	Tempo de deposição	Espessura depositada
IMZ 2	2 horas	1000 nm	40 minutos	518 nm	18 horas	560,3 nm
IMZ 3						

A seguir serão apresentados os resultados da amostra IMZ 2. Ela foi preparada a fim de se obter uma altura da estrutura pedestal e espessura do filme depositado de aproximadamente 500 nm para ambos. Essa altura de pedestal foi escolhida, pois foi observado em trabalhos anteriores realizados pelo grupo que a utilização de longos tempos de corrosão por plasma causa uma alta rugosidade na superfície do óxido de silício, especificamente na região não protegida pela máscara de cromo. A Figura 4.4 apresenta as imagens obtidas pela técnica de MEV.

Figura 4.4 – Imagens de MEV dos guias de onda da amostra IMZ 2.

Fonte: Autor

Através das imagens de MEV nota-se uma pequena rugosidade na parte superior do guia e maior rugosidade na parte inferior. A altura obtida para a estrutura pedestal é bem próxima à espessura do filme depositado, como era esperado, o que provavelmente facilitaria o confinamento da luz na região do núcleo do guia de onda. Porém, não foi possível realizar caracterizações ópticas nessa amostra, pois nenhum dos guias de onda foi capaz de confinar luz o suficiente para a obtenção de medidas de perda por propagação ou modos. Isso pode ser atribuído às rugosidades laterais obtidas na corrosão por plasma. Elas interferem no guiamento da luz, por estarem muito próximas a região de confinamento do guia pedestal.

Para que a rugosidade observada na região inferior dos guias de onda fosse reduzida, foi produzida a amostra IMZ 3. Os tempos de corrosão por plasma e deposição dos filmes são os mesmos. Após a etapa de corrosão por plasma, a amostra foi submetida à solução BOE. Essa solução é normalmente utilizada para corrosão úmida de materiais amorfos, como o SiO_2 . A amostra foi imersa nessa solução durante 15 segundos de modo a diminuir a rugosidade deixada pelo processo de corrosão por plasma. Entretanto, a solução também ataca a parede lateral dos guias de onda, devido ao seu perfil isotrópico. Portanto o tempo utilizado é curto, de modo a não aumentar significativamente a rugosidade das paredes laterais. Foram retiradas imagens de MEV da amostra após a corrosão por plasma com e sem a utilização do BOE. As imagens são apresentadas na figura a seguir:

Figura 4.5 – Imagens de MEV do pedestal da amostra IMZ 3 sem a utilização do BOE

Fonte: Autor

Figura 4.6 – Imagens de MEV do pedestal da amostra IMZ 3 utilizando o BOE

Fonte: Autor

Observa-se pelas imagens acima que a utilização da solução BOE eliminou boa parte da rugosidade da corrosão por plasma e as paredes laterais dos guias de onda não foram muito atacadas. O material que está sobre o óxido de silício nas imagens da figura acima é o cromo que não havia sido removido. Seguem abaixo imagens de MEV da amostra IMZ 3 que foi submetida ao BOE após a deposição do filme BWT.

Figura 4.7 – Imagens de MEV do pedestal da amostra IMZ 3 utilizando o BOE após a deposição do filme BWT.

Fonte: Autor

Apesar de a rugosidade ser baixa na superfície dos guias de onda, foi observada uma rugosidade lateral indesejada nas paredes laterais dos guias de

onda após a deposição do filme BWT, decorrente do perfil isotrópico de um processo de corrosão úmida. Nessa amostra foi possível realizar as medidas de perda por propagação. Segue abaixo esses resultados utilizando comprimento de onda de 632,8 nm.

Figura 4.8 – Perda por propagação na amostra IMZ 3 em função da largura dos guias de onda.

Fonte: Autor

Os valores obtidos de perda por propagação foram muito distintos, devido ao alto espalhamento no acoplamento de luz que ocorreu durante as medidas. Não foi possível obter os valores de perda para guias de onda com larguras menores do que 10 μm. Foram calculados valores de perda de ~ 9,5 dB/cm, com valores mínimos de perda de ~ 7dB/cm e máximo de ~12 dB/cm.

Apesar da eliminação das rugosidades laterais, os valores de perda por propagação estão muito altos para produção de dispositivos ópticos mais complexos, como o IMZ. A utilização da solução de BOE não foi uma boa alternativa para fabricação de guias de onda, pois compromete a qualidade das paredes laterais da estrutura pedestal. Para a obtenção de resultados mais satisfatórios, é necessário que as paredes laterais dos guias de onda sejam fabricadas com a

menor quantidade possível de irregularidades, para atenuar o efeito de espalhamento indesejado de luz.

Considerando que as rugosidades laterais não possibilitaram o guiamento de luz na amostra IMZ 2, e a eliminação das mesmas utilizando a solução BOE não gerou bons resultados de perda por propagação na amostra IMZ 3, foi decidido que as próximas amostras seriam fabricadas com maior altura da estrutura pedestal. Desse modo, a região na qual a luz deve ser confinada na estrutura pedestal ficará mais isolada das rugosidades geradas na corrosão por plasma.

A altura máxima que a estrutura pedestal pode atingir é a espessura do óxido de silício obtido nas amostras, que é de aproximadamente 1,0 μm . Uma das alternativas é a fabricação de guias de onda com camadas de SiO_2 mais espessas. Isso possibilitará a obtenção de maiores alturas da estrutura pedestal. Portanto as amostras seguintes foram fabricadas com um tempo de oxidação térmica úmida de 5 horas, com estrutura pedestal de aproximadamente 1,0 μm . Essa altura foi escolhida, pois o SiO_2 serve como camada de isolamento entre o núcleo do guia de onda e o substrato. Por esse motivo, é importante que uma camada de óxido prevaleça da corrosão por plasma, para impedir que o núcleo entre em contato com o silício, evitando assim perdas por absorção de luz.

A tabela abaixo apresenta os parâmetros da primeira amostra produzida com maior altura de pedestal.

Tabela 4.2 – Parâmetros de processos da amostra IMZ 4

Amostra	Tempo de oxidação	Espessura do SiO_2	Tempo de corrosão	Espessura corroída	Tempo de deposição	Espessura depositada
IMZ 4	5 horas	1400 nm	90 minutos	1065 nm	18 horas	518 nm

O tempo de corrosão utilizado para essa amostra foi baseado na taxa de corrosão obtida nas amostras IMZ 2 e 3. A espessura do núcleo do guia de onda foi mantida para efeito de comparação. Durante a corrosão por plasma, foi realizado o

procedimento de *dip*, explicado na seção 3.2.6 deste trabalho. A tabela abaixo apresenta a quantidade de *dips* realizados na amostra e os respectivos tempos.

Tabela 4.3 – Tempos de *dip* realizados na amostra IMZ 4

Amostra	1º <i>Dip</i>	2º <i>Dip</i>	3º <i>Dip</i>	4º <i>Dip</i>
IMZ 4	Após 50 minutos de corrosão	Após 70 minutos de corrosão	Após 80 minutos de corrosão	Após 90 minutos de corrosão

Esses tempos foram escolhidos de forma empírica, pois se sabe que esse procedimento minimiza o efeito *micromasking*. Entretanto não foi constatada, em trabalhos anteriores, uma quantidade ideal para realização desse procedimento. Seguem abaixo as imagens de MEV obtidas dos guias de onda da amostra IMZ 4.

Figura 4.9 – Imagens de MEV do pedestal da amostra IMZ 4

Fonte: Autor

Observa-se que a região mais alta do pedestal na qual o núcleo do guia de onda confina a luz encontra-se mais isolada das rugosidades da região corroída pelo plasma. Entretanto, a rugosidade obtida é maior do que nas amostras com degrau de 500 nm. Isso era esperado, pois o tempo de corrosão passou de 40 para 90 minutos. Mesmo que o procedimento de *dip* minimize o surgimento das rugosidades, o tempo de corrosão é muito longo.

A seguir são apresentados os resultados de perda por propagação da amostra IMZ 4.

Figura 4.10 – Perda por propagação na amostra IMZ 4 em função da largura dos guias de onda.

Fonte: Autor

Foram obtidos valores próximos a 9,5 dB/cm para os guias de onda com larguras superiores a 10 μm . Em média, os resultados obtidos estão próximos à amostra IMZ 3. Porém, a variação entre os valores obtidos para a amostra IMZ 4 é consideravelmente menor, com valor máximo de ~12 dB/cm em apenas um dos guias e mínimo de 9,0 dB/cm. Isso ocorre devido ao menor espalhamento de luz observado nessa amostra, que contém guias de onda com paredes laterais de melhor qualidade em relação à amostra IMZ 3. Além disso, foi possível realizar as medidas de perda em guias de onda de até 2 μm de largura, apesar das rugosidades observadas nas imagens de MEV. Em contrapartida, a amostra IMZ 2, que também apresentou paredes laterais de boa qualidade e menor rugosidade da região corroída pelo plasma, não foi capaz de guiar a luz.

Foram retiradas imagens dos perfis de campo próximo de alguns dos guias de onda medidos que serão apresentadas na Figura 4.11.

Figura 4.11 – Perfis de campo próximo em 633 nm dos guias de onda da amostra IMZ 4.

Fonte: Autor

Os resultados acima mostram os perfis de campo próximo dos guias de onda com formato aproximadamente elíptico para os guias mais largos, conforme o esperado. Todos os guias de onda apresentaram comportamento multimodo para a região do visível.

A fabricação de guias de onda com maiores alturas da estrutura pedestal mostrou-se eficiente. Entretanto os resultados de perda por propagação continuam altos, devido a grande quantidade de rugosidades decorrentes do efeito *micromasking*.

Para solucionar este problema, foram produzidas amostras utilizando o mesmo tempo total de corrosão por plasma (para obtenção de $\sim 1,0 \mu\text{m}$ da altura da estrutura pedestal), com diferentes tempos de *dips* feitos durante a corrosão por plasma. A tabela abaixo apresenta os diferentes tempos de *dip* utilizados na corrosão por plasma das seguintes amostras:

Tabela 4.4 – Tempos de *dip* realizados nas amostras IMZ 5, 6 e 7

Amostra	1º <i>Dip</i>	2º <i>Dip</i>	3º <i>Dip</i>	4º <i>Dip</i>
IMZ 5	Após 10 minutos de corrosão	Após 40 minutos de corrosão	Após 65 minutos de corrosão	Após 90 minutos de corrosão
IMZ 6	Após 30 minutos de corrosão	Após 60 minutos de corrosão	Após 90 minutos de corrosão	X
IMZ 7	Após 60 minutos de corrosão	Após 90 minutos de corrosão	X	X

Foram utilizadas diferentes quantidades de *dips* em cada amostra a fim de verificar sua influência na rugosidade gerada pela corrosão por plasma. Seguem abaixo imagens de MEV tiradas da estrutura pedestal das amostras produzidas com diferentes tempos de *dip* sem a deposição do filme fino BWT.

Figura 4.12 – Imagens de MEV da estrutura pedestal da amostra IMZ 5

Fonte: Autor

Figura 4.13 – Imagens de MEV da estrutura pedestal da amostra IMZ 6

Fonte: Autor

Figura 4.14 – Imagens de MEV da estrutura pedestal da amostra IMZ 7

Fonte: Autor

Através das imagens de MEV, observamos que as amostras IMZ 5 e 6 apresentam rugosidade menos acentuada do que a amostra IMZ 7, pois foram feitas mais etapas de *dip*. Assim as rugosidades obtidas nessas duas amostras estão bem próximas, apesar da amostra IMZ 5 ter uma etapa a mais de *dip*. Uma observação que foi feita durante a corrosão por plasma é que a amostra que foi retirada após 10 minutos de processo tinha uma camada considerável de fotorresiste sobre o cromo. Acredita-se que enquanto o fotorresiste não é removido completamente pelo plasma, o efeito de *micromasking* é menor, pois o mesmo não espalha partículas para a região exposta do óxido. Portanto esse efeito fica mais acentuado quando todo o fotorresiste sobre o cromo é removido. As amostras que foram retiradas do plasma

após 30 minutos de corrosão apresentam poucos resíduos de fotorresiste sobre o cromo. Portanto, é mais efetivo do que o primeiro *dip* feito após 10 minutos de corrosão, pois esse tempo não é suficiente para remover o fotorresiste sobre o cromo. A utilização do primeiro *dip* após 60 minutos de corrosão não foi efetiva, pois a amostra fica muito tempo exposta ao plasma com as partículas de cromo sobre a região corroída.

Outro fato que deve ser constatado sobre o efeito do *dip* na corrosão por plasma é a qualidade da parede lateral dos guias de onda. O ideal é que a estrutura pedestal produzida se assemelhe a um retângulo, com as paredes laterais totalmente verticais. As amostras IMZ 6 e 7 apresentaram a estrutura pedestal com as paredes laterais mais retas em relação a amostra IMZ 5. Isso pode ser atribuído a maior quantidade de *dips* utilizados para fabricação desta amostra. O procedimento de *dip* mostrou-se eficiente na atenuação do efeito *micromasking* na região corroída pelo plasma. Entretanto, quanto mais *dips* são feitos em uma amostra, significa que o processo de corrosão por plasma é interrompido mais vezes. Para que as amostras sejam produzidas com paredes laterais de melhor qualidade, o processo de plasma não deve ser interrompido.

Em seguida serão apresentados resultados de perda por propagação das amostras IMZ 5, 6 e 7 após a deposição da camada de núcleo de aproximadamente 400 nm.

Figura 4.15 - Perda por propagação em 633 nm nas amostras fabricadas com diferentes tempos de *dip* em função da largura dos guias de onda.

Fonte: Autor

Figura 4.16 - Perda por propagação em 1050 nm nas amostras fabricadas com diferentes tempos de *dip* em função da largura dos guias de onda.

Fonte: Autor

Através dos resultados obtidos, observamos que a amostra IMZ 6 apresenta valores de perda por propagação menores, tanto na região do visível quanto na do

infravermelho. Isso pode ser atribuído ao fato dessa amostra apresentar rugosidade inferior na região corroída pelo plasma e melhor qualidade da parede lateral dos guias de onda. Esses dois fatores contribuem para a diminuição das perdas por propagação devido à atenuação do espalhamento de luz. A amostra IMZ 5 apresenta paredes laterais com muitas irregularidades, e a amostra IMZ 7 alta rugosidade na região corroída pelo plasma, o que contribui para o aumento das perdas. Ambas as amostras apresentaram valores de perda por propagação menores na região do infravermelho (aproximadamente 7,5 dB/cm) do que no visível (valores entre 12 e 16 dB/cm) para guias de onda com largura superior a 20 μm . Isso ocorre, pois comprimentos de onda no visível são mais sensíveis a irregularidades apresentadas pelos guias de onda do que os do infravermelho, por apresentar um comprimento de onda menor. Em outras palavras, existem irregularidades presentes nas amostras que são desprezíveis para a região do infravermelho, em contrapartida elas espalham a luz visível, o que causa maiores perdas por propagação. Esse fato também explica o motivo das perdas por propagação da amostra IMZ 6 no visível serem muito mais baixas do que as demais.

Para guias de onda com larguras inferiores a 20 μm um aumento considerável nos valores de perda por propagação foi observado. Todos os guias de onda apresentam irregularidades nas paredes laterais, devido aos processos de fabricação utilizados, que atuam como espalhadores de luz. Entretanto, esse efeito é mais acentuado em guias de onda mais finos, pois enquanto a luz se propaga ela vai sendo espalhada por essas irregularidades. Portanto espera-se que a perda por propagação aumente conforme a largura dos guias de onda diminui. Considerando que as amostras IMZ 5 e 7 apresentam as paredes laterais com menor qualidade e alta rugosidade na região exposta ao plasma, o espalhamento de luz é mais acentuado nesses guias de onda.

Para uma melhor análise dos resultados obtidos na amostra IMZ 6, as perdas por propagação no visível e no infravermelho serão apresentadas no mesmo gráfico, através da Figura 4.17.

Figura 4.17 - Perda por propagação na amostra IMZ 6 em função da largura dos guias de onda.

Fonte: Autor

Observamos pelo gráfico acima que a diferença entre os valores obtidos na região do visível e infravermelho para essa amostra é menor do que a obtida nas amostras IMZ 5 e 7, dada a superposição das barras de erro, o que indica que os valores de perdas podem ser considerados iguais. O fato de essa amostra apresentar guias de onda com paredes laterais de boa qualidade e baixa rugosidade na região corroída pelo plasma contribui com a minimização do efeito do espalhamento da luz visível. Nota-se que os guias de onda com menores larguras apresentam um aumento de perda menos acentuado, com valores de máximo de apenas 3,5 dB/cm para o visível, e 6,0 dB/cm para o infravermelho, pois a atenuação do efeito do espalhamento de luz também contribui para a diminuição dos valores de perda para guias de onda mais estreitos. É importante ressaltar que foram obtidos guias de onda com perdas menores na região do visível em relação a do infravermelho, pois considerando que o espalhamento de luz é mínimo, comprimentos de onda da região do visível possuem maior índice de refração efetivo do que o do infravermelho, que foi medido através das caracterizações das constantes ópticas do material utilizado como núcleo.

A seguir serão apresentadas as imagens de perfis de campo próximo para os comprimentos de onda na região do visível e do infravermelho, de alguns dos guias de onda caracterizados, através das figuras abaixo. Ressalta-se que não foi possível a obtenção dos perfis para a amostra IMZ 7, pois não apresentou guiamento de luz por todo o dispositivo, apesar de ser utilizado uma região pequena da amostra para esse tipo de caracterização.

Figura 4.18 – Perfis de campo próximo dos guias de onda da amostra IMZ 5 para o comprimento de onda no visível.

Fonte: Autor

Figura 4.19 – Perfis de campo próximo dos guias de onda da amostra IMZ 5 para o comprimento de onda no infravermelho.

Fonte: Autor

Figura 4.20 – Perfis de campo próximo dos guias de onda da amostra IMZ 6 para o comprimento de onda no visível.

Fonte: Autor

Figura 4.21 – Perfis de campo próximo dos guias de onda da amostra IMZ 6 para o comprimento de onda no infravermelho.

Fonte: Autor

A amostra IMZ 5 apresentou comportamento multimodo para guias de onda com larguras superiores a 20 μm e 10 μm em 633 nm e 1050 nm respectivamente. Cabe ressaltar que não foi possível obter os perfis para guias de onda com larguras inferiores a 20 μm em 633 nm e 10 μm em 1050 nm. A amostra IMZ 6 apresentou comportamento multimodo para guias de onda com larguras superiores a 8 μm . Entretanto, não podemos afirmar que os guias com larguras inferiores, conforme medido no guia de onda de largura de 6 μm na amostra IMZ 6, apresentem comportamento monomodo em decorrência das limitações do arranjo usado. Para verificar experimentalmente o comportamento monomodo, deveríamos alterar ligeiramente, a posição de alinhamento da fibra óptica de acoplamento. Se o guia de

onda é monomodo, não são observadas mudanças nas imagens de perfis de campo próximo. Devido às limitações do arranjo, essa verificação não foi possível.

Através dos resultados obtidos nas amostras com diferentes tempos de *dips*, foi decidido fabricar um novo conjunto de amostras utilizando os mesmos parâmetros da amostra IMZ 6, com uma etapa adicional após a corrosão por plasma que é a utilização da solução RCA 1 por uma hora e meia com intuito de suavizar a rugosidade ainda presente na região corroída pelo plasma. A figura abaixo apresenta as imagens de MEV da estrutura pedestal do novo conjunto de amostras sem a deposição da camada de núcleo.

Figura 4.22 - Imagens de MEV da estrutura pedestal após a utilização da solução RCA 1

Fonte: Autor

As imagens de MEV acima mostram que as rugosidades provenientes do efeito *micromasking* foram eliminadas sem comprometer a qualidade das paredes laterais dos guias de onda. Uma diferença na estrutura pedestal que foi observada na primeira imagem da figura acima, é o arredondamento das bordas inferiores, provavelmente causado pelo uso da solução RCA 1 por um longo tempo. Por se tratar de uma solução úmida, apesar da baixa taxa de corrosão do óxido, parte da estrutura pode ser atacada, se submetida a longos tempos de corrosão. O ataque de corrosão úmida começa pelo arredondamento das bordas inferiores, que podem espalhar a luz propagada.

Foram produzidas três amostras utilizando a estrutura pedestal das imagens de MEV acima, com diferentes espessuras de núcleo. A tabela a seguir apresenta resultados de filmes finos com diferentes tempos de deposição e espessura:

Tabela 4.5 – Espessuras do filme BWT obtidas nas amostras IMZ 8, 9 e 10

Amostra	Tempo de deposição	Espessura
IMZ 8	11 horas	250 nm
IMZ 9	14 horas	360 nm
IMZ 10	18 horas	470 nm

A seguir serão apresentadas imagens de MEV das amostras IMZ 8, 9 e 10, com os respectivos núcleos de BWT depositados.

Figura 4.23 - Imagens de MEV dos guias de onda da amostra IMZ 8

Fonte: Autor

Figura 4.24 - Imagens de MEV dos guias de onda da amostra IMZ 9

Fonte: Autor

Figura 4.25 - Imagens de MEV dos guias de onda da amostra IMZ 10

Fonte: Autor

Através das imagens de MEV anteriormente mostradas observa-se que, devido à ausência das rugosidades da corrosão por plasma, o núcleo que foi depositado na região mais alta da estrutura pedestal ficou bem isolada da região mais baixa. A amostra IMZ 10 apresentou muitas partículas na superfície do filme fino depositado, provavelmente de cromo, que não foi removido na etapa anterior à deposição do núcleo. Isso pode ser observado na figura central. As amostras IMZ 8 e 9 não apresentaram esse problema.

A seguir serão apresentados os resultados de perda por propagação das amostras na região do visível e do infravermelho.

Figura 4.26 - Perda por propagação em 633 nm nas amostras fabricadas com diferentes espessuras de núcleo em função da largura dos guias de onda.

Fonte: Autor

Figura 4.27 - Perda por propagação em 1050 nm nas amostras fabricadas com diferentes espessuras de núcleo em função da largura dos guias de onda.

Fonte: Autor

Os resultados de perda por propagação foram de aproximadamente 3,0 dB/cm, 5,0 dB/cm e 7,5 dB/cm, na região do visível, e 5,0 dB/cm, 3,0 dB/cm e 5,0 dB/cm na região do infravermelho para as amostras IMZ 8, 9 e 10, respectivamente, para guias de onda com larguras superiores a 20 μm . Com relação aos resultados na região do visível, os valores de perda ficaram mais baixos para menores espessuras de núcleo. Isso pode ser explicado pelo fato do coeficiente de absorção nesse comprimento de onda ser elevado. Quanto mais espesso for o núcleo, maior será a absorção de luz pelo material. Pode-se levar em consideração o fato de que guias de onda produzidos com núcleos mais espessos apresentam maior confinamento de luz. Entretanto, o índice de refração efetivo do BWT é alto para o comprimento de onda no visível, o que também contribui para o melhor confinamento de luz. Isso faz com que a espessura do núcleo utilizada não interfira no confinamento de luz, pois é compensado pelo alto índice de refração efetivo do material. Assim como observado na amostra IMZ 6, as perdas por propagação dos guias de onda com larguras menores das amostras IMZ 8 e 9 não aumentaram consideravelmente. Os altos valores de perda da amostra IMZ 10 podem ser atribuídos às partículas de cromo que não foram removidas da superfície dos guias de onda. As partículas de cromo espalham a luz que se propaga no núcleo, aumentando suas perdas.

Em relação aos resultados obtidos no infravermelho, a maioria dos valores de perda das 3 amostras ficou próxima para guias de onda com largura superior a 20 μm . Para os guias de onda com larguras inferiores, as amostras apresentaram o mesmo comportamento em relação ao aumento das perdas. Isso pode ser atribuído ao fato de que a espessura dos guias de onda não influenciou na propagação de luz no infravermelho.

A amostra IMZ 8 foi a única que apresentou melhores resultados de perda na região do visível. Sabe-se que essa amostra foi produzida com o núcleo menos espesso, em torno de 250 nm. Assim a luz visível é pouco absorvida pelo material, e também não é espalhada devido a ausência das rugosidades e irregularidades nas paredes laterais. O guiamento da luz visível apresenta uma vantagem em relação ao infravermelho, que é o maior índice de refração efetivo. Portanto, a luz visível

apresentará melhor confinamento de luz, pois o núcleo do guia de onda é pouco espesso. As amostras IMZ 9 e 10 apresentaram perdas por propagação mais baixas para o infravermelho, pois os núcleos dessas amostras são mais espessos. Isso contribui para o melhor confinamento de luz para o comprimento de onda do infravermelho, e para o aumento das perdas por absorção para o comprimento de onda do visível.

Apesar de ter havido a eliminação das rugosidades provenientes da corrosão por plasma, os resultados de perda por propagação dessas novas amostras não foram melhores do que os obtidos na amostra IMZ 6, que apresentou rugosidades.

A seguir serão apresentados os perfis de campo próximo desse grupo de amostras, em 633 e 1050 nm.

Figura 4.28 – Perfis de campo próximo em 633 nm dos guias de onda da amostra IMZ 8

Fonte: Autor

Figura 4.29 – Perfis de campo próximo em 1050 nm dos guias de onda da amostra IMZ 8

Fonte: Autor

Figura 4.30 – Perfis de campo próximo em 633 nm dos guias de onda da amostra IMZ 9

Fonte: Autor

Figura 4.31– Perfis de campo próximo em 1050 nm dos guias de onda da amostra IMZ 9

Fonte: Autor

Figura 4.32 – Perfis de campo próximo em 633 nm dos guias de onda da amostra IMZ 10

Fonte: Autor

Figura 4.33 – Perfis de campo próximo em 1050 nm dos guias de onda da amostra IMZ 10

Fonte: Autor

Conforme é observado pelos resultados anteriores, todas as amostras apresentaram comportamento multimodo para guias de onda com larguras a partir de 7 μm . Era esperado que a quantidade de modos diminuísse, para guias de onda com núcleos menos espessos e comprimentos de onda maiores, porém isso não foi observado.

4.3 Caracterização dos Interferômetros Mach-Zehnder

Os IMZs foram produzidos nas mesmas amostras que continham guias de onda de estruturas horizontais apresentados na seção anterior. Foram fabricados IMZs nas amostras IMZ 4, 5, 8 e 9. Nessa seção também serão apresentados os IMZs produzidos utilizando a máscara do LSI/EPUSP, apresentada na Figura 3.7.

Foram realizados testes de guiamento nos IMZs das amostras IMZ 4 e 5 para Mach-Zehnders com larguras de 30 μm . Nesses casos a luz foi pouco guiada, o que não permitiu a obtenção das imagens de perfis de campo.

As amostras IMZ 8 e 9 contém IMZs que foram capazes de guiar a luz por todo o dispositivo no comprimento de onda do infravermelho. Para caracterização,

foram realizadas medidas de perfil de campo próximo na região dos Mach-Zehnders antes da segunda junção Y, de modo a verificar os perfis dos dois braços.

Figura 4.34 – Perfis de campo próximo em 1050 nm nos braços do Mach-Zehnder na amostra IMZ 8

Fonte: Autor

Figura 4.35 – Perfis de campo próximo em 1050 nm nos braços do Mach-Zehnder na amostra IMZ 9

Fonte: Autor

É possível observar nas imagens acima que cada braço apresenta um perfil de campo próximo diferente. Isso ocorre devido as diferentes perdas por propagação que cada braço apresenta. Como consequência, as potências transmitidas não são iguais, o que compromete o funcionamento do IMZ como sensor óptico, que idealmente deveria conter guias de onda que transmitissem a mesma potência nos dois braços. Além disso, foi observado comportamento multimodo desses guias de

onda, conforme esperado, devido às caracterizações realizadas nos guias de onda com estruturas horizontais.

Os IMZs com guias de onda de 10 μm de largura apresentam resultados mais satisfatórios para aplicações em sensoriamento, devido ao fato de que menos modos se propagam pelos braços do dispositivo. Cabe ainda acrescentar que os modos observados estão mais afastados um do outro. Isso é uma importante vantagem em relação aos resultados que foram observados nos IMZ com guias de onda de 30 μm de largura, pois diminuem as chances de perturbação entre as propagações de luz dos braços do dispositivo.

Através dos resultados obtidos utilizando a máscara da Figura 3.6, foram produzidos IMZs com os mesmos parâmetros de processo para a outra máscara, cujos processos de litografia foram feitos no LSI/EPUSP. A primeira amostra produzida, denominada LSI 1, foi fabricada com os mesmos parâmetros de oxidação térmica úmida, deposição de cromo e corrosão por plasma da amostra IMZ 6, que apresentou os melhores resultados de perda por propagação. A figura abaixo apresenta imagens de MEV da estrutura pedestal dessa amostra após a etapa de corrosão por plasma.

Figura 4.36 – Imagens de MEV dos guias de onda da amostra LSI 1

Fonte: Autor

Observa-se através das imagens acima que a região do óxido que deveria ser protegida pela corrosão por plasma foi atacada, pois o filme de cromo que protegia essa região foi removido antes do término do processo de corrosão. Apesar de maioria dos parâmetros de processo serem iguais aos utilizados na fabricação da amostra IMZ 6, que contém uma estrutura pedestal adequada para os guias de onda, os resultados obtidos para a amostra LSI 1 não foram satisfatórios. Um fato que deve ser considerado é a utilização de diferentes parâmetros na etapa de litografia. Foi observado durante os processos de corrosão por plasma, utilizando diferentes tempos de *dips*, que o fotorresiste suporta a corrosão por aproximadamente 30 minutos. Portanto o cromo não é exposto ao tempo total de corrosão e a espessura utilizada era suficiente para produção da estrutura pedestal. Entretanto, o fotorresiste da amostra LSI 1 pode ter sido removido mais rapidamente durante a corrosão por plasma, em decorrência dos diferentes parâmetros utilizados na etapa de litografia. Isso faz com que o cromo seja submetido a maiores intervalos de tempo a corrosão por plasma e removido antes do término do processo. Desse modo, a estrutura pedestal que estava protegida é atacada.

Decidiu-se fabricar uma nova amostra, denominada LSI 2, utilizando os mesmos parâmetros de processo da amostra LSI 1, com exceção do tempo de corrosão por plasma. A espessura do filme de cromo foi mantida para que o tempo de remoção desse material, após a etapa de litografia permaneça igual, pois se sabe que a utilização de filmes muito espessos como máscara pode comprometer na qualidade das paredes laterais dos guias devido ao perfil isotrópico da corrosão úmida da máscara. Também foram mantidos os parâmetros da litografia óptica, pois a mudança inadequada desses parâmetros pode ocasionar a indefinição das estruturas da máscara de processo para a lâmina. Espera-se que apenas a diminuição do tempo de corrosão por plasma seja capaz de produzir guias de onda com uma altura da estrutura pedestal suficientemente adequada para que os IMZs guiem a luz até a saída. Além disso, o efeito *micromasking* será reduzido, o que proporciona uma vantagem para os dispositivos dessa amostra.

A Figura 4.37 apresenta a estrutura pedestal para a amostra LSI 2 fabricada com um tempo total de corrosão de 75 minutos, com 3 etapas de *dip* realizadas a cada 25 minutos de corrosão.

Figura 4.37 – Imagens de MEV dos guias de onda da amostra LSI 2

Fonte: Autor

Nota-se que a região mais alta da estrutura pedestal produzida nessa amostra não foi atacada pelo plasma, e que foi obtida uma altura do pedestal de aproximadamente 1 μm , conforme desejado. O perfil dos guias de onda observado pelas imagens de MEV acima é semelhante ao de amostras com estruturas pedestal produzidas nesse trabalho que contém IMZs que guiaram a luz por toda sua estrutura. Entretanto, esse resultado não foi obtido para a amostra LSI 2. Isso se deve ao fato de que as amostras fabricadas com a máscara de processos de litografia do LSI/EPUSP apresentam Mach-Zehnders de maior comprimento (6 cm) e larguras de linha mais finas (5 μm), o que dificulta a propagação da luz ao longo de todo o dispositivo. Os resultados obtidos nos IMZs fabricados com a máscara de processos do LME/EPUSP que apresentam guias de onda de 4 cm de comprimento e largura de linha a partir de 8 μm . Portanto, os guias de onda pedestais fabricados nesse trabalho não são capazes de implementar um IMZ cujo comprimento seja superior a 4 cm com larguras de linha inferiores a 8 μm , que são as condições que se encontram os dispositivos da máscara de processos do LSI/EPUSP.

4.4 Produção e caracterização dos sensores ópticos de pressão e temperatura

Os dispositivos fabricados nesse trabalho visando aplicações em sensores de pressão devem constituir IMZs que apresentem guiamento de luz por toda a sua estrutura, e nas costas da lâmina os diafragmas, produzidos pela corrosão úmida do silício, devidamente alinhados com as estruturas da frente da lâmina.

Serão apresentadas a seguir, imagens de MEV dos diafragmas fabricados em lâminas de silício com as máscaras de SiO_xN_y depositadas nas costas, submetidas à solução de KOH por 8 horas. O objetivo dessa corrosão é de verificar a resistência da máscara perante a corrosão úmida, de forma a abrir buracos nas costas da lâmina através da corrosão de todo o silício exposto.

Figura 4.38 – Imagens de MEV obtidas dos diafragmas produzidos.

Fonte: Autor

As imagens acima mostram que o silício que havia sido exposto pela etapa de litografia dos diafragmas foi totalmente corroído. O que se observa abaixo da lâmina é o filme de carbono utilizado para fixar as amostras com o porta-amostra do microscópio.

Devido aos resultados obtidos com os dispositivos produzidos a partir da máscara de IMZs do conjunto do sensor de pressão, não foi possível completar com êxito todas as etapas de processo para fabricação do dispositivo final. Entretanto, o resultado obtido acima comprova que é possível a implementação de sensores

ópticos de pressão, visto que se pode fabricar diafragmas com qualquer espessura através da utilização da máscara de SiO_xN_y . Cabe acrescentar que foram obtidos IMZs com a outra máscara de processos que guiaram a luz por toda a estrutura.

A partir dos resultados obtidos com as amostras IMZ 8 e 9, foram fabricadas algumas amostras utilizando o conjunto de máscaras do sensor de temperatura. As amostras foram fabricadas com os mesmos parâmetros da amostra IMZ 9, pois foi possível a visualização dos modos do IMZ apenas no infravermelho, e essa amostra apresentou valores de perdas por propagação mais baixas para esse comprimento de onda. Seguem abaixo imagens de MEV da estrutura pedestal das amostras preparadas para fabricação dos sensores ópticos de temperatura.

Figura 4.39 – Estrutura pedestal dos guias de onda utilizados para fabricação dos sensores de temperatura

Fonte: Autor

A sequência e os parâmetros dos processos utilizados para fabricação desses dispositivos foram apresentados na seção 3.3 desse trabalho. Os sensores foram produzidos de três maneiras distintas, sendo duas delas sem as cavidades ópticas. Isso possibilitou a realização da litografia com as estruturas alinhadas com o chanfro das lâminas, o que elimina muitas etapas de processo, entre elas a corrosão de KOH que é um dos processos mais críticos, assim como o corte das lâminas fora da orientação cristalográfica. Um dos sensores foi produzido com o filamento de alumínio depositado sobre o núcleo. Isso apresenta a vantagem da eliminação da

etapa de raspagem do filme BWT para fazer o contato elétrico do alumínio. Entretanto, a litografia dos filamentos é feita sobre o núcleo. Portanto o BWT será exposto às soluções que removem o fotorresiste e o alumínio, o que pode comprometer a integridade desse filme. A outra forma de produção dos sensores térmicos sem as cavidades ópticas foi a produção dos filamentos metálicos após a definição da estrutura pedestal, de acordo com a Figura 3.11. A vantagem desse tipo de sensor é que apenas o óxido será exposto às demais soluções para litografia do alumínio. Após a definição das estruturas do filamento, a superfície do SiO_2 pode ser limpa antes da deposição do BWT. A terceira forma de produção dos sensores consistiu em utilizar todas as etapas descritas na seção 3.3 deste trabalho. Através da fabricação das cavidades ópticas, os sensores produzidos serão mais sensíveis às variações de temperatura. Entretanto mais etapas de processo foram realizadas, que juntamente com o corte das lâminas fora da orientação cristalográfica do silício monocristalino, dificultou a finalização da produção dos dispositivos.

Foram feitas imagens de microscopia óptica da superfície das amostras fabricadas sem as cavidades ópticas, que são apresentadas pelas figuras abaixo.

Figura 4.40 – Imagens de microscopia óptica das amostras fabricadas com filamento de alumínio sobre o filme fino BWT

Fonte: Autor

Figura 4.41 - Imagens de microscopia óptica das amostras fabricadas com o filme fino BWT depositado sobre o filamento de alumínio.

Fonte: Autor

Nota-se pelas imagens acima que a melhor sequência de processos utilizada para a fabricação dos sensores de temperatura é a deposição do filme fino BWT sobre o filamento de alumínio, visto que a qualidade da superfície das lâminas fabricadas a partir dessa sequência é superior, comparando-se as Figuras 4.40 e 4.41. Conforme explicado anteriormente, a realização da litografia do alumínio danifica a superfície do BWT, pois esse material fica exposto às soluções úmidas necessárias para gravar as estruturas da máscara dos filamentos nas amostras.

Outro fator que deve ser constatado é o alinhamento dos filamentos com os IMZs, que não foi obtido para todas as estruturas litografadas. Isso é explicado pelo fato que a máscara dos IMZs está quebrada em regiões que continham estruturas de alinhamento. Essas estruturas são fundamentais para o casamento das máscaras utilizadas na construção dos dispositivos. Observa-se que em alguns casos, os filamentos metálicos foram depositados sobre os braços do Mach-Zehnders, e também longe dos mesmos, o que diminui a quantidade de dispositivos capazes de prover o funcionamento adequado para aplicação em sensores de temperatura.

Os dispositivos fabricados com o filamento metálico sobre o filme fino BWT não foram capazes de guiar a luz, por conta da qualidade de sua superfície. Já os dispositivos fabricados com o BWT sobre os filamentos, foram capazes de guiar a

luz ao longo dos IMZs. A seguir serão apresentadas imagens de perfis de campo próximo retiradas da saída desses dispositivos.

Figura 4.42 – Perfis de campo próximo, em 1050 nm, na saída dos IMZs fabricados com filamentos metálicos

Fonte: Autor

Para que fosse possível a aplicação de uma diferença de potencial nos filamentos de alumínio procedemos à raspagem do filme fino BWT, através de um cortador de vidro. Seguem abaixo imagens de microscopia óptica da superfície das amostras raspadas nas regiões de contato dos filamentos.

Figura 4.43 – Imagens de microscopia óptica das amostras raspadas sobre os filamentos metálicos

Fonte: Autor

Observa-se que as amostras foram raspadas na região sobre os filamentos sem que os braços do IMZ fossem riscados. Para comprovar que o BWT foi completamente removido, foi medida a resistência elétrica das regiões raspadas com um multímetro digital. A resistência medida foi da ordem de 4Ω . Para efeito de comparação, também foi medida a resistência dos filamentos de alumínio da amostra em que eles foram depositados sobre o BWT. Foi obtida uma resistência de 3Ω . Esse resultado comprova que o contato elétrico foi obtido com êxito por meio da raspagem, o que pode ser visto pela Figura 4.43.

De modo a garantir a integridade dos filamentos metálicos construídos próximos aos IMZs que apresentaram guiamento de luz por toda a estrutura, não se deve aplicar uma diferença de potencial elevada, para evitar o rompimento do filamento. Para fazer essa averiguação, foram aplicadas diferenças de potencial nos filamentos de 3Ω . A corrente máxima aguentada por essa estrutura antes do rompimento foi de 1A. Portanto, a máxima diferença de potencial que pode ser aplicada nos filamentos raspados é de 2,5V.

Após a verificação do funcionamento dos filamentos, foi montado um arranjo experimental, apresentado pela Figura 4.44, para que fosse possível alinhar os IMZs com a fibra que transmite o laser nos guias de entrada, e ao mesmo tempo aplicar uma diferença de potencial nos filamentos sem comprometer o alinhamento óptico da amostra.

Figura 4.44 – Arranjo experimental montado para medidas dos sensores de temperatura

Fonte: Autor

Foram utilizados dois microposicionadores para alinhar as agulhas nas regiões em que os filamentos foram raspados, e o multímetro digital para verificar o contato elétrico. Após a obtenção do valor da resistência do alumínio pelo multímetro, as pontas de prova são conectadas a uma fonte de tensão. Com relação ao alinhamento óptico, a amostra é devidamente alinhada com a fibra óptica, conforme apresentado pela Figura 3.30. Um medidor de potência e uma íris foram posicionados de forma a detectar a potência de luz na saída dos IMZs. A íris tem a função de filtrar o espalhamento de luz na saída da amostra. Desse modo apenas o sinal correspondente ao guiamento de luz é detectado pelo medidor de potência. Os dispositivos foram caracterizados através do laser de 1050 nm, calibrado com uma potência de 0,3W. A tabela abaixo apresenta os valores de potência de luz na saída dos IMZs de 30, 10 e 8 μm .

Tabela 4.6 – Valores de potência medidos na saída dos IMZs

Largura de linha	Potência
30 μm	32,0 μW
10 μm	8,5 μW
8 μm	2,0 μW

Conforme o esperado, os IMZs que contém guias de onda mais largos transmitem mais potência, pois são capazes de comportar mais modos do que os guias menores.

As diferenças de potencial aplicadas nos filamentos metálicos variaram de modo que a corrente aumentasse de 0 a 900 mA, com variação de 100 mA. Não foram observadas variações de potência na saída dos dispositivos. Isso é atribuído ao possível aquecimento dos dois braços, causado pela propagação do calor gerado pelo filamento metálico, ao longo da superfície do SiO_2 . Caso os braços do IMZ sejam aquecidos igualmente, não haverá diferença de fase entre os feixes propagantes e o sinal de saída não será alterado.

Esses resultados ressaltam a importância da fabricação das cavidades ópticas dos sensores de temperatura, visto que o aquecimento causado pelos filamentos de alumínio é facilmente propagado para o braço referência do IMZ.

As amostras fabricadas com cavidades ópticas passaram pela etapa de corte das lâminas fora da orientação cristalográfica do silício. Esse procedimento foi realizado com sucesso antes da etapa de corrosão úmida do KOH.

A seguir serão apresentadas imagens de MEV da superfície dos sensores produzidos com as cavidades ópticas, após a etapa de corrosão úmida do silício pela solução de KOH.

Figura 4.45 – Imagens de MEV da superfície dos sensores produzidos com cavidades ópticas após a etapa de corrosão do KOH

Fonte: Autor

Observa-se que as cavidades ópticas não foram conseguidas com êxito, devido ao fato de que a máscara depositada foi totalmente corroída pelo KOH. Assim que material de máscara é removido, toda a superfície do silício fica exposta à solução de corrosão. Portanto, as cavidades ópticas, que são as únicas regiões que deveriam ser corroídas, não são formadas. Um dos motivos pelos quais o SiO_xN_y foi removido durante a corrosão do KOH é que esse material foi depositado sobre uma superfície rugosa, o que aumenta a área de superfície da corrosão úmida. Isso faz com que o material de máscara seja removido mais facilmente.

É importante ressaltar que o SiO_xN_y também foi utilizado para proteção da superfície do silício para fabricação dos diafragmas nos sensores de pressão. Uma camada de 2,5 µm desse material, depositado em uma superfície lisa, foi capaz de suportar 8 horas de corrosão úmida. Em compensação, uma camada de 1,0 µm, depositada em uma superfície rugosa, não suportou a 90 minutos de corrosão realizada pela mesma solução.

Para viabilização da construção das cavidades ópticas, a ordem das etapas de processo devem ser revistas, visto que a rugosidade causada pela corrosão por plasma foi um fator determinante para que o material depositado como máscara não resistisse a corrosão úmida do KOH.

5 Conclusões

Neste trabalho foi apresentada pela primeira vez a fabricação de IMZs em guias de onda do tipo pedestal e filmes finos de BWT como camada de núcleo. A determinação das constantes ópticas do BWT comprova que a utilização de camadas de núcleo mais espessa favorecem a propagação da luz para comprimentos de onda na região do infravermelho, e espessuras menores favorecem para comprimentos de onda no visível.

Em relação aos processos de fabricação, foi observado que o fotorresiste contribui para diminuição das rugosidades geradas pela corrosão por plasma. O procedimento de *dip* e a solução RCA 1 também mostraram-se eficientes para essa finalidade. Entretanto elas comprometem a qualidade das paredes laterais da estrutura pedestal. A diminuição da quantidade de *dips* garante a obtenção de paredes laterais da estrutura pedestal mais verticais.

As perdas por propagação mostraram que guias de onda fabricados com a estrutura pedestal mais alta, com menos rugosidades e paredes laterais mais verticais apresentaram os melhores resultados. Foram observadas perdas mínimas de 1,5 dB/cm em amostras produzidas nessas condições, e perdas superiores a 7,0 dB/cm em amostras que apresentaram pelo menos um dos problemas apontados acima.

Os IMZs foram produzidos com sucesso através dos guias de onda que apresentaram as menores perdas por propagação. A análise dos perfis de campo próximo revelou que os Mach-Zehnders produzidos nesse trabalho não são adequados para aplicações em sensores, pois foi obtido comportamento multimodo para os dispositivos que guiaram a luz por toda a estrutura. Os IMZs fabricados com guias de onda mais estreitos apresentaram mais vantagens para fabricação dos sensores ópticos.

Nas etapas de processo utilizadas para fabricação dos sensores de pressão, foi constatado que filmes finos de SiO_xN_y são capazes de atuar como material de máscara para corrosão do silício. A sequência das etapas de processo desenvolvida

nesse trabalho viabilizará a produção de sensores de pressão, caso sejam produzidos IMZs de menor comprimento e maior largura, com as estruturas devidamente alinhadas aos diafragmas.

Verificou-se que é possível fabricar estruturas litografadas a 45° em relação a orientação cristalográfica do silício, pois foi apresentada uma técnica que permite o corte das lâminas em qualquer orientação. Foram desenvolvidos sensores ópticos de temperatura fabricados com os filamentos metálicos. Esses filamentos devem ser obtidos antes da deposição do núcleo do filme. Não foi possível detectar as variações de temperatura causadas no braço sensor devido à ausência das cavidades ópticas. A ordem das etapas de processos utilizadas na produção dos sensores de temperatura não foi adequada, visto que o SiO_xN_y foi depositado sobre uma superfície rugosa e não foi capaz de resistir a corrosão úmida do KOH, o que impediu a construção das cavidades.

Os resultados obtidos indicam que IMZs fabricados com a estrutura pedestal e filmes finos de BWT como núcleo dos guias de onda são promissores para fabricação de sensores ópticos integrados. As considerações anteriormente elencadas possibilitarão a construção de diversos tipos de sensores ópticos integrados para serem aplicados em dispositivos fotônicos e optoeletrônicos.

6 Referências Bibliográficas

- [1] P. Office, M. Heath, **Application of plasma etching techniques to metal-oxide-semiconductor (MOS) processing**. Thin Solid Films. v.65, p.111–123, 1980.
- [2] J.A. Martino, M.A. Pavanello, P.B. Verdonck, **Caracterização elétrica de tecnologia e dispositivos MOS**. Pioneira Thomson Learning, São Paulo, 2003.
- [3] H. Iwai, S. Ohmi, **Silicon integrated circuit technology from past to future, Microelectronics Reliability**. v.42, p.465–491, 2002.
- [4] S. Hillenius, **The Future of Silicon Microelectronics**. IEEE Workshop on Microeletronics and Electron Devices. p.3–4, 2004.
- [5] J.-P. Colinge, **Silicon-on-insulator technology: materials to VLSI**. Kluwer Academic Publishers, 2004.
- [6] E. Suhir, **Microelectronics and photonics — the future**. Microelectronics Journal. v.31, p.839–851, 2000.
- [7] S. Miller, **A survey of integrated optics**. IEEE Journal of Quantum Electronics. v.8, 199–205, 1972.
- [8] A.V. Krishnamoorthy, K.W. Goossen, **Optoelectronic-VLSI: photonics integrated with VLSI circuits**. IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics. v.4, p.899–912, 1998.
- [9] M. Desmulliez, **Optoelectronics-VLSI system integration: Technological challenges**. Materials Science and Engineering: B. v.74, p.269–275, 2000.
- [10] H. Wong, V. Filip, C.K. Wong, P.S. Chung, **Silicon integrated photonics begins to revolutionize**, Microelectronics Reliability. v.47, p.1–10, 2007.
- [11] G. Masini, L. Colace, G. Assanto, **Si based optoelectronics for communications**, Materials Science and Engineering: B. v.89, p.2–9, 2002.

- [12] Cacho, V.D.D., **Produção e caracterização de guias de onda de telureto e germanato para aplicações em optoeletrônica**. 2010. 150 p. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.
- [13] Da Silva, D.M. **Fabricação e caracterização de guias de onda baseados em filmes finos e vidros de óxido de metal pesado dopados com Er^{3+} e Yb^{3+} e contendo nanopartículas metálicas para aplicações em dispositivos fotônicos**. 2013. 242 p. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013.
- [14] Izumi, F. **Produção e Caracterização de Filmes Finos Amorfo para Aplicações em Dispositivos Fotônicos**. 2012. 100 p. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.
- [15] de Assumpção, T.A.A. **Produção e Caracterização de Filmes Finos Amorfo de Germanato Codopados com Tm^{3+} E Yb^{3+} Contendo Nanopartículas de Prata para a Produção de Guias de Onda**. 2013. Qualificação (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013.
- [16] D. Jiménez, E. Bartolomé, M. Moreno, J. Munõz, C. Domínguez, **An integrated silicon ARROW Mach-Zehnder interferometer for sensing applications**. Optical Communications. v.132, p.437–441, 1996.
- [17] B. Li, L. Jiang, S. Wang, J. Yang, M. Wang, Q. Chen, **High sensitivity Mach-Zehnder interferometer sensors based on concatenated ultra-abrupt tapers on thinned fibers**. Optics & Laser Technology. v.44, p.640–645, 2012.
- [18] R. Bernini, A. Cusano, **Generalized Mach-Zehnder interferometers for sensing applications**. Sensors and Actuators B: Chemical. v.100, p.72–74, 2004.
- [19] P. Hua, B. Jonathan Luff, G.R. Quigley, J.S. Wilkinson, K. Kawaguchi, **Integrated optical dual Mach-Zehnder interferometer sensor**. Sensors and Actuators B: Chemical. v.87, p.250–257, 2002.

- [20] D. Sarkar, I. Jamal, S.K. Mitra, **Analysis, design and fabrication of optical waveguides for Mach–Zehnder Interferometry**. Optics Communications. v.311, p.338–345, 2013.
- [21] D. Cristea, F. Craciunoiu, M. Caldararu, **Components for optoelectronic and photonic integrated circuits — design, modelling, manufacturing and monolithic integration on silicon**. Materials Science and Engineering: B. v.74, p.89–95, 2000.
- [22] K. Okamoto, **Fundamentals of optical waveguides**. San Diego, 2006.
- [23] R.G. Heideman, P.V. Lambeck, **Remote opto-chemical sensing with extreme sensitivity: design, fabrication and performance of a pigtailed integrated optical phase-modulated Mach–Zehnder interferometer system**. Sensors and Actuators B: Chemical. v.61, p.100–127, 1999.
- [24] A.L. Siarkowski, N.I. Morimoto, B.H.V. Borges, **Sensing based on Mach-Zehnder interferometer and hydrophobic thin films used on volatile organic compounds detection**, Optical Engineering. V.51, p.054401, 2012.
- [25] J. Hong, et al., **A Mach-Zehnder interferometer based on silicon oxides for biosensor applications**. Analytica Chimica Acta. v.573-574, p.97–103, 2006.
- [26] A. Calle, A. Llobera, C. Dom, **An integrated optical interferometric nanodevice based on silicon technology for biosensor applications**, Nanotechnology. v.14, p.907–912, 2003.
- [27] F. Prieto, B. Sepúlveda, A. Calle, A. Llobera, C. Domínguez, L.. Lechuga, **Integrated Mach–Zehnder interferometer based on ARROW structures for biosensor applications**. Sensors and Actuators B: Chemical. v.92, p.151–158, 2003.
- [28] E. Schipper, A. Brugman, **The realization of an integrated Mach-Zehnder waveguide immunosensor in silicon technology**. Sensors and Actuators B: Chemical. v.40, p.147–153, 1997.

[29] L. Lechuga, A. Lenferink, **Feasibility of evanescent wave interferometer immunosensors for pesticide detection: chemical aspects.** Sensors and Actuators B: Chemical. v.25, p.762–765, 1995.

[30] E. Schipper, A. Bergevoet, **New detection method for atrazine pesticides with the optical waveguide Mach-Zehnder immunosensor.** Analytica Chimica. v.341, p.171–176, 1997.

[31] C. Wagner, J. Frankenberger, P.P. Deimel, **Optical pressure sensor based on a Mach-Zehnder interferometer integrated with a lateral a-Si:H p-i-n photodiode.** IEEE Photonics Technology Letters. v.5, p.1257–1259, 1993.

[32] H. Porte, V. Gorel, S. Kiryenko, J.P. Goedgebuer, W. Daniau, P. Blind, **Imbalanced Mach-Zehnder interferometer Integrated in Micromachine Silicon Substrate for Pressure Sensor.** Journal of Lightwave Technology. v.17, p.229–233, 1999.

[33] C.-Y. Wu, P. Lin, R.-S. Huang, W.-C. Chao, M.M.H. Lee, **Design optimization for micromachined low power Mach-Zehnder thermo-optic switch.** Applied Physics Letters. v.89, p.121121, 2006.

[34] A.M. Mina, H. Baez, M.I. Alayo, **Development and fabrication of an optimized thermo-electro-optic device using a mach-Zehnder interferometer.** Journal of Non-Crystalline Solids. v.354, p.2565–2570, 2008.

[35] W. Lang, Silicon microstructuring technology, **Materials Science and Engineering: R: Reports.** v.17, p.1–55, 1996.

[36] Mina, A.M. **Estudo das etapas de fabricação de dispositivos termo-eletro-ópticos utilizando o interferômetro Mach-Zehnder,** 2008. 116 p. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008. [37] M. Ohring, The Materials Science of Thin Films, Academic Press, New Jersey, 1992.

[38] S. Campbell, **The science and engineering of microelectronic fabrication** New York, 1996.

- [39] P.J. Tatsch, **Deposição de filmes finos** in: V Oficina de Microeletrônica, Campinas, 1996.
- [40] Y. Chen, Q. Nie, T. Xu, S. Dai, X. Wang, X. Shen, **A study of nonlinear optical properties in Bi₂O₃–WO₃–TeO₂ glasses** Journal of Non-Crystalline Solids. v.354, p.3468–3472, 2008.
- [41] L.R.P. Kassab, W.G. Hora, M.A. Lozano, A.S. Oliveira, G.S. Maciel, **Optical properties of Er³⁺ doped GeO₂-PbO glass: effect of doping with Bi₂O₃**. Journal of Optics Communications. v.269, p.356, 2007.
- [42] Y. Ruan, S. Afshar, T.M. Monro, **Light Enhancement Within Nanoholes in High Index Contrasts Nanowires**. IEEE Photonics Journal. v.3 p.129, 2011.
- [43] G. Upender, V.G. Sathe, V.C. Mouli, **Raman spectroscopic characterization of tellurite glasses containing heavy metal oxides**. Physica B: Condensed Matter. v.405, p.1269–1273, 2010.
- [44] N. V Ovcharenko, T. V Smirnova, **High refractive index and magneto optical glasses in the systems**. Journal of Non-Crystalline Solids. v.291, p.121–126, 2001.
- [45] R. Balda, L.M. Lacha, J. Fernández, M. a Arriandiaga, J.M. Fernández-Navarro, D. Muñoz-Martin, **Spectroscopic properties of the 1.4 microm emission of Tm³⁺ ions in TeO₂-WO₃-PbO glasses**. Optics Express. v.16, p.11836–46, 2008.
- [46] E.B. Intyushin, V. A. Novikov, **Tungsten–tellurite glasses and thin films doped with rare-earth elements produced by radio frequency magnetron deposition**. Thin Solid Films. v.516, p.4194–4200, 2008.
- [47] X. Shen, Q. Nie, T. Xu, S. Dai, X. Wang, **Optical transitions and upconversion luminescence of Er³⁺-doped tellurite glass**. Physica B: Condensed Matter. v.381, p.219–223, 2006.

- [48] X. Shen, Q. Nie, T. Xu, Y. Gao, **Optical transitions of Er³⁺/Yb³⁺ codoped TeO₂-WO₃-Bi₂O₃ glass**. Spectrochimica Acta. Part A, Molecular and Biomolecular Spectroscopy. v.61, p.2827–31, 2005.
- [49] V. de Campos, L.R.P. Kassab, T. de Assumpção, D.S. da Silva, C.B. de Araújo, **Infrared-to-visible upconversion emission in Er³⁺ doped TeO₂-WO₃-Bi₂O₃ glasses with silver nanoparticles**. Journal of Applied Physics. v.112, p.063519, 2012.
- [50] L.R.P. Kassab, M.E. Camilo, T. a. a. de Assumpção, G.L. Myronchuk, **Laser stimulated light reflection for TeO₂-WO₃-Bi₂O₃ thin films with incorporated Si nanoparticles**. Journal of Non-Crystalline Solids. v.376, p.90–93, 2013.
- [51] K. Wasa, S. Hayakawa, **Handbook of Sputter deposition technology Principles, Technology and Applications**, Reprint Ed, New Jersey, 1992.
- [52] G.P. Christopher, K. Christian, F. Masafumi, P. Andreas, S. Thomas, L. Jrg, et al., **Radiation modes and roughness loss in high index-contrast waveguides**. IEEE Journal Of. v.12, p.1306–1321, 2006.
- [53] C.S. Seibert, D. Liang, D.C. Hall, Z.A. Shellenbarger, **High-index-contrast AlGaAs Waveguide scattering loss Reductions via Oxidation Smoothing of Sidewall Roughness**, Conference on Quantum Eletronics and Laser Science. p.1–2, 2008.
- [54] A.Z. Subramanian, G.S. Murugan, M.N. Zervas, J.S. Wilkinson, **High index constrast Er:Ta₂O₅ waveguide amplifier on oxidised silicon**. Optical Communications. v.185, p.124–127, 2012.
- [55] R. Baets, P.E. Lasagge, **Calculations of radiation loss integrated-optics tapers and y-junctions**. Appl. Opt. v.21, 1982.
- [56] Z. Weissman, A. Hardy, E. Marom, **Mode-dependent radiation loss in Y junctions and directional couplers**. IEEE Journal of Quantum Electronics. v.25, 1989.

- [57] G. Cocorullo, F. Della Corte, **Thermo-optic effect exploitation in silicon microstructures**, Sensors and Actuators A. v.71, p.19–26, 1998.
- [58] N. et al. Pelletier, **Single-Mode Rib Optical Waveguides on SOG/SU-8 Polymer and Integrated Mach-Zehnder for Designing Thermal Sensors**. IEEE Sensors Journal. v.6, p.565–570, 2006.
- [59] G.Z. et al. Xiao, **Effects of Environment Temperature Induced Heater Resistance Change on the Attenuation of MZI Type Variable**. Optical Attenuators, IEEE Photonics Technology Letters. v.16, p.482–484, 2004.
- [60] Siarkowski, A.L. **Implementação de um sensor óptico integrado de pressão baseado no interferômetro Mach-Zehnder (IMZ)**, 2001, 84 p. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.
- [61] W. Kern, **Overview and evolution of silicon wafer cleaning technology**. Handbook of Silicon Wafer Cleaning Technology. 3–92, 2008.
- [62] Carvalho D.O., **Desenvolvimento de processos de fabricação de dispositivos óptico integrados em tecnologia de silício para aplicação em sensoramento**, 2012, 129 p. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.
- [63] Betanzo, C.R. **Corrosão por plasma para tecnologias cmos e microssistemas**, 2003. 166 p. Tese (Doutorado) – Engenharia Elétrica e Computação, Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 2003.
- [64] R. Swanepoel, **Micromasking effect and nanostructure self-formation on the surface of lead chalcogenide epitaxial films on Si substrates during argon plasma treatment**, Journal of Physics D. v.42, p.165205, 2009.
- [65] R. Swanepoel, **Determination of the thickness and optical constants of amorphous silicon**, Journal of Physics E. v.16, p.1214, 1983.

ANEXOS - Publicação dos resultados

Publicações em periódicos realizadas no período do mestrado relacionadas com outros trabalhos do grupo

Assumpção, Thiago Alexandre Alves ; SILVA, D. M. ; Camilo E. M. ; KASSAB, L. R. P. ; Gomes A. S. L ; ARAUJO, C. B. ; WETTER, N. U. Frequency upconversion properties of TeO₂-ZnO glasses doped with Tm³⁺ containing silver nanoparticles. Journal of Alloys and Compounds **JCR**, v. 536, p. S504-S506, 2012.

CAMILO, MAURICIO E. ; ASSUMPCAO, THIAGO A. A. ; DA SILVA, DAVINSON M. ; DA SILVA, DIEGO S. ; KASSAB, LUCIANA R. P. ; DE ARAU'JO, CID B. Influence of silver nanoparticles on the infrared-to-visible frequency upconversion in Tm³⁺/Er³⁺/Yb³⁺ doped GeO₂-PbO glass. Journal of Applied Physics, v. 113, p. 153507, 2013.

KASSAB, L. R. P. ; KASSAB, L. R. P. ; ASSUMPÇÃO, T. A. A. ; CAMILO, M. E. ; MYRONCHUK, G. L. Laser stimulated light reflection for TeO₂-WO₃-Bi₂O₃ thin films with incorporated Si nanoparticles. Journal of Non-Crystalline Solids, v. 376, p. 90-93, 2013.

CAMILO, M. E. ; ASSUMPÇÃO, T. A. A. ; SILVA, E. O. ; KASSAB, L. R. P. ; ARAUJO, C. B. White light generation in Tm³⁺/Ho³⁺/Yb³⁺ doped PbO-GeO₂ glasses excited at 980-nm. Journal of Applied Physics, v. 114, p. 163515, 2013.

Divulgação dos Resultados em Congressos

CAMILO, M. E. ; CACHO, V. D. ; CHAVEZ, M. I. A. ; CARVALHO, D. O. ; KASSAB, L. R. P. PRODUCTION OF Te₂O -WO₃ -Bi₂O₃ THIN FILMS FOR MANUFACTURE OF INTEGRATED OPTICAL SENSOR BASED ON MACH-ZEHNDER INTERFEROMETER. 1st Advanced School on Materials for Photonic Applications, UNESP, Araraquara, 2012.

CAMILO, M. E. ; CACHO, V. D. ; ASSUMPCAO, T. A. A. ; KASSAB, L. R. P. ; ALAYO, M. I. Production of TeO₂-WO₃-Bi₂O₃ thin films for fabrication of integrated optical sensors. In: 28th Symposium on Microelectronics Technology and Devices, 2013, Curitiba. Conference Proceedings, 2013.

CAMILO, M. E. ; KASSAB, L. R. P. ; ALAYO, M. I. Production of TeO₂-WO₃-Bi₂O₃ pedestal optical waveguides and Mach-Zehnder structures for applications in optical sensors. In: SEMINATEC, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2014.