# JULIAN HUMBERTO SIERRA PEREZ

Desenvolvimento de guias de onda em estrutura pedestal para aplicações em óptica não-linear

São Paulo 2019

# JULIAN HUMBERTO SIERRA PEREZ

Desenvolvimento de guias de onda em estrutura pedestal para aplicações em óptica não-linear

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

# JULIAN HUMBERTO SIERRA PEREZ

Desenvolvimento de guias de onda em estrutura pedestal para aplicações em óptica não-linear

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

Área de Concentração: Microeletrônica

Orientador: Prof. Dr. Marco Isaías Alayo Chávez Co-orientador: Prof. Dr. Daniel Orquiza de Carvalho Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

responsabilidade única do	autor e com a anuência de seu orientador.
São Paulo, de	de
Assinatura do autor:	Julian H. Sierro Pérez
Assinatura do orientador:	

Catalogação-na-publicação

Sierra Perez, Julian Humberto

Desenvolvimento de guias de onda em estrutura pedestal para aplicações em óptica não-linear / J. H. Sierra Perez -- versão corr. -- São Paulo, 2019. 111 p.

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

1. Óptica não-linear 2. Microeletrônica-Processos 3. Auto-modulação de fase I. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Sistemas Eletrônicos II. t.

Às pessoas que sempre levo na minha memória e no meu coração: Humberto, Pascuala, Pedro M, Edelmira, Myriam e Pedro P.

#### AGRADECIMENTOS

Na nossa vida sempre temos inumeráveis pessoas com as quais estar agradecidos. Na minha, por exemplo, a quantidade é, sem dúvida muito elevada. É um pouco difícil me lembrar de tantas e tantas pessoas que me ajudaram no decorrer dos anos. Vamos tentar fazê-lo o melhor possível.

À minha família, vocês sempre têm sido meu maior apoio, minha maior força de vontade. Ás minhas mães Dary Pérez e Blanca Contreras e ao meu pai Ciro Pérez. Aos meus irmãos, Durley, Dimary, Pedro, Diya e Santi, muito obrigado, cada um de vocês contribui de uma maneira enorme na minha vida, em todo aspecto. Sem vocês, eu não teria conseguido as coisas que hoje em dia fazem de mim o que sou. Sem me esquecer da minha tia Chepita e da comadre Myriam Lucy.

À minha namorada, Catalina Hernández, especialmente porque juntos tivemos que superar momentos muito difíceis. Mas a gente permaneceu sempre aí, em pê, sem se render. Obrigado por nunca decair e sempre ter na sua mente cumprir os nossos sonhos.

Academicamente tenho muitas pessoas às quais agradecer na minha formação. Começando pelos professores Dr. Marco Alayo e Dr. Daniel Orquiza, dois grandes professionais, e grandes pessoas que me deram a oportunidade de aprender deles, e de me orientar no desenvolvimento do meu trabalho. Ao pessoal do LME, aos professores Dra. Inés Pereyra, Dr. Marcelo Carreño, e Dr. Gustavo Rehder e demais técnicos e colegas pela ajuda, pelo apoio e as sugestões realizadas. Especialmente aos Igor Yamamoto, Alexandre Lopes, e às técnicas da sala limpa Teresa, Rita e Cristina, porque todos eles sempre estiveram para me ajudar em qualquer necessidade.

Agradeço as grandes contribuições por parte do Ricardo Rangel do LSI nos processos de fabricação dos dispositivos, do Dr. Ricardo Samad do CLA-IPEN nas medidas da SPM, do Marcio Valle do LME pela ajuda com os filmes de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e do Daniel Rodrigues do PMT-POLI pela colaboração no uso do MEV.

Aos meus amigos que fizeram com que no Brasil eu me sentisse como em casa: Kaique, Juan, David, David e Josué. E aos membros do lar onde morei e compartilhei momentos inesquecíveis: o senhor Adauto, a dona Flora, David, Alisson, Thiago e Matheus.

Á CAPES pela bolsa concedida para a realização deste mestrado. Á USP por permitir me formar nesta prestigiosa universidade. Ao Brasil e sua gente, por me abrir as portas deste maravilhoso país e me oferecer esta valiosa oportunidade.

Muito obrigado.

#### RESUMO

Neste trabalho foram fabricados guias de onda ópticos em estrutura pedestal para realizar a medição do índice de refração não-linear em cinco diferentes materiais: Nitreto de Alumínio (AlN), Oxinitreto de Titânio (TiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>), Oxido de Titânio (TiO<sub>2</sub>), Oxinitreto de Silício (SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>) e Pentóxido de Tântalo (Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>). A escolha desses materiais se baseou em estudos realizados da literatura e nas características promissoras que eles apresentam em aplicações ópticas não-lineares.

A técnica pedestal foi usada na fabricação dos guias de onda estudados neste trabalho, a mesma permite usar qualquer material como núcleo. Foi usado o óxido de silício (SiO<sub>2</sub>), com *n* de ~1,46, como *cladding* inferior, e ar, com *n* de 1 como *cladding* superior.

As caracterizações ópticas consistiram nas medições de atenuação óptica usando a técnica de vista superior e nas medidas e cálculos de índice refração não-linear usando o alargamento espectral de pulsos ultracurtos, através do fenômeno não-linear da Auto Modulação de Fase *(SPM)*.

Os resultados mostraram que as atenuações ópticas nos guias de onda variaram de 1,8 dB/cm a 3,69 dB/cm para os guias com núcleo de SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>, e de 0,1 dB/cm a 2,39 dB/cm para os guias com núcleo de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. As medidas de índice de refração não-linear foram realizadas só nos guias que apresentaram menores atenuações ópticas obtendo valores de  $4,02 \cdot 10^{-20} m^2/W$  para o SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> e de 5,164  $\cdot 10^{-19} m^2/W$  para o Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Esses resultados mostram que os dois materiais, especialmente o Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, sejam considerados altamente promissores para sua utilização na fabricação de dispositivos ópticos com características ópticas não-lineares.

Palavras-chave: Óptica não-linear. Guias de onda. Óptica integrada. Novos materiais. Auto modulação de fase. Oxinitreto de silício. Pentóxido de tântalo.

### ABSTRACT

In this work, optical waveguides were manufactured in pedestal structure to measure the nonlinear refractive index in five different materials: Aluminum Nitride (AlN), Titanium Oxynitride ( $TiO_xN_y$ ), Titanium Oxide ( $TiO_2$ ), Silicon Oxynitride ( $SiO_xN_y$ ) and Tantalum Pentoxide ( $Ta_2O_5$ ). The choice of these materials was based on the results found in the literature and the promising characteristics that these had for nonlinear optical applications.

The pedestal technique was used in the fabrication of the waveguides studied in this work, which allows using any material as a core of devices. Silicon oxide (SiO<sub>2</sub>) with *n* of ~1.46 was used as bottom cladding and air with *n* of 1 as top cladding.

Optical characterizations were done as optical attenuation measurements using the top view technique and nonlinear refractive index measurements using ultrashort pulse spectral broadening, through the nonlinear phenomenon of Self-Phase Modulation (SPM).

The results showed that optical attenuation in waveguides ranged from 1.8 dB/cm to 3.69 dB/cm for SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> core waveguides, and from 0.1 dB/cm to 2.39 dB/cm for waveguides with core of Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Measurements of nonlinear refractive index were performed only in the guides that presented lower optical attenuations obtaining values of  $4.02 \cdot 10^{-20} m^2/W$  for SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> and of  $5.164 \cdot 10^{-19} m^2/W$  for Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. These results show that both materials, especially Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, are considered highly promising for it use in the fabrication of optical devices with nonlinear optical characteristics.

Keywords: Nonlinear optics. Waveguides. Integrated optics. Novel materials. Self-phase modulation. Silicon oxynitride. Tantalum pentoxide.

# LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Confinamento da luz dentro de um guia de onda tipo SLAB por reflexão interna to	otal
	5
Figura 2 - Exemplos de configurações utilizadas para confinar luz (guias de onda)	6
Figura 3 - Feixes de luz e suas frentes de fase dentro de um guia de onda	7
Figura 4 - Reflexão total de uma onda plana entre uma interface dielétrica	8
Figura 5 - Formação dos modos guiados	9
Figura 6 - Alargamento espectral devido à SPM, para diferentes deslocamentos de fase máxi	ma
φmax	.22
Figura 7 - Montagem utilizada para realizar o acoplamento de luz dentro dos guias de onda	.35
Figura 8 - Montagem utilizada na medida de atenuação	.36
Figura 9 - Sistema de geração dos pulsos ultracurtos com altos picos de intensidade	.38
Figura 10 - Caminho óptico do laser ultracurto desde a saída do amplificador até a saída dos gu	iias
de onda	.38
Figura 11 - Lâmina de Silício limpa	.40
Figura 12 - Lâmina com uma camada de óxido fino	.41
Figura 13 – Foto-máscara com os guias de onda	.43
Figura 14 - Parte inicial de um conjunto de guias de onda	.43
Figura 15 - Lâmina de silício após corrosão do óxido fino	.44
Figura 16 - Lâmina com o silício corroído	.45
Figura 17 - Lâmina com o óxido espesso que atua como cladding inferior dos guias de onda .	.47
Figura 18 - Estrutura final de um guia de onda pedestal	.47
Figura 19 - Peças e processo manual de clivagem	.48
Figura 20 - Borda da lâmina após abertura dos guias de onda	.48
Figura 21 - Imagem microscópica. Vista superior do comprimento de guias de onda	.49
Figura 22 - Micrografia óptica dos guias de onda, antes e depois da corrosão do silício	.50
Figura 23 - Imagens MEV dos guias de onda previa deposição do núcleo	. 52
Figura 24 - Espectroscopia Raman das amostras AlN-1 a AlN-4	. 53
Figura 25 - Transmitância óptica, AlN depositado com alvo de alumínio	. 54
Figura 26 - Guiamento óptico em infravermelho no guia de onda produzido com a amostra A	IN-
5	.54
Figura 27 - Micrografia da superfície com os guias de onda de AlN após recozimento a 550	°C
	.55
Figura 28 - Micrografía MEV, vista da entrada dos guias de onda com núcleo de AlN	.56
Figura 29 - Vista frontal superior de guia de onda, previa deposição do núcleo de AlN	.56
Figura 30 - Transmitância óptica das amostras de AlN depositadas com alvo de AlN	.57
Figura 31 - Espectroscopia Raman das amostras TiON-1 e TiON-2 de TiOxNy, depositadas so	bre
vidro após recozimento a 550 °C	. 59
Figura 32 - Transmitância óptica das amostras de TiOxNy	. 59
Figura 33 - Micrografía MEV, vista da entrada dos guias de onda com núcleo de TiO <sub>x</sub> N <sub>y</sub>	.60
Figura 34 - Espectroscopia Raman da Amostra TiO-1	. 62
Figura 35 - Transmitância óptica para a amostra de TiO <sub>2</sub> : TiO-1	.63

Figura 36 - FTIR da amostra de SiO <sub>x</sub> N <sub>y</sub> depositada sobre silício	64
Figura 37 - Transmitância óptica da amostra de SiO <sub>x</sub> N <sub>y</sub> (Amostra SiON-1)	65
Figura 38 - Guiamento óptico. Imagem da saída dos guias de onda na amostra SiON-1	65
Figura 39 - Guiamento óptico através do comprimento total em guias de onda com núcle	eo de
SiO <sub>x</sub> N <sub>y</sub>	66
Figura 40 - Micrografia MEV. Guia de onda de 7 μm de largura, com núcleo de SiO <sub>x</sub> N <sub>y</sub>	66
Figura 41 - MEV Guias de onda SiO <sub>x</sub> N <sub>y</sub> . Limitação da tecnologia de fabricação (dimen	nsões
mínimas)	67
Figura 42 - Micrografia MEV. Conjunto de guias de onda com núcleo de SiO <sub>x</sub> N <sub>y</sub> , larguras o	desde
18 μm, até 50 μm	68
Figura 43 - Vista superior do guia de onda com núcleo de SiO <sub>x</sub> N <sub>y</sub> , de 90 µm, transmitind	lo luz
	68
Figura 44 - Intensidade de luz espalhada vs. distância em centímetros. Guia de onda de Si	O <sub>x</sub> N <sub>y</sub>
de 90 μm	69
Figura 45 - Estrutura pedestal modelada no analisador modal baseado no FEM para um gu	iia de
onda de SiO <sub>x</sub> N <sub>y</sub> de 20 $\mu$ m	70
Figura 46 - Valor absoluto do campo elétrico obtido através da análise modal para um gu	iia de
SiO <sub>x</sub> N <sub>y</sub> de 20 μm	70
Figura 47 - Espectros medidos na saída do guia de onda de $SiO_xN_y$ de 20 µm, para difer	entes
potências	71
Figura 48 - Largura espectral vs. Potência média. Guia de onda de SiO <sub>x</sub> N <sub>y</sub> de 20 µm	72
Figura 49 - Espectroscopia Raman da amostra TaO-2 com um filme de Ta2O5 sobre vidro	após
recozimento a 700 °C	74
Figura 50 - Transmitância óptica da amostra de Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (Amostra TaO-2)	75
Figura 51 - Guiamento óptico. Imagem da saída dos guias de onda na amostra TaO-2	76
Figura 52 - MEV Guias de onda Ta2O5. Limitação da tecnologia de fabricação (dimen	nsões
mínimas)	77
Figura 53 - Micrografia MEV. Guia de onda de 5 $\mu$ m de largura, com núcleo de Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	78
Figura 54 - Micrografia MEV. Guia de onda de 80 µm de largura, com núcleo de Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	78
Figura 55 - Vista superior dos guias de onda com núcleo de Ta2O5, de 50 µm, transmitind	lo luz
	79
Figura 56 - Intensidade de luz espalhada vs. distância em centímetros. Guia de onda de Ta24	O5 de
50 μm	79
Figura 57 - Estrutura pedestal modelada no analisador modal baseado no FEM para um gu	iia de
onda de Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> com 7 μm de largura	80
Figura 58 - Valor absoluto do campo elétrico obtido através da análise modal para um gu	iia de
onda de Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> com 7 μm de largura	81
Figura 59 - Espectros medidos na saída do guia de onda de Ta $_2O_5$ de 80 $\mu m$ , para difer	entes
potências.	81
Figura 60 - Largura espectral vs. Potência média. Guia de onda de Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> de 80 µm	82
Figura 61 - Espectros medidos na saída do guia de onda de Ta $_2O_5$ de 7 $\mu m$ , para difer	entes
potências	83

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Processo de limpeza química completa 1	40
Tabela 2 – Etapas realizadas no processo de oxidação seca	41
Tabela 3 - Processo de limpeza antes da fotogravação	42
Tabela 4 - Processo de corrosão do SiO2 via úmida	44
Tabela 5 - Corrosão do silício via plasma	45
Tabela 6 - Processo de limpeza química completa 2	46
Tabela 7 - Espessura do primeiro óxido crescido	49
Tabela 8 - Profundidade da corrosão do silício feita pelo plasma SF <sub>6</sub>	50
Tabela 9 - Espessura do óxido que constitui o <i>cladding</i> inferior dos guias de onda	51
Tabela 10 - Deposições de AlN feitas com alvo de alumínio	53
Tabela 11 - Deposições de AlN feitas com alvo de nitreto de alumínio	56
Tabela 12 - Deposições de oxinitreto de titânio	57
Tabela 13 - Parâmetros e propriedades para a escolha das condições de deposição do TiOxN2	<sub>y</sub> 58
Tabela 14 - Variação na pressão na câmara de processo com a inserção dos gases	61
Tabela 15 - Condições de processo de deposição da Amostra TiO-1 (material: TiO <sub>2</sub> )	62
Tabela 16 - Índice de refração e taxa de deposição para a Amostra TiO-1 (teste) de TiO <sub>2</sub>	62
Tabela 17 - Pressões parciais com o fluxo dos gases no processo de deposição do SiOxNy	64
Tabela 18 - Índice de atenuação para os guias de onda de $SiO_xN_y$ desde 16 $\mu m$ até 100 $\mu m$	69
Tabela 19 - Valores de n2 obtidos para o SiOxNy	72
Tabela 20 - Variação na pressão na câmara de processo com a inserção dos gases	73
Tabela 21 - Condições de processo de deposição da Amostra TaO-1, (teste de Ta2O5)	73
Tabela 22 - Índice de refração e taxa de deposição para a Amostra TaO-1 (teste) de Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	73
Tabela 23 - Condições de processo de deposição da Amostra TaO-2 (material: Ta2O5)	74
Tabela 24 - Índice de refração e taxa de deposição para a amostra TaO-2 de Ta2O5	75
Tabela 25 - Condições de processo de deposição da Amostra TaO-3 (material: Ta2O5)	76
Tabela 26 - Espessura e taxa de deposição da amostra TaO-3	77
Tabela 27 - Índice de atenuação para os guias de onda de Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> desde 5 $\mu$ m até 100 $\mu$ m	79
Tabela 28 - Valores de n <sub>2</sub> obtidos para o Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	82

## LISTA DE SÍMBOLOS, SIGLAS E ABREVIATURAS

Δ Diferença relativa dos índices de refração em um guia de onda Δω Largura espectral Altura do núcleo do guia de onda 2a Área efetiva do modo A<sub>eff</sub> Luz incidente  $A_i$ Nitreto de Alumínio AlN Abertura numérica AN Luz refletida  $A_r$ Argônio Ar Ĩ Densidade de fluxo magnético BOE buffered oxide etch Velocidade da luz no vácuo С  $C_3H_6O$ Acetona  $C_3H_8O$ Álcool isopropílico  $C_6H_{19}NSi_2$ hexamethyldisilazane CI Circuitos integrados Đ Densidade de fluxo elétrico DC Corrente contínua DI Deionizada Ĩ Vetor campo elétrico Ĩ, I<sub>at</sub> Intensidade do campo óptico aplicado Fração Relação porcentual da quantidade de potência confinada no núcleo FTIR Espectrometria no infravermelho com transformada de Fourier Ĥ Vetor campo magnético  $H_2O_2$ Peróxido de hidrogênio H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Ácido sulfúrico Ácido clorídrico HCl HF Ácido fluorídrico Valores de intensidade de luz espalhada sobre a superfície I<sub>2</sub>, I<sub>1</sub> Ĩ Vetor densidade de corrente elétrica ñ Vetor de onda kn<sub>nuc</sub> Número de onda da luz no núcleo do guia de onda L Comprimento real do guia de onda  $l_1$ Distância entre os pontos P e Q 12 Distância entre os pontos R e S  $L_D$ Comprimento de dispersão Comprimento através do qual a alta intensidade luminosa pode ser mantida Leff  $L_{NL}$ Comprimento não-linear

m	Modo propagante
Ĩ	Polarização induzida magnética
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MOS	Metal-óxido semicondutor
n	Índice de refração
n <sub>0</sub>	Índice de refração sem dependência da intensidade do campo
n <sub>2</sub>	Índice de refração não-linear
N2	Nitrogênio
$N_2O$	Óxido nitroso
n <sub>cob</sub>	Índice de refração da cobertura
n <sub>eff</sub>	Índice efetivo
NH4F	Fluoreto de amônio
NH <sub>4</sub> OH	Hidróxido de amónio
n <sub>nuc</sub>	Índice de refração do núcleo
02	Oxigênio
OvInt	Integral de sobreposição
P	Polarização induzida elétrica
P <sub>0</sub>	Potência pico incidente dentro do guia de onda
PECVD	Deposição química a vapor assistida por plasma
$\widetilde{P}_{L}$	Polarização elétrica linear
$\widetilde{P}_{NL}$	Polarização elétrica não-linear
$\widetilde{P}^{(x)}$	Polarização elétrica de ordem x
r	Coeficiente de reflexão da luz totalmente refletida
RF	Radiofrequência
RIT	Reflexão interna total
sccm	Centímetros cúbicos padrão por minuto
$SF_6$	Hexafluoreto de enxofre
$Si_3N_4$	Nitreto de Silício
SiH4	Tetrahidreto de silício (Silano)
SiO <sub>2</sub>	Dióxido de silício
SiO <sub>x</sub> N <sub>y</sub>	Oxinitreto de Silício
SPM	Auto-modulação de fase
T <sub>0</sub>	Largura temporal de pulso de entrada
$Ta_2O_5$	Pentóxido de Tântalo
TiO <sub>2</sub>	Óxido de titânio
$TiO_xN_y$	Oxinitreto de Titânio
U	Amplitude normalizada
UV-VIS	Ultravioleta visível
Wo	Raio do spot do feixe de luz

â	Vetor unitário ao longo do eixo x
X <sub>2</sub> , X <sub>1</sub>	Distancias correspondentes às intensidades de luz espalhadas sobre a
	superfície
А	Coeficiente linear de perdas
β	Constante de propagação no eixo z
β(ω)	Constante de propagação
$\beta_{m}$	Parâmetros de dispersão
γ	Parâmetro não-linear
$\epsilon_0$	Permissividade elétrica
$\epsilon_{\rm NL}$	Contribuição não-linear da constante dielétrica
θ	Ângulo incidente na interface ar-núcleo
$\theta_{max}$	Valor máximo do ângulo de incidência
κ	Constante de propagação no eixo x
$\lambda_{nuc}$	Comprimento de onda da luz no núcleo do guia de onda
$\lambda_{vac}$	Comprimento de onda da luz no vácuo
$\mu_0$	Permeabilidade magnética
$ ho_{\rm f}$	Densidade de carga
φ	Ângulo inicial de propagação dentro do guia de onda
φ	Fase introduzida por um campo E através de uma largura
$\boldsymbol{\chi}^{(x)}$	Susceptibilidade linear de ordem x
Xeff	Susceptibilidade efetiva
ω	Frequência angular
ω	Frequência central angular do espectro do feixe
$\omega_{\text{max}}$	Largura espectral total depois do alargamento devido à SPM
Φ	Deslocamento de fase
$\Phi_{\text{max}}$	Deslocamento de fase máximo

# Sumário

INTRO	ODUÇÃO	)	
1.1	1 Obje	TIVOS	3
FUND	DAMENT	OS TEÓRICOS	5
1.2	2 GUIA	S DE ONDA	5
	1.2.1	Formação dos modos em guias de onda	7
1.3	B EQUA	ções de Maxwell	9
1.4	4 Óрті	CA NÃO-LINEAR	11
	1.4.1	Processos ópticos não-lineares de terceira ordem	
	1.4.2	Propagação de pulsos de curta duração em meios não-lineares	
	1.4.3	Fenômeno da auto-modulação de fase	
DESE	NVOLVI	ΜΕΝΤΟ	24
1.5	5 Ante	CEDENTES	24
1.6	5 Mat	ERIAIS UTILIZADOS	24
	1.6.1	Óxido de silício	25
	1.6.2	Nitreto de Alumínio	25
	1.6.3	Oxinitreto de Titânio	
	1.6.4	Oxinitreto de Silício	27
	1.6.5	Pentóxido de Tântalo	27
1.7	7 Méto	DDOS UTILIZADOS PARA A DEPOSIÇÃO E CORROSÃO DE MATERIAIS	
	1.7.1	Deposição por Sputtering	
	1.7.2	Deposição por PECVD	
	1.7.3	Corrosão via plasma por íons reativos	
	1.7.4	Oxidação por crescimento térmico de óxido no silício	
1.8	B Méto	DDOS DE CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS	
	1.8.1	Absorção óptica dos materiais	31
	1.8.2	Perfilometria	31
	1.8.3	Elipsometria	
	1.8.4	Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)	
	1.8.5	Espectroscopia Raman	
	1.8.6	Microscopia eletrônica de varredura	
1.9	9 Méto	DDOS DE CARACTERIZAÇÃO DOS DISPOSITIVOS	
	1.9.1	Guiamento óptico	
	1.9.2	Medida de atenuação ou perdas	35
	1.9.3	Medição do índice de refração não-linear dos materiais	

1.9.4	Uso do Método de Elementos Finitos para obtenção de valores por simulação	39
1.10	ETAPAS DE FABRICAÇÃO DOS GUIAS DE ONDA	40
1.10.1	Processo de limpeza 1	40
1.10.2	2 Oxidação seca	
1.10.3	B Fotolitografia	
1.10.4	Corrosão úmida do óxido	
1.10.5	Corrosão seca do silício	
1.10.6	Processo de limpeza 2	45
1.10.7	Oxidação úmida	46
1.10.8	B Deposição do material do núcleo dos guias de onda	47
1.10.9	Clivagem dos guias de onda (Abertura das entradas e saídas dos guias)	47
1.11	MEDIÇÕES PARCIAIS REALIZADAS NAS ETAPAS DE FABRICAÇÃO DOS GUIAS DE ONDA	49
1.11.1	Oxidação seca	
1.11.2	Corrosão do silício	49
1.11.3	Oxidação úmida (cladding inferior dos guias de onda)	51
1.12	DEPOSIÇÕES E CARACTERIZAÇÕES DO NÚCLEO DOS GUIAS DE ONDA	52
1.12.1	Nitreto de Alumínio	52
1.12.2	Oxinitreto de Titânio	57
1.12.3	Óxido de titânio	61
1.12.4	Oxinitreto de Silício	63
1.12.5	Pentóxido de tântalo	72
CONCLUSÕ	ES	84
REFERÊNCI	AS	87
APÊNDICE A	A – SCRIPT COMPUTACIONAL PARA O CÁLCULO DO ÍNDICE DE REFRAÇÃO NÃO-LINEAR	94
ANEXO A –	LISTA DE PUBLICAÇÕES	95

# INTRODUÇÃO

A evolução dos circuitos integrados (CIs) começou no século passado. Nenhuma outra tecnologia teve uma evolução tão abrupta quanto a dos CIs. Os equipamentos eletrônicos mais modernos são mais atraentes graças à incorporação da microeletrônica. Além da rápida evolução da tecnologia, a história da microeletrônica apresenta outros fatores singulares em diversos sentidos, como por exemplo, um crescimento de mercado de aproximadamente 15% anuais durante sua existência, tornando-se a maior tecnologia do mercado mundial (ALIOTO, 2017). Com isso, o desenvolvimento da microeletrônica tem produzido uma grande revolução na história da humanidade, alterando e facilitando profundamente a maior parte das atividades. Com isso, podese chamar a essa era de "idade do silício".

Porém, está-se chegando a certas limitações com esta tecnologia, como, por exemplo, o limite de empacotamento e o tamanho dos dispositivos que podem ser fabricados (REINHARDT; KERN, 2018). Isso tem levado à procura de outras tecnologias que visem eliminar essas barreiras. Dentro deste contexto é que a tecnologia óptica integrada tem assumido uma importância relevante. Pesquisas relacionadas com o desenvolvimento de circuitos ópticos tanto para a área de telecomunicações como a de sensores, receberam incentivos cada vez maiores fundamentalmente porque o processamento da informação, ou a interconexão de diferentes partes de um dispositivo integrado utilizando pulsos de luz pode ser realizado a velocidades superiores e dissipando muito menos potência térmica que usando os sinais elétricos. A fibra óptica, por exemplo, foi um sucesso tecnológico no século XX, convertendo-se em um meio eficiente e barato de transmitir informações a grandes distâncias e a altas velocidades.

Além disso, se o desenvolvimento de circuitos ópticos for realizado usando materiais semicondutores, possibilitaria a integração de circuitos ópticos e eletrônicos, em um mesmo substrato (LLOBERA, 2002).

Dentro deste contexto, a óptica não-linear integrada tem se mostrado como uma área de grande destaque nos últimos anos pois tem apresentado para o mundo uma variedade de dispositivos miniaturizados com potencial para impactar muitos campos, como comunicações ópticas e interconexões entre sistemas ópticos e eletrônicos (MOSS; MORANDOTTI, 2015) (OKAWACHI; GAETA; LIPSON, 2012) (LEUTHOLD; KOOS; FREUDE, 2010).

Por exemplo, dispositivos para amplificação óptica de banda larga, conversão de comprimento de onda e fontes ópticas coerentes de múltiplos comprimentos de onda poderiam beneficiar a integração com a eletrônica e abrir caminho para dispositivos menores e mais eficientes (XU et

al., 2011) (OPHIR et al., 2011). A característica mais atraente da óptica não-linear aplicada na óptica integrada, quando comparada com a tecnologia de fibra óptica, é que a possibilidade de ter um alto contraste de índices de refração, traduz-se em tamanhos de modo menores e parâmetros não-lineares maiores (CIMEK et al., 2017) (COWAN; YOUNG, 2005). Isso significa que dispositivos de menor comprimento poderiam ser usados com eficiências semelhantes aos encontrados no mercado atualmente, tornando viáveis, teoricamente, diversos dispositivos como por exemplo os Amplificadores Paramétricos Ópticos (*OPAs, Optical Parametric Amplifiers*) (OOI et al., 2017). Além deste, outros dispositivos integrados de óptica não-linear poderiam permitir a implementação de diferentes funções dentro das redes ópticas, beneficiando a miniaturização.

Hoje, existe um interesse especial na exploração de novos materiais para o desenvolvimento de dispositivos ópticos não-lineares para aplicações em fotônica (BOMFIM et al., 2015). Apesar do interesse em pesquisar novos materiais, existe a dificuldade no sentido de ser necessário desenvolver etapas de processo de fabricação que permitam explorá-los. Um ponto chave nisso é encontrar parâmetros apropriados que permitam a corrosão destes novos materiais para poder usá-los como camadas ativas nos dispositivos ópticos não-lineares. Para isso, podem-se utilizar as técnicas convencionais de microeletrônica como fotogravação e corrosão por plasma. Por outro lado, para estes casos, máscaras metálicas (*hard masks*) são muitas vezes necessárias. Infelizmente, o uso de máscaras metálicas possibilita o aparecimento de vários problemas, como por exemplo, o efeito de micro-mascaramento que ocorre quando alguns grupos de átomos do material de mascaramento são re-depositados sobre o substrato, atuando como micro-máscaras que criam estruturas ou padrões que não foram projetados (ZIMIN et al., 2009). Estes padrões indesejáveis são conhecidos como "*micrograss*" que acabam causando perdas por espalhamento, prejudicando a operação dos dispositivos ópticos integrados (ZIMIN et al., 2009).

Outro problema está associado com os materiais que são quimicamente inertes aos processos de corrosão, o que ocasiona mais um empecilho na busca de materiais com características apropriadas que podem ser explorados.

Neste trabalho é utilizada uma variação do processo de estrutura pedestal (BOMFIM et al., 2018) que permite eliminar o tempo gasto no desenvolvimento de receitas de corrosão seca que levem à definição de paredes laterais lisas nos guias de onda. Usando esta técnica de fabricação para obter estruturas de tipo pedestal, não será necessário realizar a corrosão seca do núcleo dos guias de onda já que a definição do confinamento lateral da luz é estabelecido em etapas anteriores.

Alguns dos materiais que se mostraram promissores para aplicações práticas na óptica integrada não-linear são o nitreto de silício (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) e o *Hydex*. Esses materiais tem sido usados para demonstrar a possibilidade de fabricar dispositivos baseados em princípios teóricos de óptica não-linear (LEVY et al., 2012) (PASQUAZI et al., 2010).

Além dessas plataformas bem estabelecidas, outros materiais, altamente não-lineares, compatíveis com a tecnologia de micro-fabricação sobre silício, ainda estão por ser explorados. Neste trabalho, é estudada a viabilidade da utilização de alguns desses possíveis materiais, como: o Nitreto de Alumínio (AlN), o Oxinitreto de Titânio ( $TiO_xN_y$ ), o Oxinitreto de Silício ( $SiO_xN_y$ ) e Pentóxido de Tântalo ( $Ta_2O_5$ ), os quais são obtidos por técnicas convencionais de deposição em microeletrônica, como *Sputtering* e *PECVD*.

Finalmente com as estruturas fabricadas que apresentaram melhores resultados ópticos, neste trabalho, foram realizadas medidas do valor do índice de refração não-linear, utilizando o fenômeno da auto-modulação de fase (*SPM*) e seu efeito no alargamento dos espectros em frequência dos pulsos gerados (KIKUCHI; SASAKI, 1995).

### 1.1 Objetivos

O objetivo deste trabalho é a fabricação e caracterização de guias de onda em estrutura pedestal usando como núcleo diferentes materiais, que, de acordo com a literatura, possuem propriedades ópticas como o índice de refração, *band-gap* óptico e transmitância óptica, que fazem com que sejam interessantes para a realização do estudo e análise das suas propriedades ópticas não-lineares visando no futuro a fabricação de dispositivos ópticos.

O trabalho está divido em quatro partes.

A primeira consiste na fabricação da estrutura dos guias de onda, utilizando uma variação da técnica de pedestal (BOMFIM et al., 2018). Nesta parte as estruturas serão avaliadas de acordo com sua estrutura morfológica, suas características e a viabilidade para conseguir uma reprodutibilidade nos processos de fabricação. Isto foi feito usando medidas de elipsometria, perfilometria, e um analise visual baseado em imagens por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura.

A segunda parte do trabalho é a análise dos materiais e sua viabilidade para serem usados como núcleo de guias de onda. Para isso, os materiais devem ter características físicas e ópticas apropriadas que lhes permita confinar e guiar a luz. Assim, nesta parte foram depositados filmes dos materiais, e obtidas as propriedades de: absorção óptica por meio da medida de transmitância, índice de refração por meio de elipsometria, informação estrutural por meio de espectroscopia Raman ou espectrometria no infravermelho com transformada de Fourier (*FTIR*) e taxa de deposição por elipsometria ou perfilometria.

Dependendo dos resultados obtidos, os filmes foram usados como núcleo nos guias de onda. A terceira parte do trabalho consistiu em analisar diferentes propriedades como medida de perdas por propagação. Além disso, foi feita uma análise utilizando software de análise modal baseada no Método de Elementos Finitos (*Finite Element Method FEM*) que permitiu obter parâmetros, como a área efetiva modal, as porcentagens de potência acoplada dentro do núcleo, entre outros, necessários para atingir o objetivo final do trabalho. Estes parâmetros dependem das propriedades ópticas dos materiais, e das características físicas dos dispositivos.

Finalmente, a última parte foi focada na medição do índice de refração não-linear dos materiais que compõem os núcleos dos guias. Aqui foi usada uma técnica na qual se utiliza um feixe de luz com pulsos de ultracurta duração (da ordem de dezenas de femtossegundos), baseada no da Auto Modulação de Fase (*SPM*, *Self-Phase Modulation*). Usando o efeito que produz este fenômeno, mede-se o sinal da saída dos guias de onda por meio de um espectrômetro óptico. Baseado na relação do alargamento do espectro do pulso com o valor da potência óptica dentro do guia de onda, é possível obter o índice de refração não-linear n<sub>2</sub> para cada um dos materiais que compõem os núcleos. Com isso pode-se realizar uma estimativa e identificar quais são os materiais que possuem características mais adequadas para o desenvolvimento de aplicações em óptica não-linear.

# **FUNDAMENTOS TEÓRICOS**

### 1.2 Guias de onda

Os guias de onda são estruturas que permitem o transporte de informação e energia através de transmissão de ondas eletromagnéticas. Para o caso dos guias de onda ópticos as ondas eletromagnéticas transmitidas abrangem as regiões do visível e infravermelho próximo. Um guia de onda óptico, com guiamento baseado em reflexão interna total, é composto de dois ou mais materiais que permitem guiar ao feixe de luz mantendo-o dentro do material com o maior índice de refração (DEL CACHO, 2010) (BROENG et al., 1999).

O guia de onda básico apresentado na Figura 1, que permite entender o funcionamento destes dispositivos, é conhecido como guia de tipo *SLAB*. Neste caso a luz é confinada dentro de uma camada chamada de núcleo, a qual possui um índice de refração maior que as outras camadas, chamadas de cobertura ou *cladding*. Esta configuração permite o confinamento de luz pelo fenômeno chamado de Reflexão Interna Total (RIT) (KIM et al., 2010).



**Figura 1 - Confinamento da luz dentro de um guia de onda tipo SLAB por reflexão interna total** Fonte: Autor.

Na Figura 1 é vista uma representação do processo de confinamento da luz através de um guia de onda de tipo *SLAB*. O fenômeno de reflexão interna total ocorre dependendo do ângulo de incidência e dos índices de refração dos materiais do núcleo e cobertura. Para cumprir com esta condição (RIT), o índice de refração do núcleo ( $n_{nuc}$ ) tem que necessariamente ser maior que o índice de refração da cobertura ( $n_{cob}$ ). A condição para obter a RIT na fronteira entre a cobertura e o núcleo é dada pela equação (1):

$$n_{nuc} \cdot sen(\frac{\pi}{2} - \phi) \ge n_{cob} \tag{1}$$

Considerando que o feixe de luz se encontra inicialmente no ar, cujo índice de refração é  $n_{ar} = 1,00$  (SERWAY; JEWETT, 2013). Para a primeira interface entre ar-núcleo, observada na

Figura 1, pode-se dizer que o ângulo  $\phi$  depende do ângulo incidente  $\theta$  baseado na equação (2), usando a Lei de Snell (SHIRLEY, 1951):

$$n_{ar} \cdot sen(\theta) = sen(\theta) = n_{nuc} \cdot sen(\phi)$$
<sup>(2)</sup>

E o termo na direita da equação (2) tem que cumprir com o requisito de:

$$n_{nuc} \cdot sen(\phi) \le \sqrt{n_{nuc}^2 - n_{cob}^2} \tag{3}$$

Fazendo a substituição da equação (3) na equação (2) e isolando  $\theta$ , o resultado obtido é:

$$\theta \le sen^{-1} \sqrt{n_{nuc}^2 - n_{cob}^2} = \theta_{max} \tag{4}$$

O valor máximo do ângulo de incidência ( $\theta_{max}$ ), para o qual se garante o princípio de *RIT*, é chamado de abertura numérica (*AN*).

Como pode ser observado, a abertura numérica depende dos índices de refração dos materiais com os quais o guia de onda é construído. Pode ocorrer o caso, como nos guias estudados neste trabalho, em que o material da cobertura inferior é diferente do material da cobertura da parte superior. Neste caso, o material a ser utilizado para o cálculo da abertura numérica é aquele que apresenta o maior valor de índice de refração (BOUWMANS et al., 2003).

A diferença relativa dos índices de refração nos guias de onda é definida como:

$$\Delta = \frac{n_{nuc}^2 - n_{cob}^2}{2n_{nuc}^2} \tag{5}$$



**Figura 2 - Exemplos de configurações utilizadas para confinar luz (guias de onda)** OBS.: confinamento ocorre no eixo x para guias de onda SLAB tipo A) *step index* e B) índice gradual. Confinamento lateral para guias de onda C) *raised strip*, D) canal e E) *RIB*. Fonte: (CARVALHO, 2008).

A estrutura tipo SLAB (Figura 2A e 2B) é comumente utilizada para entender os conceitos básicos do guiamento óptico. Porém, o guia SLAB é um dispositivo ideal, sem utilidade prática, pois não apresenta confinamento lateral da luz devido a que o material se estende para o infinito nas laterais (OKAMOTO, 2006). Nas Figura 2C, 2D e 2E são apresentados modelos básicos de guias de onda reais que apresentam o confinamento lateral de luz.

### 1.2.1 Formação dos modos em guias de onda

Na Figura 3, tem-se uma representação de uma onda plana que se propaga em direção a z, com um ângulo de inclinação  $\phi$  e as frentes de fase de ondas plana são perpendiculares aos feixes de luz (OKAMOTO, 2006). O comprimento de onda (6) e número de onda (7) da luz no núcleo do guia são dados por:

$$\lambda_{nuc} = \frac{\lambda_{vac}}{n_{nuc}} \tag{6}$$

$$kn_{nuc} = \frac{2\pi}{\lambda_{vac}} n_{nuc} \tag{7}$$

Onde  $\lambda_{vac}$  é o comprimento de onda da luz no vácuo. Assim, as constantes de propagação nas direções *z* e *x*, são dadas por:

$$\beta = k n_{nuc} \cos\phi \tag{8}$$

$$\kappa = k n_{nuc} sen\phi \tag{9}$$

Considerando que, quando o feixe de luz, é refletido na interface entre o núcleo e a cobertura do guia de onda, tem-se o coeficiente de reflexão da luz totalmente refletida r, cujo valor absoluto é igual a um, e que é polarizado perpendicular ao plano formado pelos feixes incidentes e refletidos, como é apresentado na Figura 4 e dado pela equação (10).

$$r = \frac{A_r}{A_i} = \frac{n_{nuc}sen\phi + j\sqrt{n_{nuc}^2\cos^2\phi - n_{cob}^2}}{n_{nuc}sen\phi - j\sqrt{n_{nuc}^2\cos^2\phi - n_{cob}^2}}$$
(10)



**Figura 3 - Feixes de luz e suas frentes de fase dentro de um guia de onda** Fonte: Adaptado de (OKAMOTO, 2006)



**Figura 4 - Reflexão total de uma onda plana entre uma interface dielétrica** Fonte: Adaptado de (OKAMOTO, 2006)

Utilizando o coeficiente de reflexão complexo na forma exponencial, o valor para o deslocamento de fase  $\Phi$  pode ser expressado como:

$$\Phi = -2\tan^{-1} \frac{\sqrt{n_{nuc}^2 \cos^2 \phi - n_{cob}^2}}{n_{nuc} sen\phi}$$
(11)

E utilizando o termo apresentado na equação (5) se pode obter:

$$\Phi = -2\tan^{-1} \sqrt{\frac{2\Delta}{sen^2\phi} - 1}$$
(12)

Considerando a diferença de fase que existe entre os dois feixes de luz representados na Figura 3, o feixe, quando percorre o caminho PQ não sofre reflexões, enquanto que o feixe, quando percorre o caminho RS é refletido duas vezes. Como os pontos  $P \in R$  ou  $Q \in S$  estão na mesma frente de fase, os caminhos ópticos  $PQ \in RS$  deveriam ser iguais ou ter uma diferença de  $2\pi$  para ter interferência totalmente construtiva. Definindo as distâncias entre os pontos  $P \in Q$  e os pontos  $R \in S$  como  $l_1 \in l_2$  respectivamente, esses dois parâmetros podem ser facilmente obtidos:

$$l_1 = 2a(\frac{1}{sen\phi} - 2sen\phi) \tag{13}$$

$$l_2 = \frac{2a}{sen\phi} \tag{14}$$

Onde 2*a*, e o valor da altura do núcleo do guia de onda. Então, a correspondência de fase para os caminhos ópticos é:

$$(kn_{nuc}l_2 + 2\Phi) - kn_{nuc}l_1 = 2m\pi \tag{15}$$

Onde *m* será sempre um número inteiro para que a interferência entre os feixes seja totalmente construtiva. Substituindo as equações (12) a (14) na equação (15):

$$\tan\left(kn_{nuc}asen\phi - \frac{m\pi}{2}\right) = \sqrt{\frac{2\Delta}{sen^2\phi} - 1}$$
(16)

A distribuição de campo óptico que satisfaz a correspondência de fase na equação (16) é chamado de modo. O modo que tem o menor ângulo  $\phi$  na equação é conhecido como o modo fundamental (m=0), e os outros modos que cumprem com a igualdade são os modos superiores  $(m\geq 1)$ .

A Figura 5 permite observar a formação dos modos para ondas estacionarias, através da interferência de ondas de luz. A linha contínua representa uma frente de fase positiva e a linha pontilhada representa uma frente de fase negativa. A amplitude do campo elétrico é máxima (ou mínima) no ponto onde há interferência de duas frentes de fase positivas (ou negativas). A amplitude do campo também adota um valor nulo perto da interface núcleo-cobertura. Então, a distribuição do campo através do eixo transversal, pode ser considerada como uma onda estacionaria que tem variação periódica ao longo do eixo *z* com comprimento de onda:

$$\lambda_p = \frac{\lambda_{vac}/n_{nuc}}{\cos\phi} = \frac{2\pi}{\beta} \tag{17}$$



**Figura 5 - Formação dos modos guiados** OBS.: A) Modo fundamental B) Modos de ordem superior Fonte: Adaptado de (OKAMOTO, 2006)

## 1.3 Equações de Maxwell

Sendo um fenômeno eletromagnético, a propagação dos campos através de guias de onda é descrita pelas equações de Maxwell. Adotando uma das nomenclaturas encontradas na literatura, estas equações podem ser escritas como (CHEN, 2007):

$$\nabla \times \tilde{E} = -\frac{\partial \tilde{B}}{\partial t} \tag{18}$$

$$\nabla \times \widetilde{H} = \widetilde{J} + \frac{\partial \widetilde{D}}{\partial t}$$
(19)

$$\nabla \cdot D = \rho_f \tag{20}$$

$$\nabla \cdot \tilde{B} = 0 \tag{21}$$

Onde  $\tilde{E} \in \tilde{H}$  são os vetores dos campos elétricos e magnéticos respectivamente, e  $\tilde{D} \in \tilde{B}$  correspondem às densidades de fluxo elétrico e magnético. O vetor densidade de corrente elétrica  $\tilde{J}$  e a densidade de carga  $\rho_f$  representam as fontes do campo eletromagnético. Na ausência de cargas livres em um meio guiado, como é o caso dos guias de onda fabricados usando tecnologia planar, podemos afirmar que  $\tilde{J}=0$  e  $\rho_f=0$  (AGRAWAL, 2006).

As densidades de fluxo aparecem em resposta aos campos elétricos e magnéticos quando se propagam através de um meio e podem ser relacionadas da seguinte forma:

$$\widetilde{D} = \epsilon_0 \widetilde{E} + \widetilde{P} \tag{22}$$

$$\tilde{B} = \mu_0 \tilde{H} + \tilde{M} \tag{23}$$

Onde  $\epsilon_0$  é a permissividade elétrica e  $\mu_0$  é a permeabilidade magnética, ambas propriedades no vácuo. São introduzidos os conceitos de polarização induzida elétrica ( $\tilde{P}$ ) e magnética ( $\tilde{M}$ ). Os guias de onda são considerados meios não magnéticos (AGRAWAL, 2006), pelo qual  $\tilde{M}$  pode ser desconsiderado.

Utilizando a Lei de Faraday diferencial (18), na qual são introduzidas a Lei de Ampère (19), e as relações constitutivas (22) e (23), podemos escrever  $\tilde{D}$  em termos de  $\tilde{E}$  e  $\tilde{P}$ , obtendo-se então:

$$\nabla \times \nabla \times \tilde{E} = \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 \tilde{E}}{\partial t^2} - \mu_0 \frac{\partial^2 \tilde{P}}{\partial t^2}$$
(24)

Assumindo a constante *c* como a velocidade da luz, relacionada com a permissividade elétrica e a permeabilidade magnética do espaço livre por:

$$\epsilon_0 \mu_0 = \frac{1}{c^2} \tag{25}$$

Assim, para resolver as equações que descrevem a luz quando se propaga através de um meio dielétrico, é utilizada uma separação de variáveis para identificar as componentes espacial  $(\tilde{r})$  e temporal (t) dos campos. Tendo em conta essa consideração,  $\tilde{E}$ ,  $\tilde{H}$  e  $\tilde{P}$  podem ser expressadas como:

$$\tilde{E}(\tilde{r},t) = \tilde{E}(\tilde{r})e^{j\omega t} + c.c$$
<sup>(26)</sup>

$$\widetilde{H}(\widetilde{r},t) = \widetilde{H}(\widetilde{r})e^{j\omega t} + c.c$$
(27)

$$\tilde{P}(\tilde{r},t) = \tilde{P}(\tilde{r})e^{j\omega t} + c.c$$
<sup>(28)</sup>

Onde  $\omega$  é a frequência angular da onda, e c.c corresponde ao conjugado complexo. Além disso, devem ser consideradas as variações na permissividade com respeito a  $\omega$ . Para uma propagação em um meio dielétrico, pode-se afirmar que (LEVY, 2011):

$$\nabla \times \nabla \times \tilde{E}(\tilde{r},t) = -\mu_0 \epsilon_0 \epsilon(\omega) \frac{\partial^2 \tilde{E}(\tilde{r},t)}{\partial t^2}$$
(29)

Manipulando a equação, e assumindo que o gradiente do índice de refração é igual a zero, substituindo a equação (26) na equação (29) (JOANNOPOULOS et al., 2008):

$$\nabla^2 \tilde{E}(\tilde{r}) - n^2(\omega) \frac{\omega^2}{c^2} \tilde{E}(\tilde{r}) = 0$$
(30)

Assim, a solução para a equação (30), está dada por ondas planas. Usando a notação fasorial, os campos elétricos e magnéticos serão (POLLOCK; LIPSON, 2003):

$$\widetilde{E}(\widetilde{r}) = E_0 e^{j\widetilde{k}\cdot\widetilde{r}}$$
(31)
$$\widetilde{U}(\widetilde{r}) = H_0 e^{j\widetilde{k}\cdot\widetilde{r}}$$
(31)

$$\widetilde{H}(\widetilde{r}) = H_0 e^{jk\cdot\widetilde{r}} \tag{32}$$

Onde  $E_0$  e  $H_0$  são as amplitudes escalares elétricas e magnéticas respetivamente,  $\tilde{k}$  é o vetor de onda, que está relacionado com a frequência angular da seguinte forma:

$$\left|\tilde{k}\right| = n(\omega)\frac{\omega}{c} = \frac{2\pi}{\lambda}$$
(33)

Tendo em conta as polarizações, podem ser incluídos os efeitos não-lineares na equação (30) (AGRAWAL, 2006) (BOYD, 2003):

$$\nabla^2 \tilde{E}(\tilde{r}) - n^2(\omega) \frac{\omega^2}{c^2} \tilde{E}(\tilde{r}) = -\frac{\omega^2}{\epsilon_0 c^2} \tilde{P}_{NL}(\tilde{r})$$
(34)

Usando esta equação será possível descrever vários fenômenos ópticos não-lineares observados em guias de onda que serão mencionados nos capítulos seguintes.

## 1.4 Óptica não-linear

A óptica não-linear se considera um ramo da óptica que estuda os fenômenos que ocorrem como consequência da modificação das propriedades ópticas de um material em presença de luz (BOYD, 2003).

Considerando o vetor polarização  $\tilde{P}(t)$  de um meio, este depende da intensidade  $\tilde{E}(t)$  de um campo óptico aplicado. Inicialmente para a óptica linear ou convencional, a polarização induzida depende linearmente de maneira que pode ser descrita como:

$$\tilde{P}(t) = \epsilon_0 \chi^{(1)} \tilde{E}(t) \tag{35}$$

Onde a constante de proporcionalidade  $\chi^{(1)}$  é conhecida como a susceptibilidade linear. Já no caso da óptica não-linear, a resposta óptica pode ser descrita expressando a polarização  $\tilde{P}(t)$  como uma série de potencias, nas quais, a intensidade do campo está dada por:

$$\tilde{P}(t) = \epsilon_0 [\chi^{(1)} \tilde{E}(t) + \chi^{(2)} \tilde{E}^2(t) + \chi^{(3)} \tilde{E}^3(t) + \dots]$$
(36)

$$\tilde{P}(t) = \tilde{P}^{(1)}(t) + \tilde{P}^{(2)}(t) + \tilde{P}^{(3)}(t) + \dots$$
(37)

Onde os valores  $\chi^{(2)} e \chi^{(3)}$  são conhecidos como as susceptibilidades ópticas de segunda e terceira ordem, e por tanto,  $\tilde{P}^{(2)}(t) e \tilde{P}^{(3)}(t)$  são as polarizações de segunda e terceira ordem (RAMASWANI; SIVARAJAN; SASAKI, 2009). Além disso, as interações ópticas não-lineares de segunda ordem só podem ocorrer em cristais não-centrossimétrico, ou seja, cristais que não exibem simetria de inversão (BOYD, 2003). Assim, para certos materiais  $\chi^{(2)}$  desaparece, e consequentemente, este tipo de materiais não podem produzir interações ópticas não-lineares de segunda ordem (DADAP; SHAN; HEINZ, 2004). Entre tanto, as interações ópticas não-lineares de terceira ordem podem ocorrer tanto para meios centrossimétricos como não-centrossimétricos.

Nas equações (35), (36) e (37) se assume que a polarização em função do tempo depende apenas do valor instantâneo da intensidade do campo elétrico. Em geral, a susceptibilidade não-linear depende das frequências dos campos aplicados, porém, supondo que as respostas sejam instantâneas, as susceptibilidades não-lineares podem ser assumidas como constantes (BOYD, 2003).

### 1.4.1 Processos ópticos não-lineares de terceira ordem

Na equação (37), a contribuição dominante do vetor polarização é fornecida pela susceptibilidade linear  $\chi^{(1)}$ . A susceptibilidade de segunda-ordem  $\chi^{(2)}$ , é responsável pela geração do segundo harmônico e o fenômeno conhecido como geração de soma de frequências (BOYD, 2003). Como já foi comentado, para moléculas centrossimétricas, como são as dos materiais utilizados para a fabricação dos guias ópticos deste trabalho, (excetuando-se o AlN, o qual apresenta configuração não-centrossimétrica (FEREGOTTO; GEORGE; MICHEL, 1997), mas que devido aos resultados do trabalho, pode ser desconsiderado nesta análise),  $\chi^{(2)}$  desaparece (DOWNER; MENDOZA; GAVRILENKO, 2001). Portanto, estes guias de onda não exibem efeitos ópticos não-lineares de segunda ordem. Desprezando alguns efeitos que podem gerar o segundo harmônico, como momentos de quadratura elétrica e dipolo magnético (SINGH; SINGH, 2007), a susceptibilidade de terceira ordem  $\chi^{(3)}$ , seria a responsável pelos efeitos não-lineares de mais baixa ordem nos guias de onda.

Para meios isotrópicos, como os guias de onda planares, o vetor polarização  $\tilde{P}$  estará sempre na direção do campo elétrico  $\tilde{E}$ . Considerando um caso simples, no qual o campo aplicado é monocromático (BOYD, 2003), o campo elétrico estaria expressado como:

$$\tilde{E}(t) = E_0 \cos(\omega t) \tag{38}$$

Utilizando então, a definição de campo de (38) em (36), a polarização seria:

$$\tilde{P}(t) = \epsilon_0 \chi^{(1)} E_0 \cos(\omega t) + \epsilon_0 \chi^{(2)} E_0^2 \cos(\omega t) + \epsilon_0 \chi^{(3)} E_0^3 \cos(\omega t) + \dots$$
(39)

Usando relações trigonométricas, a equação (39) pode ser reescrita como:

$$\tilde{P}(t) = \frac{1}{2} \epsilon_0 \chi^{(2)} E_0^2 + \epsilon_0 \chi^{(1)} + \frac{3}{4} \chi^{(3)} E_0^2 E_0 \cos(\omega t) + \frac{1}{2} \epsilon_0 \chi^{(2)} E_0^2 \cos(2\omega t) + \frac{1}{4} \epsilon_0 \chi^{(3)} E_0^3 \cos(3\omega t) + \cdots$$
(40)

O termo que está oscilando com o valor de frequência  $\omega$  é o primeiro harmônico ou harmônico fundamental. Os termos que oscilam com os valores de frequência  $2\omega$  e  $3\omega$  são o segundo e terceiro harmônico do vetor polarização, respectivamente. Considerando o mencionado anteriormente a respeito dos materiais não-centrossimétricos e assumindo que,  $\chi^{(2)}$  desaparece da equação (40), esta equação fica reduzida a (SINGH; SINGH, 2007):

$$\tilde{P}(t) = \epsilon_0 \chi^{(1)} + \frac{3}{4} \epsilon_0 \chi^{(3)} E_0^3 \cos(\omega t) + \frac{1}{4} \epsilon_0 \chi^{(3)} E_0^3 \cos(3\omega t) + \cdots$$
(41)

Observando a equação (41) e sabendo que estamos analisando só os efeitos não-lineares, o efeito do primeiro termo, a qual fornece a descrição do comportamento linear do meio e pode ser desconsiderada (SINGH; SINGH, 2007). Reescrevendo os efeitos não-lineares de terceira ordem, a equação pode ser escrita como:

$$\tilde{P}^{(3)}(t) = \frac{1}{4} \epsilon_0 \chi^{(3)} E_0^3 \cos(3\omega t) + \frac{3}{4} \chi^{(3)} \epsilon_0 E_0^3 \cos(\omega t)$$
(42)

O primeiro termo na equação (42) descreve uma resposta com frequência  $3\omega$ , gerada ao aplicar no meio, um campo com frequência  $\omega$ .

Tem-se que o efeito não-linear de mais baixa ordem em guias de onda planares com materiais centrossimétricos se origina desde a susceptibilidade de ordem 3,  $\chi^{(3)}$ . A maioria de efeitos não-lineares em meios de guiamento são influenciados pelo índice de refração não-linear, um fenômeno no qual se define a dependência que tem o índice de refração com a intensidade do

campo óptico aplicado. De uma forma sucinta, o índice de refração, considerando esta dependência da intensidade, pode ser escrito como:

$$n = n_0 + n_2 |E|^2 \tag{43}$$

Onde  $n_0$  representa o índice de refração independente da intensidade do campo óptico,  $|E|^2$  é a intensidade óptica dentro do guia de onda, e  $n_2$  é o coeficiente não-linear do índice de refração. Esta mudança no índice de refração, é chamado em algumas ocasiões de efeito Kerr óptico (MORENO, 2018).

Por outra parte, a interação entre um feixe de luz com um meio óptico não-linear pode ser descrito também em termos da polarização não-linear. Nas medições do índice de refração não-linear realizadas neste trabalho, o feixe de luz está linearmente polarizado. Assim, a polarização total do sistema do material, em termos de  $\omega$  e da susceptibilidade, pode ser descrita por:

$$P^{TOT}(\omega) = \epsilon_0 \chi^{(1)} E(\omega) + 3\epsilon_0 \chi^{(3)} |E(\omega)|^2 E(\omega)$$
(44)

$$P^{TOT}(\omega) \equiv \epsilon_0 \chi_{eff} E(\omega) \tag{45}$$

Com isso, pode ser introduzido o conceito da susceptibilidade efetiva:

$$\chi_{eff} = \chi^{(1)} + 3\chi^{(3)} |E(\omega)|^2 \tag{46}$$

Para conseguir uma relação entre a susceptibilidade óptica de ordem três  $\chi^{(3)}$  e o índice de refração não-linear  $n_2$ , pode-se começar assumindo que o índice efetivo n, está dado pela susceptibilidade efetiva  $\chi_{eff}$ , da forma:

$$n^2 = 1 + \chi_{eff} \tag{47}$$

Substituindo a parte esquerda da equação (47) pela equação (43) e o termo  $\chi_{eff}$  pelo seu equivalente mostrado na equação (46), a expressão dada será:

$$[n_0 + n_2 |E|^2]^2 = 1 + \chi^{(1)} + 3\chi^{(3)} |E(\omega)|^2$$
(48)

Com a expansão do quadrado da parte esquerda da equação (48) e tomando as considerações assumidas na literatura (BOYD, 2003), pode-se confirmar que os índices de refração linear e o valor  $n_2$  que representa o comportamento não-linear, estão relacionados com as susceptibilidades linear e não-linear respectivamente:

$$n_0 = \left(1 + \chi^{(1)}\right)^{\frac{1}{2}} \tag{49}$$

$$n_2 = \frac{3}{8n_0} Re(\chi^{(3)}) \tag{50}$$

A forma em que o índice de refração não-linear  $n_2$  está relacionado com  $\chi^{(3)}$ , está descrita de forma detalhada na seção 1.4.2, na equação (76).

O índice de refração do material pode ser definido em termos do índice não-linear de forma similar que na equação (43), mas utilizando a intensidade óptica (SINGH; SINGH, 2007):

$$n = n_o + n_2 I_{at} \tag{51}$$

Existe uma figura de mérito para medir a eficiência de um processo não-linear, a qual é o produto  $I_{at}L_{eff}$ , onde  $I_{at}$  é a intensidade óptica e  $L_{eff}$  é o comprimento efetivo através do qual a alta intensidade luminosa pode ser mantida. Se a luz é focada em um *spot* com raio  $w_o$ , temos que:

$$I_{at} = I_0 = \frac{P_0}{\pi w_0^2}$$
(52)

Onde  $P_0$  é a potência óptica incidente. A intensidade pode ser aumentada focando a luz no *spot* para reduzir o valor de  $w_o$ . Porém, isso resulta em um  $L_{eff}$  menor porque o comprimento da região focal diminui com um foco ajustado. Ou seja, a menor largura ou altura, ou no caso de dispositivos que tendam a ser circulares, menor raio, torna-se mais difícil confinar luz dentro dos guias de onda sem sofrer perdas cada vez mais altas. Pode-se afirmar que para o caso em que é usado um feixe gaussiano,  $L_{eff}$  é proporcional à expressão  $\pi w_0^2/\lambda$ , além de que o produto

$$\left(I_0 L_{eff}\right)_{bulk} = \left(\frac{P_0}{\pi w_0^2}\right) \frac{\pi w_0^2}{\lambda} = \frac{P_0}{\lambda}$$
(53)

,torna-se independente do raio do foco  $w_o$ .

No caso de guias de onda, devido ao confinamento da luz, para efeitos de análise, pode-se assumir que o valor de  $w_o$  permanece igual ao longo do comprimento total do meio. Neste caso, o comprimento efetivo  $L_{eff}$  está limitado pela constante de atenuação do guia  $\alpha$ . Utilizando a equação (52) e assumindo uma variação da intensidade ao longo do eixo no qual a luz está sendo propagada, tem-se que:

$$I(z) = I_0 e^{-\alpha z} \tag{54}$$

Pode ser obtido o resultado do produto  $I_0L_{eff}$  como:

$$(I_0 L_{eff})_{meio} = \int_0^L I_0 e^{-\alpha z} dz = \frac{P_0}{\pi w_0^2 \alpha} (1 - e^{-\alpha L})$$
(55)

Onde  $\alpha$  é o coeficiente linear de perdas, e L é considerado o comprimento total do guia de onda. Assim, pode ser assumido em casos práticos que as perdas no guia de onda limitam o comprimento efetivo de interação do processo óptico não-linear. Desta forma, a relação que existe entre o comprimento total, e o comprimento efetivo, é dada por  $\alpha$ :

$$L_{eff} = \frac{1 - e^{\alpha L}}{\alpha}$$
(56)

A dependência da intensidade no índice de refração provoca efeitos não-lineares. Dois destes efeitos são a auto-modulação de fase (SPM) e a modulação de fase cruzada (XPM).

A auto-modulação de fase se refere ao deslocamento de fase auto-induzido experimentado por um campo óptico durante sua propagação através de um meio. Sua magnitude pode ser obtida observando que a fase de um campo óptico muda da forma:

$$\Phi = nk_0 L = (n_0 + n_2 |E|^2) k_0 L \tag{57}$$

Onde  $k_0 = \frac{2\pi}{\lambda}$ , e L é o comprimento do guia de onda. A mudança de fase não-linear dependente da intensidade  $\Phi_{NL} = n_2 k_0 L |E|^2$  é devida à SPM. Entre outras consequências, a SPM é responsável pelo alargamento espectral de pulsos ultracurtos (STOLEN; LIN, 1978) e pela formação de *solitons* ópticos no regime de dispersão anômala (HASEGAWA; TAPPERT, 1973).

## 1.4.2 Propagação de pulsos de curta duração em meios não-lineares

Para entender os fenômenos não-lineares, é necessário resolver as equações de Maxwell para meios dispersivos e não-lineares. Aqui serão analisadas as equações básicas que descrevem a propagação de pulsos ópticos curtos na faixa entre 10 fs a 10 ns em meios não-lineares (AGRAWAL, 2011). Olhando a equação (24) presente na seção 1.3, incluindo unicamente o efeito não-linear de terceira ordem, dado por  $\chi^{(3)}$ , a polarização induzida  $P(\tilde{r}, t)$ , descrita na equação (28), já não possui somente a componente linear, mas passa a consistir em duas partes:

$$\tilde{P}(\tilde{r},t) = \tilde{P}_L(\tilde{r},t) + \tilde{P}_{NL}(\tilde{r},t)$$
(58)

Onde a parte linear  $\tilde{P}_L$  e a parte não-linear  $\tilde{P}_{NL}$  estão relacionadas ao campo elétrico pelas equações (SHEN, 2003):

$$\tilde{P}_L(\tilde{r},t) = \epsilon_0 \int_{-\infty}^{\infty} \chi^{(1)}(t-t') \cdot \tilde{E}(\tilde{r},t') dt'$$
(59)

$$\tilde{P}_{NL}(\tilde{r},t) = \epsilon_0 \iiint_{-\infty}^{\infty} \chi^{(3)}(t-t_1,t-t_2,t-t_3) \stackrel{.}{:} \tilde{E}(\tilde{r},t_1)\tilde{E}(\tilde{r},t_2)\tilde{E}(\tilde{r},t_3)dt_1dt_2dt_3 \quad (60)$$

Usando a equação (58), em conjunto com a equação de onda e a expressão

$$\nabla \times \nabla \times \tilde{E} \equiv \nabla (\nabla \cdot \tilde{E}) - \nabla^2 \tilde{E} = -\nabla^2 \tilde{E}$$
<sup>(61)</sup>

Pode-se deduzir que:

$$\nabla^2 \tilde{E} - \frac{1}{2} \frac{\partial^2 \tilde{E}}{\partial t^2} = \mu_0 \frac{\partial^2 \tilde{P}_L}{\partial t^2} + \mu_0 \frac{\partial^2 \tilde{P}_{NL}}{\partial t^2}$$
(62)

Aqui, são introduzidas algumas suposições no que diz respeito à solução da equação (62).  $\tilde{P}_{NL}$  deve ser considerada como uma pequena perturbação da  $\tilde{P}_L$  devido a que na prática, as variações não-lineares no n<sub>2</sub> costumam ser menores a 10<sup>-6</sup>. Em segundo lugar, presume-se que o campo óptico mantenha sua polarização ao longo do comprimento do guia de onda, de modo que uma abordagem escalar seja válida. Finalmente, o campo óptico é considerado quase monocromático, ou seja, o espectro de pulsos, centrado em  $\omega_0$ , assume uma largura espectral  $\Delta \omega$  tal que  $\frac{\Delta \omega}{\omega_0} \ll 1$ . A última hipótese é válida para pulsos tão curtos quanto 10 fs, em comprimentos de onda infravermelho próximo (AGRAWAL, 2006). É útil separar a parte rapidamente variável do campo elétrico escrevendo-a na forma

$$\tilde{E}(\tilde{r},t) = \frac{1}{2}\hat{x}(E(\tilde{r},t)e^{-i\omega_0 t} + c.c)$$
(63)

Onde  $\hat{x}$  é o vetor unitário de polarização e  $E(\tilde{r}, t)$  é uma função de variação lenta no tempo. As componentes da polarização  $\tilde{P}_L$  e  $\tilde{P}_{NL}$ , também podem ser expressadas desta forma:

$$\tilde{P}_{L}(\tilde{r},t) = \frac{1}{2}\hat{x}(P_{L}(\tilde{r},t)e^{-i\omega_{0}t} + c.c)$$
(64)

$$\tilde{P}_{NL}(\tilde{r},t) = \frac{1}{2}\hat{x}(P_{NL}(\tilde{r},t)e^{-i\omega_0 t} + c.c)$$
(65)

A componente  $P_L$  pode ser obtida, substituindo a equação (64), na equação (59):

$$P_{L}(\tilde{r},t) = \epsilon_{0} \int_{-\infty}^{\infty} \chi_{xx}^{(1)}(t-t') \cdot E(\tilde{r},t')e^{i\omega_{0}(t-t')} dt'$$

$$= \frac{\epsilon_{0}}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \tilde{\chi}_{xx}^{(1)}(\omega)\tilde{E}(\tilde{r},\omega-\omega_{0})e^{-i(\omega-\omega_{0})t} d\omega$$
(66)

Onde  $\tilde{E}(\tilde{r}, \omega)$  é a transformada de Fourier de  $E(\tilde{r}, t)$ .

Uma simplificação considerável ocorre se a resposta não-linear for assumida como instantânea, de modo que a dependência com relação ao tempo de  $\chi^{(3)}$  na equação (60) é dada pelo produto de três funções delta da forma  $\delta(t - t_1)$ . A equação (60) então, reduz-se para:

$$\tilde{P}_{NL}(\tilde{r},t) = \epsilon_0 \chi^{(3)} \vdots \tilde{E}(\tilde{r},t) \tilde{E}(\tilde{r},t) \tilde{E}(\tilde{r},t)$$
(67)

Quando a equação (63) é substituída na equação (67),  $\tilde{P}_{NL}(\tilde{r}, t)$  tem um termo que oscila em  $\omega_0$ e outro termo que oscila na terceira frequência harmônica  $3\omega_0$ . Fazendo uso da equação (65),  $P_{NL}(\tilde{r}, t)$  fica dado por:

$$P_{NL}(\tilde{r},t) \approx \epsilon_0 \epsilon_{NL} E(\tilde{r},t) \tag{68}$$

Onde a contribuição não-linear da constante dielétrica está definida como:

$$\epsilon_{NL} = \frac{3}{4} \chi^{(3)} |E(\tilde{r}, t)|^2 \tag{69}$$

Para obter a equação de onda para a amplitude de variação lenta  $E(\tilde{r}, t)$ , é mais conveniente trabalhar no domínio de Fourier. Isso é possível porque  $\epsilon_{NL}$  é tratado como uma constante durante a derivação da equação de propagação (HAUS, 1985). Substituindo as equações (63) - (65) na equação (62), a transformada de Fourier  $\tilde{E}(\tilde{r}, \omega - \omega_0)$ , definida como:

$$\tilde{E}(\tilde{r},\omega-\omega_0) = \int_{-\infty}^{\infty} E(\tilde{r},t) e^{(i(\omega-\omega_0)t)} dt$$
(70)

É encontrada para satisfazer a equação de Helmholtz (READ, 1996):

$$\nabla^2 \tilde{E} + \epsilon(\omega) k_0^2 \tilde{E} = 0 \tag{71}$$

Onde

$$k_0 = \frac{\omega}{c} \tag{72}$$

$$\epsilon(\omega) = 1 + \chi^{(1)}(\omega) + \epsilon_{NL} \tag{73}$$

A constante dielétrica pode ser usada para definir o índice de refração n e o coeficiente  $\alpha$ . No entanto, ambos, os n e  $\alpha$  se tornam dependentes da intensidade devido a  $\epsilon_{NL}$ ; e podem ser definidos da forma:

$$n = n_0 + n_2 |E|^2 \tag{74}$$

$$\alpha = \alpha_0 + \alpha_2 |E|^2 \tag{75}$$

Aqui, sabendo que  $\epsilon = \left(n + \frac{i\alpha}{2k_0}\right)^2$  e usando as equações (69) e (73), o índice de refração nãolinear e o coeficiente de absorção  $\alpha_2$  ficam definidos como:

$$n_2 = \frac{3}{8n_0} Re(\chi^{(3)}) \tag{76}$$

$$\alpha_2 = \frac{3\omega_0}{4nc} Im(\chi^{(3)}) \tag{77}$$

Considerando a situação em que um pulso com frequência  $\omega_0$  é introduzido dentro de um guia de onda excitando o modo fundamental e assumindo que o pulso mantém uma polarização ao longo do eixo x durante a propagação pelo eixo z, o campo elétrico pode ser escrito como (AGRAWAL, 2011):

$$E(r,t) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \hat{x} F(x,y,\omega) \bar{a}(0,\omega) e^{i[\beta(\omega)z-\omega t]} d\omega$$
(78)

Onde  $\hat{x}$  é o vetor unitário ao longo do eixo x, e  $F(x, y, \omega)$  representa a distribuição espacial do campo ao longo da seção transversal do guia de onda. Cada componente espectral de um campo incidente se propaga como uma onda plana e adquire um deslocamento de fase ligeiramente diferente devido à dependência que tem a constante de propagação  $\beta(\omega)$  com a frequência. Esta constante de propagação pode ser expandida em series de Taylor ao redor da frequência da portadora  $\omega_0$ :

$$\beta(\omega) = \beta_0 + (\omega - \omega_0)\beta_1 + \frac{1}{2}(\omega - \omega_0)^2\beta_2 + \dots$$
(79)

Onde os diferentes parâmetros de dispersão são definidos do modo

$$\beta_m = (\frac{d^m \beta}{d\omega^m})_\omega = \omega_0 \tag{80}$$

Dependendo da largura de banda do pulso, pode-se truncar a expressão até o termo de dispersão de segunda ordem ou pode ser necessário incluir termos de ordem superior. Introduz-se na expressão de  $F(x, y, \omega)$ , o valor correspondente da frequência de portadora  $\omega_0$ . Da mesma forma, pode-se remover a variação rápida do campo óptico a esta frequência, e introduzir uma envoltória com variação lenta A(z, t), que pode ser obtida a partir das equações de Maxwell, para escrever a equação (78) como:

$$E(r,t) = \hat{x}F(x,y,\omega_0)A(z,t)e^{i(\beta_0 z - \omega_0 t)}$$
(81)

Introduzindo as contribuições Kerr e Raman na equação de Schroedinger não-linear, a envoltória de variação lenta A(z, t) cumpre com a seguinte equação de propagação no domínio do tempo:

$$\frac{\partial A}{\partial z} + \frac{\alpha}{2}A = i\sum_{m=1}^{\infty} \frac{i^m \beta_m}{m!} \frac{\partial^m A}{\partial t^m} + i\gamma(1 + \frac{i}{\omega_0}\frac{\partial}{\partial t}) \times (A(z,t)\int_0^\infty R(t')|A(z,t-t')|^2 dt')$$
(82)

Onde o valor  $\alpha$  considera as perdas do dispositivo, e o parâmetro não-linear  $\gamma$  é definido como:

$$\gamma = \frac{\omega_0 n_2}{cA_{eff}} \tag{83}$$

 $A_{eff}$  é conhecida como a área efetiva do modo, que depende de quanto o modo óptico se estende além da região do núcleo.

$$A_{eff} = \frac{\left[\iint |F(x, y, \omega_0)|^2 dx dy\right]^2}{\iint |F(x, y, \omega_0)|^4 dx dy}$$
(84)

## 1.4.3 Fenômeno da auto-modulação de fase

A auto-modulação de fase é uma consequência da dependência que tem o índice de refração com relação à intensidade. Como mencionado, este fenômeno pode levar ao alargamento espectral dos pulsos ópticos (STOLEN; LIN; JAIN, 1977). As porções com maior intensidade de um pulso óptico possuem um índice de refração elevado, dentro do material, em comparação com as porções com menor intensidade. Essa mudança de índice variando temporalmente gera uma mudança de fase que se encontra, da mesma forma, variando temporalmente ao longo do pulso. A fase óptica muda com o tempo exatamente da mesma maneira que o sinal óptico (STOLEN; LIN, 1978). Como essa modulação de fase é auto-induzida, o fenômeno não-linear responsável por ela é chamado de auto-modulação de fase (SPM).

Dependendo da largura inicial  $T_0$  e do pico de potência  $P_0$  do pulso incidente, alguns efeitos nãolineares podem acontecer ao-longo do meio de transmissão. Usualmente são introduzidas duas escalas de comprimentos, conhecidas como o comprimento de dispersão  $L_D$  e o comprimento não-linear  $L_{NL}$  (AKHMANOV; VYSLOUKH; CHIRKIN, 1992). Dependendo das magnitudes relativas de  $L_D$ ,  $L_{NL}$  e comprimento do guia de onda L, os pulsos podem evoluir de forma bastante diferente. Pode ser introduzida uma escala de tempo normalizada para a largura de pulso de entrada  $T_0$ , dada por:

$$\tau = \frac{T}{T_0} = \frac{t - \frac{z}{v_g}}{T_0}$$
(85)

Onde T é medido em um referencial que se move com o pulso à velocidade de grupo  $v_g(T = t - \frac{z}{v_g})$  (AGRAWAL, 2006). Aqui também pode ser introduzida a amplitude normalizada U como:

$$A(z,\tau) = \sqrt{P_0} e^{-\frac{\alpha z}{2}} U(z,\tau)$$
(86)

O fator exponencial na equação (86) leva em consideração as perdas. Usando a equação nãolinear de Schroedinger (AGRAWAL, 2006), pode-se afirmar que:
$$i\frac{\partial U}{\partial z} = \frac{sgn(\beta_2)}{2L_D}\frac{\partial^2 U}{\partial \tau^2} - \frac{e^{-\alpha z}}{L_{NL}}|U|^2 U$$
(87)

Onde  $sgn(\beta_2) = \pm 1$ , dependendo do sinal do parâmetro  $\beta_2$  relacionado com a dispersão da velocidade de grupo. Os comprimentos de dispersão e não-linear são definidos como:

$$L_D = \frac{T_0^2}{|\beta_2|}$$
(88)

$$L_{NL} = \frac{1}{\gamma P_0} \tag{89}$$

Onde  $\gamma$  está relacionado com o índice de refração não-linear na equação (83). Em termos da amplitude normalizada  $U(z, \tau)$ , a equação de propagação do pulso, no limite  $\beta_2 = 0$ , vira:

$$\frac{\partial U}{\partial z} = \frac{ie^{-\alpha z}}{L_{NL}} |U|^2 U \tag{90}$$

A equação (90) pode ser solucionada, substituindo

$$U = V e^{i\phi_{NL}} \tag{91}$$

E igualando as partes real e imaginaria, para que:

$$\frac{\partial V}{\partial z} = 0 \tag{92}$$

$$\frac{\partial \Phi_{NL}}{\partial z} = \frac{e^{-\alpha z}}{L_{NL}} V^2 \tag{93}$$

Devido a que a amplitude V não muda ao longo do comprimento do guia de onda L, a equação de fase pode ser integrada analiticamente para obter a solução geral:

$$U(L,T) = U(0,T)e^{i\Phi_{NL}(L,T)}$$
(94)

Onde U(0, T) é a amplitude do campo quando z = 0 e

$$\Phi_{NL}(L,T) = |U(0,T)|^2 \left(\frac{L_{eff}}{L_{NL}}\right)$$
(95)

A equação (94) mostra que a SPM dá origem a um deslocamento de fase dependente da intensidade, mas a forma do pulso não é afetada. O deslocamento de fase não-linear  $\Phi_{NL}$  na equação (95) aumenta com o comprimento do guia de onda *L*. O deslocamento de fase máximo  $\Phi_{max}$  ocorre quando o centro do pulso se encontra em *T*=0. Com *U* normalizado tal que U(0,0) = 1, o deslocamento máximo estaria dado por:

$$\Phi_{max} = \frac{L_{eff}}{L_{NL}} = \gamma P_0 L_{eff}$$
<sup>(96)</sup>

O alargamento espectral induzido pela SPM é uma consequência da dependência temporal de  $\Phi_{NL}$ . Isto pode ser explicado afirmando que uma fase variando temporalmente implica que a frequência óptica instantânea difere através do pulso desde seu valor central  $\omega_0$ . A diferença  $\delta\omega$  está dada por:

$$\delta\omega(T) = -\frac{\partial\Phi_{NL}}{\partial T} = -(\frac{L_{eff}}{L_{NL}})\frac{\partial}{\partial T}|U(0,T)|^2$$
(97)

A dependência temporal de  $\delta \omega$  é chamada de *chirping* de frequência. O *chirp* induzido pela SPM aumenta em magnitude com a distância propagada. Em outras palavras, novas componentes de frequência são geradas continuamente à medida que o pulso se propaga pelo guia de onda. Essas componentes de frequência geradas pela SPM ampliam o espectro, com relação a sua largura inicial em z = 0. A extensão do alargamento espectral depende da forma do pulso.

Diferentes partes do pulso experimentam diferentes mudanças de fase devido à dependência deste fenômeno com relação à intensidade. Isso resulta em um *chirp* de frequência. A parte ascendente do pulso sofre um acréscimo de frequência, enquanto, a parte descendente sofre um decréscimo de frequência. Consequentemente o efeito do SPM é aumentar a largura do espectro do pulso, mantendo a forma temporal sem alterações (KIKUCHI; SASAKI, 1995).



Figura 6 - Alargamento espectral devido à SPM, para diferentes deslocamentos de fase máxima  $\phi_{max}$ Fonte: Adaptado de (STOLEN; LIN, 1978) e (AGRAWAL, 2006).

A Figura 6 mostra os espectros de um pulso Gaussiano sem *chirp* para vários valores do deslocamento máximo de fase  $\Phi_{max}$ . Para um dado comprimento de guia,  $\Phi_{max}$  aumenta linearmente com a potência de pico  $P_0$  de acordo com a equação (96). Assim, a evolução espectral da Figura 6 pode ser observada experimentalmente aumentando a potência de pico.

Os efeitos do SPM são mais acentuados em sistemas de transmissão que utilizam altas intensidades porque o efeito *chirping* é proporcional à intensidade do sinal transmitido. A fase introduzida por um campo E através de uma largura está dada por:

$$\varphi = \frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L_{eff} = \frac{2\pi}{\lambda} (n_o + n_2 I_{at}) L_{eff}$$
(98)

O primeiro termo se refere à parte linear da constante da fase  $\varphi_L$ , e o segundo termo considera a constante de fase não-linear  $\varphi_{NL}$ . Utilizando a expressão analítica para o alargamento espectral gerado pela auto-modulação de fase, é possível obter o índice de refração não-linear do material. Para isso, o alargamento espectral, em função da potência de pico, é medido utilizando pulsos de ultracurta duração com picos de intensidade elevados. O método empregado para esta análise, é apresentado em detalhe na seção 1.9.3.

## **DESENVOLVIMENTO**

#### 1.5 Antecedentes

A óptica integrada e suas aplicações específicas relacionada à óptica não-linear tem recebido grande interesse por parte de pesquisadores da área de óptica (MCGURN, 2018). O estudo de novos materiais que permitam obter um desenvolvimento com melhoras constantes, vem-se tornando cada vez mais importante nestes últimos anos. Porém, precisa-se aprofundar mais, de forma a encontrar os materiais que ofereçam diferentes soluções dependendo da aplicação.

O grupo de pesquisa onde vem sendo desenvolvido este trabalho, tem-se especializado na fabricação e caracterização de dispositivos e estruturas ópticas usando técnicas de fabricação convencionais, como é o caso da estrutura pedestal, que mesmo sendo inovadora, é definida e criada baseada em técnicas convencionais, e no uso de materiais comumente usados na microeletrônica, mas pouco usados na área da óptica integrada, como por exemplo compostos entre materiais metálicos e cerâmicos. Nesta seção serão apresentadas as técnicas e as análises prévias que foram utilizadas para alcançar os objetivos deste trabalho.

A fabricação dos guias de onda utilizando a técnica de pedestal possibilita o estudo de materiais sem a necessidade do desenvolvimento de processos específicos para a corrosão dos mesmos, devido a que a deposição do material utilizado como núcleo óptico, é a última etapa no processo. Este método mostrou excelentes resultados no guiamento óptico e na isolação do material que compõe o núcleo dos guias de onda (ARMAS ALVARADO, 2017) (MELO; ALAYO; CARVALHO, 2017) (ALVARADO et al., 2014) (CAMILO et al., 2014) (CARVALHO; ALAYO, 2011). O foco principal deste trabalho é analisar materiais que embora sendo já alguns deles utilizados no ramo da óptica, não foram focados ainda no estudo de aplicações especificas para óptica não-linear.

## 1.6 Materiais utilizados

Todos os dispositivos são fabricados utilizando técnicas convencionais de fabricação em microeletrônica, já que o substrato empregado é silício. Este material apresenta um índice de refração elevado, chegando a valores de 4,01, mas a sua absorção óptica impossibilita que seja utilizado para o confinamento, transporte ou guiamento de luz na região espectral visível e próxima do visível (VEPREK; SAROTT; IQBAL, 1987). Não obstante, o silício pode ter propriedades aplicáveis em dispositivos ópticos que aproveitem precisamente essas

propriedades, como por exemplo as células solares (RAJKANAN; SINGH; SHEWCHUN, 1979), além de aplicações no Infravermelho (~1550 nm). Neste trabalho, o silício é utilizado unicamente como substrato, considerando-o basicamente como o suporte mecânico da estrutura, devido a sua baixa absorção óptica, além da sua grande afinidade para a aparição do fenômeno óptico não-linear conhecido como absorção de dois fótons, o qual aumenta as perdas não-lineares (BOYD, 2003).

# 1.6.1 Óxido de silício

O dióxido de silício (SiO<sub>2</sub>) está constituído molecularmente como uma estrutura em tetraedro com um átomo de silício ligado a quatro átomos de oxigênio, de forma que a maioria dos átomos de oxigênio será ligada a dois átomos de silício, de modo que, dois tetraedros sejam unidos em um canto. A orientação ou posicionamento destas estruturas pode ser aleatória, resultando em uma estrutura amorfa. Este material apresenta diferentes aplicações, desde vidro comum, até usos mais específicos na área da microeletrônica, como material de porta em transistores tipo MOS, barreiras de difusão, ou no caso da óptica, a utilização como componente principal das fibras ópticas para a transmissão de dados a altas velocidades. A combinação das propriedades elétricas do silício, as excelentes propriedades isolantes do SiO<sub>2</sub> e a interface de baixo defeito entre elas é o ingrediente chave dos circuitos integrados.

Deste modo, o SiO<sub>2</sub> é o material que será empregado como a cobertura inferior ou *cladding* inferior dos dispositivos fabricados. Ele pode ser obtido tanto por oxidação térmica, como através de deposições por diferentes técnicas, tais como *PECVD* ou *Sputtering*. O índice de refração do SiO<sub>2</sub> está entre 1,447 e 1,48 na faixa do espectro usado nas medições deste trabalho (633 nm – 780 nm) (KISCHKAT et al., 2012). Já que ele será empregado como *cladding* inferior, os materiais que sejam usados como núcleo dos guias de onda, terão que ter um índice de refração maior para cumprir com o princípio de reflexão interna total.

#### 1.6.2 Nitreto de Alumínio

O nitreto de Alumínio (AlN) é um material que apresenta propriedades ópticas já demonstradas no guiamento de luz, sendo utilizado como núcleo e demonstrando em sua estrutura cristalográfica amorfa, perdas consideravelmente baixas (ALVARADO; ALAYO, 2014) (ALVARADO et al., 2014), além disso, possui características físicas e ópticas que podem ser modificadas no momento da deposição, permitindo obter estruturas cristalinas ou amorfas, dependendo dos parâmetros do processo (VASHAEI et al., 2009). É possível alterar também as propriedades ópticas do AlN, como absorção óptica e índice de refração (ARMAS ALVARADO, 2017). Estas propriedades fazem com que este material seja atraente para utilizá-lo como núcleo dos guias de onda, e explorar seu potencial para aplicações específicas, medindo seu índice de refração não-linear.

O AlN será depositado através da técnica de *Magnetron* RF Sputtering, tanto reativo, usando um alvo de Alumínio, como não reativo, utilizando um alvo de AlN. O índice de refração do AlN é de aproximadamente 2,0294 (KISCHKAT et al., 2012), gerando assim, um contraste de índice elevado com o SiO<sub>2</sub> que será utilizado como *cladding* inferior, o que permitiria teoricamente o confinamento da luz, só analisando essa característica.

### 1.6.3 Oxinitreto de Titânio

O oxinitreto de titânio (TiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>) é um material comumente utilizado como camada dielétrica *high k* em dispositivos microeletrônicos, como por exemplo capacitores Metal-Óxido-Semicondutor (MOS) (ALBERTIN; PEREYRA, 2010) (ALBERTIN; PEREYRA, 2009). Além do estudo das propriedades elétricas deste material, existe também grande interesse no estudo das suas características ópticas (MARTIN et al., 2001). É um material promissor para realizar o guiamento óptico utilizando-o como núcleo para guias de onda devido a sua fácil integração dentro de um substrato de silício, seu alto valor de índice de refração; e o mais importante, existem poucos estudos do uso do TiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> em óptica não-linear. A composição química deste material sofre alterações consideráveis dependendo dos parâmetros de deposição. Os filmes de TiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> utilizados, serão depositados pela técnica de RF *Magnetron Sputtering* reativo, utilizando um alvo de titânio e nitrogênio e oxigênio na mistura gasosa. O índice de refração deste material varia dependendo da concentração atômica dos elementos que compõem o material, flutuando comumente na faixa de 1,5 a valores próximos de 2,6 (CHEN et al., 2014), sendo em todas suas versões um índice maior que o do SiO<sub>2</sub>.

Uma variação do processo de deposição do  $TiO_xN_y$  será realizada para a obtenção de um filme de teste de  $TiO_2$ .

O Oxinitreto de Silício (SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>) de maneira similar ao TiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>, é um material que pode sofrer alterações em sua estequiometria dependendo dos parâmetros utilizados na sua deposição (PHILIPP, 1972). É utilizado para diversas aplicações eletrônicas e ópticas (SOMAN; ANTONY, 2017). Este material apresentou excelentes propriedades na fabricação de guias de onda ópticas (GOLLUB et al., 2010), incluindo o seu uso como núcleo em uma versão anterior da técnica de guias de onda tipo pedestal (MELO; ALAYO; CARVALHO, 2017). Mesmo tendo uma quantidade considerável de produção científica baseada neste material na fabricação de dispositivos ópticos (CARVALHO et al., 2018), não existe muito trabalho do uso desse material aproveitando suas propriedades ópticas não-lineares. Por este motivo, é interessante a ideia de medir a principal característica para aplicações de óptica não-linear de um material que já tem demostrado uma excelente capacidade no confinamento e guiamento de luz ao ser utilizado como núcleo de guias de onda. Um dos objetivos deste trabalho é desenvolver dispositivos que permitam confinar e guiar corretamente a luz. Desta forma, usando este material como núcleo dos guias de onda, será possível confirmar se a fabricação dos dispositivos ópticos foi realizada em ótimas condições devido ao sucesso que já vem sendo demonstrado para atingir esta funcionalidade. O SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> é depositado neste trabalho pela técnica de deposição química a vapor assistida por plasma (PECVD). O índice de refração pode variar desde 1,46 até valores próximos de 2,0 para um comprimento de onda de 633 nm (KISCHKAT et al., 2012) (KIM et al., 2003), sempre maior que o índice do *cladding* inferior, o qual é fabricado de SiO<sub>2</sub>.

#### 1.6.5 Pentóxido de Tântalo

O pentóxido de tântalo Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, é um material comumente utilizado em dispositivos elétricos como células solares (RUBIO et al., 1982) (RUBIO et al., 1983), capacitores (VALLE; CORDARO, 1988) e amplificadores monolíticos (CORDARO, 1989). Há um alto interesse no estudo das suas capacidades para guiamento óptico, devido ao fato de ter poucas pesquisas das suas propriedades ópticas, e também do seu uso na fabricação de dispositivos ópticos não-lineares. É um material que pode levar a resultados muito favoráveis neste trabalho dado que apresenta um índice de refração elevado (superior a 2,0) e absorção óptica dentro das condições ideais, atingindo valores superiores a 95%. Este material se posiciona como o material mais importante nesta pesquisa, devido aos resultados esperados em referencia ao alto índice de refração não-linear esperado. Para depositar o Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foi utilizada a técnica DC *Sputtering* reativo, utilizando um alvo de tântalo e oxigênio como gás reativo, aproveitando o acesso ao equipamento presente na sala limpa do

LME da EP, onde já foram desenvolvidos diferentes temas de pesquisa e trabalhos usando este material. Seu índice de refração encontra-se acima de 2,05 (BRIGHT et al., 2013) que indica de maneira inicial que pode permitir o guiamento óptico, quando comparado com o índice de refração do *cladding* inferior (SiO<sub>2</sub>).

### 1.7 Métodos utilizados para a deposição e corrosão de materiais

A seguir serão descritas as diferentes técnicas utilizadas para a deposição e caracterização dos materiais usados neste trabalho.

## 1.7.1 Deposição por Sputtering

O *sputtering* ou pulverização catódica é um processo físico no qual é produzida a pulverização dos átomos de um material sólido que se encontra em forma de alvo, mediante o bombardeamento por íons energéticos (ECKSTEIN; BEHRISCH, 2007). É um processo utilizado frequentemente na deposição de filmes finos. A pulverização é causada pela troca de momento entre os íons e os átomos do material do alvo após a colisão. Os átomos que são arrancados do alvo, adquirem energia suficiente para serem enviados ao substrato que se encontra a uma distância predeterminada, e assim se deposita uma camada do material desejado. Uma opção para a deposição dessa técnica é conhecida como *Sputtering* reativo, na qual além do gás introduzido para permitir o bombardeamento, que é o Argônio, é introduzido um ou mais gases adicionais que reagirão quimicamente com os átomos provenientes do alvo, formando um material sólido composto.

Os átomos ionizados provenientes do alvo, são obtidos através da aplicação de uma tensão elétrica entre o alvo e o substrato ou uma fonte geradora de radiofrequência, obtendo-se um plasma. O processo de deposição ocorre dentro de uma câmara em vácuo. São utilizadas diversas técnicas para criar e modificar as propriedades do plasma, dentro das quais são mencionadas o uso de corrente alternada de radiofrequência (RF *Sputtering*), o uso de campos magnéticos e a aplicação de um potencial de polarização no alvo (DC *Sputtering*).

Neste trabalho foram utilizados dois reatores. Um deles, localizado no laboratório de microeletrônica da EP-USP, o qual é baseado em uma câmara de vácuo da marca *Kurt J. Lesker* e que utiliza a técnica *RF Magnetron Sputtering*. Este foi utilizado na deposição de filmes de AlN e TiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>.

O segundo equipamento do fabricante *Balzers* utiliza a técnica de *DC Sputtering*, localizado dentro da sala limpa do laboratório de microeletrônica da USP, utilizado para depositar o Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Neste reator a amostra fica suspensa sobre um carrossel que possui rotação sobre si mesmo e translação ao redor do alvo do material a 4,5 rpm, isso garante uma maior uniformidade sobre a amostra. Com este equipamento são depositados filmes de TiO<sub>2</sub> e Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

### 1.7.2 Deposição por PECVD

A deposição química a vapor assistida por plasma (*Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition PECVD*) é um processo de deposição a vapor utilizado para depositar filmes finos desde um estado gasoso para um estado solido sobre um substrato. É um processo químico que utiliza reações, que ocorrem depois da criação do plasma dos gases reagentes. O plasma pode ser criado por radiofrequência ou corrente contínua.

O processo é realizado em baixas pressões, que podem ser da ordem dos mTorr até valores próximos da unidade de Torr. É introduzido um gás (ou gases) que contém os elementos requeridos dependendo do filme que se quer obter, e posteriormente, é aplicada a fonte geradora do plasma. O material é depositado sobre um substrato, e o excesso de gás é retirado da câmara por processo de exaustão.

Neste trabalho é utilizada a técnica de PECVD com fonte geradora de radiofrequência, para a deposição dos filmes de  $SiO_xN_y$ . O equipamento encontra-se na sala C1-51 do prédio de engenharia elétrica da Escola Politécnica da USP.

### 1.7.3 Corrosão via plasma por íons reativos

Esta técnica está baseada na combinação simultânea de reação química das espécies geradas no plasma e de efeitos físicos causados por bombardeamento iônico. O bombardeamento ocorre devido à polarização negativa que é gerada no eletrodo da amostra por aplicação de RF. Dessa forma, íons positivos são atraídos com alta energia.

A corrosão seca por plasma, diferente da corrosão úmida que necessita apenas de soluções liquidas para realizar o processo, requer um equipamento especial, que a maioria de vezes implica um alto custo por ser necessário um sistema específico para a obtenção de vácuo. A corrosão via plasma apresenta vantagens devido à redução das dimensões com as quais é possível trabalhar e o controle sobre características específicas das corrosões como a anisotropia, a taxa de deposição e a seletividade dos materiais.

Esta técnica é utilizada para a corrosão do silício policristalino do substrato no momento da criação da estrutura pedestal dos guias de onda, detalhada na seção 1.10.5. O equipamento utilizado é um reator de corrosão por plasma em ambiente de vácuo, localizado na sala limpa do LSI da EP-USP.

### 1.7.4 Oxidação por crescimento térmico de óxido no silício

Neste trabalho o óxido de silício é utilizado como máscara, e também na estrutura final dos guias de onda, como suporte para o núcleo e como *cladding* inferior.

São usados vários processos de obtenção de camadas de óxido sobre substratos de silício. Especificamente para este trabalho, é utilizada a técnica de crescimento por oxidação térmica, seca ou úmida dependendo do casso. No processo uma camada de dióxido de silício (SiO<sub>2</sub>) é crescido sobre o substrato, usando o silício do próprio cristal, com a participação de um agente oxidante em altas temperaturas. Os óxidos crescidos são formados em reações térmicas, ativadas do silício com oxigênio, utilizada no processo descrito na seção 1.10.2, ou vapor de água, descrito na seção 1.10.7.

Resumidamente, este método de oxidação é normalmente realizado em fornos de alta temperatura, na faixa de 800 a 1200 °C, com precisão de  $\pm 1$  °C. A câmara de reação é um tubo cilíndrico de quartzo. O forno é provido de um sistema de alimentação controlada de oxigênio e nitrogênio de alta pureza, e no caso da oxidação úmida, de um recipiente para aquecimento de água deionizada de alta pureza, que irão fornecer esta como agente para a oxidação.

Neste trabalho são utilizados os dois tipos de fornos de oxidação: seca e úmida. Estes equipamentos da marca *Thermco Systems* encontram-se localizados na sala limpa do Laboratório de Sistemas Integráveis da Escola Politécnica da USP.

## 1.8 Métodos de caracterização dos materiais

A caracterização dos materiais foi realizada através da medição de espessuras, índices de refração, absorção óptica e análise dos materiais por espectroscopia Raman ou *FTIR*. Além disso foram obtidas imagens por microscopia eletrônica de varredura que permitam caracterizar morfologicamente as estruturas fabricadas.

#### 1.8.1 Absorção óptica dos materiais

A transparência óptica dos materiais que formam um filme é medida por meio da obtenção da transmitância óptica. Neste trabalho, os filmes são caracterizados pela técnica de UV-VIS utilizando um espectrofotômetro *Shimadzu UV-1650 PC (UV-VIS)*, que se encontra localizado no Grupo de Eletrônica Molecular da Escola Politécnica da USP.

O espectrofotômetro é um instrumento que serve para medir a relação entre os valores de uma magnitude fotométrica em função do comprimento de onda. A medição é obtida comparando a relação entre valores de igual magnitude fotométrica relativa, ou seja, dois feixes de luz passam através de duas regiões diferentes, uma com o substrato, e outra com o filme depositado sobre um substrato de iguais condições.

Com esta técnica é possível obter a medida de transmitância óptica que é definida como a fracção de luz incidente, a um comprimento de onda específico, que passa através de uma amostra. A transmitância é dada normalmente em valores porcentuais em função do comprimento de onda (geralmente em nanômetros). Este valor é apresentado em uma gráfica de porcentagem em função do comprimento de onda. A maior porcentagem de transmitância, indica-se uma maior transparência do material, e por tanto um melhor desempenho na hora de transmitir luz.

Para esta medição é necessário a deposição do filme sobre um substrato de vidro transparente. No equipamento são colocadas duas amostras, uma com o filme depositado sobre o substrato de vidro e outra só com a placa de vidro. Dois feixes de luz idênticos passam através das amostras registrando a quantidade de luz medida após passagem pelas placas. Assim, a medida é mais exata, devido a que esta é calculada como a diferença entre a passagem de luz pela placa sem material e a placa com o material depositado.

## 1.8.2 Perfilometria

A perfilometria é uma das técnicas empregadas na medição do valor da espessura dos filmes, ou da profundidade das corrosões realizadas durante os diferentes processos. É utilizado um perfilômetro *Tencor, Alpha Step 500* localizado na sala limpa do laboratório de microeletrônica da EP-USP. Este medidor possui uma ponta móvel, que é colocada em contato com a amostra. A ponta percorre a superfície da amostra aplicando uma força constante. A distância do percurso, assim como a força aplicada sobre a amostra são variáveis que podem ser manipuladas. A ponta está conectada a um sistema de medição que mede os deslocamentos verticais que sofre no

caminho ao longo da superfície. De esta forma é obtida a medida da espessura em função da distância percorrida, calculando as variações entre alturas percebidas pela ponta móvel.

### 1.8.3 Elipsometria

A técnica de elipsometria é utilizada para a medição tanto de espessuras como do índice de refração dos materiais. Esta técnica de análise óptica de uma superfície plana, é baseada na medida da mudança do estado de polarização da luz incidente, após reflexão sobre a superfície. A medida consiste em irradiar a superfície de uma amostra com uma luz monocromática com um ângulo de incidência conhecido, e determinar a diferença entre os estados da polarização dos feixes incidentes e refletidos. A reflexão leva a uma mudança na fase e na amplitude dos componentes do campo elétrico incidente. Ao ser uma equação complexa, podem-se utilizar técnicas numéricas para solucioná-la, usando métodos de iteração, o que é realizado geralmente por um equipamento computacional. O método de obtenção dos parâmetros ópticos, por ser iterativo e periódico e precisa da introdução de valores iniciais esperados para obter o índice de refração e as espessuras dos filmes no período correto.

As medidas foram realizadas com o Elipsômetro - *AUTO EL NIR-3* do fabricante *Rudolf Inc.* que opera com três comprimentos de onda: 405, 633 e 830 nm. Este equipamento está localizado no laboratório de sistemas integráveis LSI da EP-USP.

## 1.8.4 Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

A espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (*FTIR*) é uma técnica analítica usada para identificar materiais. Esta técnica mede a absorção da radiação infravermelha através do material em função do comprimento de onda. As bandas de absorção no infravermelho identificam componentes e estruturas moleculares.

Quando um material é irradiado com a radiação infravermelha, a parte absorvida geralmente excita as moléculas para um estado vibracional mais alto. O comprimento de onda da luz absorvida por uma molécula em particular é uma função da diferença de energia entre os estados vibracionais em repouso e excitados. Os comprimentos de onda absorvidos pela amostra são característicos da sua estrutura molecular.

O espectrômetro *FTIR* usa um interferômetro para modular o comprimento de onda de uma fonte de infravermelho de banda larga. Um detector mede a intensidade da luz transmitida ou refletida em função do seu comprimento de onda. O sinal obtido do detector é um interferograma, que

deve ser analisado com um computador usando transformadas de Fourier para obter um espectro infravermelho de feixe único. Os espectros de *FTIR* são geralmente apresentados como gráficos de intensidade versus número de onda (em cm<sup>-1</sup>). O número de onda é o inverso do comprimento de onda. A intensidade pode ser plotada como a porcentagem de transmitância ou absorbância da luz em cada número de onda. Para identificar o material que está sendo analisado, o espectro de absorção de IR é comparado com espectros padrão do material a analisar, pesquisados na literatura. As medidas neste trabalho foram realizadas com o equipamento *BIO-RAD FTS40*, na sala de caracterização de materiais do LME da EP-USP.

## 1.8.5 Espectroscopia Raman

A espectroscopia Raman é uma ferramenta importante no campo da espectroscopia vibracional e é complementar à *FTIR*. Vale ressaltar que essas duas espectroscopias não fornecem a mesma informação vibracional de uma molécula. A espectroscopia Raman é baseada em um processo de espalhamento inelástico, enquanto a espectroscopia no infravermelho é baseada em um processo de absorção. A espectroscopia Raman detecta vibrações que envolvem uma mudança na polarizabilidade, enquanto a espectroscopia no infravermelho detecta vibrações que envolvem uma mudança no momento dipolar. Como resultado, as duas espectroscopias têm regras de seleção diferentes e é possível que um modo de vibração forte na espectroscopia Raman seja fraco na espectroscopia no infravermelho e vice-versa.

Na espectroscopia Raman, a amostra é iluminada com um raio laser monocromático que interage com as moléculas da amostra e origina uma luz dispersa. A luz dispersa com uma frequência diferente da luz incidente (dispersão inelástica) é usada para construir um espectro Raman. Os espectros de Raman surgem devido à colisão inelástica entre radiação monocromática incidente e as moléculas da amostra. Quando uma radiação monocromática atinge a amostra, ela se espalha em todas as direções após a interação com as moléculas da amostra (BUMBRAH; SHARMA, 2016). Trata-se de uma técnica de análise que é realizada diretamente sobre o material, sem necessidade de preparo e que para o caso deste trabalho, com a potência que é utilizada e o tipo de material e substrato usado, não altera ou danifica a superfície da amostra, sendo uma técnica não destrutiva. Um espectro Raman é apresentado como uma mudança de intensidade em função do comprimento de onda.

As medidas realizadas neste trabalho foram feitas com o equipamento *Raman Confocal Microscope model Alpha 300R WITEC*, que opera com um laser de 45 mW de potência e um comprimento de onda de 532 nm (verde), propriedade do laboratório de microeletrônica da EP-USP.

## 1.8.6 Microscopia eletrônica de varredura

O princípio de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) consiste em utilizar um feixe de elétrons de pequeno diâmetro para explorar a superfície da amostra, ponto a ponto, por linhas sucessivas e transmitir o sinal do detector a uma tela catódica cuja varredura está perfeitamente sincronizada com aquela do feixe incidente. Por um sistema de bobinas de deflexão, o feixe pode ser guiado de modo a varrer a superfície da amostra, segundo uma malha retangular. O sinal de imagem resulta da interação do feixe incidente com a superfície da amostra. O sinal recolhido pelo detector é utilizado para modular o brilho do monitor, permitindo a observação. O feixe é acelerado pela alta tensão criada entre o filamento e o ânodo. Ele é, em seguida, focalizado sobre a amostra por uma série de três lentes eletromagnéticas com um spot que geralmente, pode ser menor aos 4 nm. O feixe interagindo com a amostra produz elétrons e fótons que podem ser coletados por detectores adequados e convertidos em um sinal de vídeo.

Para a obtenção das imagens por MEV deste trabalho foi utilizado o microscópio modelo *INSPECT F50* presente no LabMicro do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PMT) da POLI-USP.

## 1.9 Métodos de caracterização dos dispositivos

A caracterização dos dispositivos se refere às medições ou tratamentos feitos aos guias de onda prontos, após processo de fabricação. Aqui são incluídas as análises de guiamento óptico, a medida de atenuação dos guias de onda e finalmente a medida do índice não-linear do material do núcleo.

## 1.9.1 Guiamento óptico

O guiamento óptico foi realizado após deposição do núcleo e clivagem dos guias de onda. Para isso foi utilizada a bancada óptica da marca *Newport* do Laboratório de Microeletrônica da EP-USP.

Sobre a bancada óptica são colocados micro-posicionadores, que permitem o controle do posicionamento nos eixos x, y e z, além de ângulos de entrada do laser nos dispositivos. No

primeiro estágio, é colocado o meio que permite focar a luz dentro dos guias de onda, que pode ser uma fibra óptica ou lente de acoplamento. No outro estagio, são colocados os dispositivos que vão ser medidos.

Na parte superior dos guias de onda, é colocado um microscópio que permite melhorar o posicionamento para obter o acoplamento de luz dentro dos guias de onda e além disso, permite, por meio de um sistema de câmera digital, a obtenção de imagens para realizar as medidas de atenuação. A montagem, descrita anteriormente, é apresentada na Figura 7. Esta permite saber rapidamente, se os guias de onda confinam e guiam luz através do seu comprimento total. Se os dispositivos obtêm um desempenho favorável, é possível passar à seguinte medida, a qual é o cálculo do índice de atenuação ou perdas.



**Figura 7 - Montagem utilizada para realizar o acoplamento de luz dentro dos guias de onda** Fonte: (CARVALHO, 2012)

#### 1.9.2 Medida de atenuação ou perdas

As medidas de atenuação são realizadas utilizando uma câmera digital que permite capturar imagens desde a vista superior. Como os guias de onda não tem *cladding* superior, sendo tecnicamente o *cladding* superior, o ar, é possível observar a luz espalhada ao longo do caminho óptico dentro dos dispositivos. Por este motivo, é possível obter imagens onde através de tratamento computacional, gera-se um gráfico da intensidade da luz espalhada, em função da distância. As perdas são calculadas baseadas no valor da inclinação da curva obtida, considerando que a intensidade de luz espalhada pela superfície do guia de onda é proporcional à intensidade de luz guiada. Esta técnica oferece um resultado com medições que têm uma baixa taxa de erro, o que permite obter conclusões sobre os dispositivos e os materiais que formam os núcleos sem danificar ou destruir os guias de onda (DALDOSSO et al., 2004).

Na Figura 8 é apresentada a montagem utilizada para a medição das perdas, disposta sobre uma bancada óptica *Newport RS2000*. O laser *JDS Uniphase He-Ne 1135P* emite luz a 633 nm de

comprimento de onda, (vermelho) que facilita a inserção de luz dentro dos dispositivos. Os micro-posicionadores da *Newport*, são estágios que permitem seu acoplamento com a bancada óptica do mesmo fabricante. Finalmente o microscópio digital *Aven Cyclops Digital Microscope*, conta com uma câmera digital que pode ser conectada a um computador por cabo USB. Assim, depois de conseguir acoplar luz dentro do guia de onda, utilizando o posicionamento vertical do estágio no qual encontram-se os guias de onda, podem ser obtidas as imagens do guiamento óptico.



**Figura 8 - Montagem utilizada na medida de atenuação** Fonte: (CARVALHO, 2012)

Além das imagens do guiamento óptico sem luz ambiente, é necessário obter uma foto com uma escala em milímetros desde a mesma posição. Assim, ao realizar o tratamento digital das imagens, pode ser feita uma conversão de número de pixels da fotografia para quantidade de milímetros do comprimento.

Após a obtenção das imagens, é usado o software *ImageJ*, de livre distribuição, para obter o gráfico desejado. Posteriormente, é calculada uma regressão linear desta curva, para obter os valores que são inseridos dentro da equação (9), que permite o cálculo do índice de perdas.

$$\alpha = \frac{10\log\left(\frac{I_2}{I_1}\right)}{X_2 - X_1} \tag{99}$$

Onde  $\alpha$  corresponde ao índice de perdas do guia de onda, e  $I_2$  e  $I_1$  são os valores de intensidade de luz espalhada sobre a superfície, para as distâncias  $X_2$  e  $X_1$  respectivamente. Como o valor está calculado com base na escala logarítmica, o resultado dará perdas em escala de dB sobre unidades de comprimento, em centímetros (dB/cm).

#### 1.9.3 Medição do índice de refração não-linear dos materiais

A medição do índice não-linear dos materiais é obtida usando o princípio da auto-modulação de fase que provoca um alargamento espectral em um pulso óptico que se propaga dentro do guia de onda, utilizando um feixe de luz pulsada no infravermelho próximo. É necessário gerar um feixe de alta energia, com pulsos da ordem de femtossegundos de alta potência de pico que é focado dentro do guia de onda utilizando uma objetiva. A saída dos guias de onda é medida com um analisador de espectros ópticos (OSA).

O alargamento do pulso para uma dada intensidade de pico  $I_o$  está relacionado ao  $n_2$  pela expressão (AGRAWAL, 2006):

$$\frac{\omega_{max}}{\Delta\omega_0} = \frac{0.86 \, L_{eff} n_2 P_0 \omega_o}{c \, A_{eff}} \tag{100}$$

Onde  $\Delta \omega_0$  é a largura espectral original do pulso em frequência,  $\omega_{max}$  é a largura espectral total depois do alargamento devido à SPM em frequência,  $P_0$  é a potência pico dentro do guia de onda calculada a partir a taxa de repetição, a duração do pulso e a porcentagem de potência acoplada no guia de onda,  $\omega_o$  é a frequência angular central, c é a velocidade da luz no vácuo,  $A_{eff}$  é a área efetiva, obtida utilizando ferramentas de simulação e a  $L_{eff}$  é dada pela equação:

$$L_{eff} = \frac{1 - e^{-\alpha L}}{\alpha} \tag{101}$$

Nesta equação  $\alpha$  é a constante de atenuação nos guias de onda, e *L* pode ser considerado como o comprimento real do guia de onda, como explicado detalhadamente na seção 1.4.1.

Para a geração dos pulsos ultracurtos, utiliza-se a fonte de luz composta por diversos componentes e dispositivos apresentados na Figura 9. Na posição da seta 1, o pulso inicialmente tem uma duração aproximada de 5 femtossegundos e uma frequência de 78 MHz, o que significa que um pulso é gerado a a cada 13 nano-segundos. Neste ponto, os pulsos têm 400 nm de largura espectral e uma energia abaixo dos nano-joules. Este pulso é gerado por um oscilador principal de titânio-zafira *Femtosource Rainbow*™ fabricado pela *Femtolasers Inc.,* indicado dentro da região laranja, responsável pelo mecanismo de formação dos pulsos através do travamento de modos (*mode-locking*) na cavidade (FEMTOLASERS INC., 2014).



**Figura 9 - Sistema de geração dos pulsos ultracurtos com altos picos de intensidade** OBS.: O feixe de luz segue a direção esquerda-direita nas imagens apresentadas. Fonte: Autor.

Depois o feixe passa 9 vezes pela região verde, que através de uma emissão estimulada amplifica a amplitude do pulso. Este meio de ganho possui um sistema com vidros altamente dispersivos que fazem que o pulso passe a ter uma duração de 7-8 picossegundos, e uma largura de banda mais estreita, entre os 40-60 nm. Na posição da seta 2, encontra-se a parte principal do meio de ganho, que é conformada por um cristal de titânio-zafira. Quando o pulso saí do meio de ganho, na posição da seta 3, o pulso encontra-se amplificado. Assim, dentro da região azul, na parte interna do mecanismo, encontram-se quatro prismas, os quais conformam um caminho, que faz que os componentes de onda mais curtos (azuis), percorram o caminho em um tempo menor do que os componentes de onda mais longos (vermelhos), o que permite controlar a largura temporal do pulso por meio da distância que existe entre os quatro prismas. O sistema de amplificação e modulação de largura espectral, indicado nas regiões verde e azul, é produzido comercialmente pela *Femtolasers Inc.* com o nome de *FEMTOPOWER™ compact™ PRO CE-Phase* (FEMTOLASERS INC., 2015).



Figura 10 - Caminho óptico do laser ultracurto desde a saída do amplificador até a saída dos guias de onda Fonte: Autor

O laser continua seu caminho óptico através da montagem apresentada na Figura 10. Na saída do sistema de amplificação e modulação, o laser tem um diâmetro de 15 mm, assim antes de realizar qualquer tratamento óptico, é necessário diminuir o tamanho do feixe. Por este motivo, é usado um telescópio óptico. Depois é colocada uma lâmina de ½ onda, com a qual é possível mudar a orientação da polarização do feixe, assim ao passar pelo polarizador, só será transmitida

a parte do sinal que se encontra polarizada de forma horizontal. Por fins práticos, a potência do laser é medida na saída do polarizador. Aqui é necessário focalizar o feixe para conseguir um acoplamento estável dentro do guia, pelo que se usa uma objetiva de 10 x.

Na saída dos guias de onda é colocado um analisador de espectros ópticos, que permite medir os valores para realizar um gráfico do espectro eletromagnético, da forma de intensidade em função do comprimento de onda. Assim, é possível estimar qual é a variação do alargamento espectral, ao variar a potência de entrada.

### 1.9.4 Uso do Método de Elementos Finitos para obtenção de valores por simulação

É necessário obter o valor, por meio de cálculos e simulação, da porcentagem da intensidade de luz inserida dentro do guia de onda, pois é bem sabido que existem perdas ao focalizar o feixe por meio da lente e também por acoplamento do feixe dentro dos dispositivos. Para este fim, calcula-se numericamente, utilizando software de análise modal baseada no Método de Elementos Finitos (*Finite Element Method FEM*), a integral de sobreposição (*Overlap Integral OvInt*) que quantifica a sobreposição, ou casamento, do modo do feixe com o modo do guia de onda. Utilizando análise modal também é calculada a área efetiva do modo dentro do guia de onda, que será necessária para realizar o cálculo do n<sub>2</sub>.

O programa utilizado no desenvolvimento deste trabalho foi o software COMSOL o qual utiliza o *FEM* para subdividir o domínio de um problema em partes menores, incluindo o uso de técnicas de geração de malha. O MEF converte um problema definido em termos de equações diferenciais em um problema baseado em matriz que fornece o resultado correto para um número finito de pontos e subsequentemente interpola a solução para o restante do domínio, resultando em apenas uma solução aproximada. O conjunto de pontos em que a solução é exata é chamado de nós do conjunto. O referido conjunto de nós forma uma rede, chamada malha formada por retículos. Cada um dos retículos contidos na referida malha é um "elemento finito". O conjunto de nós é obtido dividindo ou discretizando a estrutura em elementos de uma maneira variada.

Com estes dados, e utilizando a equação (100) e (101), pode ser estimado o valor do índice nãolinear do material que compõe o núcleo dos guias de onda. Para facilitar a obtenção deste cálculo, é utilizado um script computacional.

#### 1.10 Etapas de fabricação dos guias de onda

Os guias de onda foram fabricados em diferentes rodadas. Seguindo sempre o mesmo processo e tentando reproduzir o mesmo procedimento. As amostras foram fabricadas sobre lâminas de silício de tipo P, com orientação cristalográfica 100 o que permite realizar o processo de clivagem para inserção de luz nos guias de onda, da forma que será visto na seção 1.10.9. O diâmetro das lâminas utilizadas para o desenvolvimento deste trabalho foi de 2 polegadas pois facilitam a clivagem, uma vez que são mais finas.

### 1.10.1 Processo de limpeza 1

As lâminas de Silício (Figura 11) passaram por um primeiro processo de limpeza, o qual elimina eventuais contaminações que possam prejudicar o processo de fabricação, e consequentemente o funcionamento dos guias de onda (KERN, 2018).



Figura 11 - Lâmina de Silício limpa Fonte: Autor

T	abela	1 -	Processo	de	limpeza	química	comp	leta	1
---	-------	-----	----------	----	---------	---------	------	------	---

Nome do processo de limpeza	Composição da solução liquida	Tempo (min)	Temperatura (°C)	Finalidade
Enxágue	Água DI	5	Ambiente	
RCA1 <sup>1</sup>	8 H <sub>2</sub> O + 2 H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> + 1 NH <sub>4</sub> OH	15	80	Remoção de compostos orgânicos, partículas e metais
Enxágue	Água DI	5	Ambiente	
RCA2	$4 H_2O + 1 HCl$	10	70	Remoção de metais
Enxágue	Água DI	5	Ambiente	
HF	$100 H_2O + 1 HF$	1	Ambiente	Remoção de camadas de óxidos
Enxague	Água DI	5	Ambiente	

Fonte: Autor

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> A concentração de Hidróxido de amônio utilizada no processo RCA1 difere da utilizada na literatura (REINHARDT; KERN, 2018), dado que a solução feita no processo aqui apresentado visa reduzir a rugosidade que a lâmina apresenta com o processo convencional, ou seja, as concentrações utilizadas neste trabalho permitem obter uma superfície mais lisa (NOGUEIRA, 2003).

Na Tabela 1 é apresentada a sequência que foi utilizada para realizar esta limpeza inicial. Nela são indicadas as soluções utilizadas e suas condições. Os processos chamados de enxágue foram feitos com um fluxo de água deionizada, que permite realizar um processo de lavagem da amostra para retirar resíduos do processo de limpeza anterior.

### 1.10.2 Oxidação seca

Após o processo de limpeza química, foi crescida uma primeira camada de óxido de silício fino, que tem duas finalidades: a primeira é servir como foto-máscara para uma posterior corrosão do silício, e a segunda é ser a base ou suporte mecânico do núcleo do guia de onda quando a estrutura seja finalizada. Configurou-se uma temperatura de 1135 °C por um período de tempo de 1 hora, em ambiente seco com fluxo de oxigênio, tentando obter uma espessura de 150 nm.

As lâminas foram secas com jato de nitrogênio após processo de limpeza e colocadas no carregador de quartzo. As amostras permaneceram dentro do forno de acordo com os tempos apresentados na Tabela 2. É necessário um tempo para carregar e descarregar as amostras, desde a entrada do forno até o centro deste e vice-versa, isso evita mudanças abruptas de temperatura que podem afetar a estrutura molecular ou cristalina do silício (YU et al., 1998). A pós-oxidação foi feita deixando um fluxo de nitrogênio. A Tabela 2 apresenta os valores dos fluxos dos gases utilizados no processo.

Na Figura 12 é apresentada uma figura onde se tem a camada de óxido crescido sobre o substrato.

Etapa do processo	Tempo (min)	Fluxo de gases
Inserção	5	2,4 litros/min N <sub>2</sub>
Oxidação	60	2,0 litros/min O <sub>2</sub>
Pós-oxidação	5	1 litro/min N <sub>2</sub>
Remoção	5	2,4 litros/min N <sub>2</sub>

I abcia 2 - Etapas I canzauas no processo uc ostuação sec	I a Dela 2 - Ela	pas realizadas	no processo	ue	oxidaç	ao	seca
---	------------------	----------------	-------------	----	--------	----	------

Fonte: Autor



Figura 12 - Lâmina com uma camada de óxido fino Fonte: Autor

#### 1.10.3 Fotolitografia

Antes de realizar o processo de fotogravação, as amostras passaram pelo processo de limpeza descrito na Tabela 3, para garantir que não existissem contaminantes ou particulados entre a camada de óxido fino e a camada de fotorresiste.

Composição da solução	Tempo	Temperatura
liquida	(min)	(°C)
Água DI	5	Ambiente
$5 H_2O + 1 H_2O_2 + 1 NH_4OH$	15	75
Água DI	5	Ambiente
C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O	10	70
Água DI	5	Ambiente

Tabela 3 - Processo de limpeza antes da fotogravação

Fonte: Autor

Para melhorar a aderência do fotorresiste no óxido fino, foi aplicada uma camada de *hexamethyldisilazane* (C<sub>6</sub>H<sub>19</sub>NSi<sub>2</sub>).

Posteriormente foi aplicada uma camada do fotorresiste AZ-1518 seguindo a sequência:

- Deposição do fotorresiste utilizando a técnica de *spin-coating*: é configurada uma rotação de 3000 rpm com um tempo de giro de 30 segundos, esperando obter uma camada de aproximadamente 2 µm;
- Tratamento térmico: A lâmina ficou dentro de uma estufa a 80 °C por um tempo de 20 minutos, de modo a evaporar o solvente do fotorresiste;
- Exposição à luz ultravioleta: A lâmina foi exposta a luz ultravioleta, utilizando a máscara apresentada na Figura 13 para transferir os padrões. Neste processo foi utilizada uma fotoalinhadora para aumentar a precisão com que a máscara é alinhada sobre a lâmina;
- Revelação: A amostra foi imersa dentro do revelador AZ351 Developer, por um tempo de 40-45 segundos, obtendo assim a estrutura desejada na camada de fotorresiste.
- Pós-bake: Finalmente a amostra foi colocada mais uma vez na estufa por um tempo de 30 minutos a uma temperatura de 100 °C, visando ativar a reação nas regiões expostas à luz UV.

A máscara utilizada para a fabricação dos guias de onda está fabricada em uma placa de quartzo com os desenhos das estruturas feitas em cromo. Para este caso foi utilizado fotorresiste positivo, onde as estruturas em preto mostradas na máscara, são os padrões que ficam depois do processo de revelação do fotorresiste.

A Figura 13 apresenta oito conjuntos de guias de onda, cada um deles com estruturas de 4 cm de comprimento e larguras distribuídas assim:

Subconjunto de guias desde 1 até 10 µm, com intervalos de 1 µm.

Subconjunto de guias desde 10 até 20 µm, com intervalos de 2 µm.

Subconjunto de guias desde 20 até 100 µm, com intervalos de 10 µm.

Esta distribuição dos guias pode ser visualizada na Figura 14, que mostra em detalhe a área inicial de um dos conjuntos, desde o guia superior de 1 μm até o inferior de 100 μm.



Figura 13 – Foto-máscara com os guias de onda Fonte: Autor



**Figura 14 - Parte inicial de um conjunto de guias de onda.** Fonte: Autor.

#### 1.10.4 Corrosão úmida do óxido

Com o padrão da estrutura em fotorresiste sobre a lâmina de silício que conta com uma camada fina de óxido, foi feita uma corrosão úmida do óxido de silício (SiO<sub>2</sub>) nas regiões que não estão protegidas pela camada de fotorresiste. A Tabela 4 apresenta a sequência de passos realizada.

Composição da solução liquida	Tempo (min)	Temperatura
Água DI	5	Ambiente
BOE	2	Ambiente
Água DI	5	Ambiente

Tabela 4 - Processo de corrosão do SiO2 via úmida

Fonte: Autor.

O *BOE* (Buffered Oxide Etch) é um produto químico comercial utilizado principalmente na corrosão de SiO<sub>2</sub>. Este apresenta uma composição em volume de 6:1 de 40% de NH<sub>4</sub>F em água com 49% de HF em água (WOLF; TAUBER, 2000). O produto tem uma taxa de corrosão aproximada de 80 nm/min.

Depois de realizar o procedimento apresentado na Tabela 4, a lâmina foi seca com jato de nitrogênio. O resultado parcial pode ser observado na Figura 15, onde o padrão, além de estar formado no fotorresiste (não mostrado na figura) também tem a sua estrutura projetada na camada fina de SiO<sub>2</sub>.



Figura 15 - Lâmina de silício após corrosão do óxido fino Fonte: Autor

#### 1.10.5 Corrosão seca do silício

Para criar a estrutura em pedestal foi necessário realizar uma corrosão do silício para que a estrutura em óxido ficasse com uma elevação sobre o substrato. A corrosão do silício foi feita via corrosão seca (plasma), a partir de Hexafluoreto de enxofre (SF<sub>6</sub>). Os parâmetros do processo de corrosão por plasma são descritos na Tabela 5. A corrosão do silício com este gás é isotrópica, o que faz que ocorra tanto na vertical como na horizontal da lâmina. Neste caso, é uma

característica vantajosa, que deixa à camada de óxido da forma característica, esquematizada na Figura 16.

Pressão

(mTorr)

68

 P			
Composição	Fluxo	Tempo	Potência
gasosa	(sccm)	(min)	(W)

26

 $SF_6$ 

Tabela 5 - Corrosão do silício via plasma

Fonte: Autor



3,5

100

A Figura 16 apresenta a estrutura com o silício corroído, mostrando que a camada de óxido fino fica elevada em relação ao substrato. Nesta etapa já é possível observar a estrutura em formato pedestal. É por causa deste formato geométrico que os guias de onda fabricados assim levam esse nome.

## 1.10.6 Processo de limpeza 2

Nesta etapa do processo era importante realizar uma limpeza adequada da amostra, que permitisse assegurar que a continuação do processo, a qual está em uma parte crítica, fosse realizada com sucesso. A sequência de limpeza química completa utilizada é mostrada na Tabela 6.

Em particular, teve que se tomar precaução na hora de realizar as limpezas com HF, tendo em conta que o dispositivo nesta etapa contém uma estrutura na parte superior do pedestal composta por óxido que não deve ser removido, pois é a parte que vai dar o suporte mecânico ao núcleo dos guias de onda. No entanto, as etapas de corrosão em HF são necessárias para remover o óxido não desejado devido a que as etapas de Piranha, RCA1 e HCl possuem o componente de peróxido de hidrogênio, que pode criar óxidos sobre a superfície (RANGEL, 2014). Por este motivo, as etapas de limpeza com HF, foram realizadas em pequenos intervalos de tempo, de forma que não afete em grande medida o óxido de silício necessário na estrutura.

Figura 16 - Lâmina com o silício corroído Fonte: Autor

Nome do processo de limpeza	Composição da solução liquida	Tempo [min]	Temperatura [°C]	Finalidade
Acetona	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O	10	80	Remoção do fotorresiste
Álcool isopropílico	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O	10	80	Remoção de excessos não aderidos
Enxágue	Água DI	5	Ambiente	
Piranha	$4 H_2 SO_4 + 1 H_2 O_2$	10	Isotérmico (até ~100 °C)	Remoção compostos orgânicos pesados
Enxágue	Água DI	5	Ambiente	
HF	$100 H_2O + 1 HF$	0,3	Ambiente	Remoção de óxido superficial não desejado
Enxágue	Água DI	5	Ambiente	
RCA1	1 NH <sub>4</sub> OH + 5 H <sub>2</sub> O + 1 H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	10	80	Remoção de metais e compostos orgânicos
Enxágue	Água DI	5	Ambiente	
HCl	$4 H_2O + 1 H_2O_2 + 1 HCl$	10	70	Remoção de metais
Enxágue	Água DI	5	Ambiente	
HF	$100 H_2O + 1 HF$	1		Remoção de Óxido superficial não desejado
Enxágue	Água DI	5	Ambiente	

Tabela 6 - Processo de limpeza química completa 2

Fonte: Autor

### 1.10.7 Oxidação úmida

Nesta etapa do processo foi feita uma nova oxidação térmica, mais espessa que a primeira. Sendo que a primeira produz uma espessura de óxido ao redor dos 150 nm e para esta segunda oxidação se requeria uma espessura maior do que 1,5 µm. Este óxido que foi crescido, é o material do *cladding* dos guias de onda. Devido ao fato de ser necessária uma espessura maior, esta etapa foi feita com oxidação térmica úmida, que permite uma taxa de crescimento do óxido maior que a seca (SZE; KWOK, 2006).

Para esta etapa de oxidação foi utilizado um forno, que possui, além da estrutura normal de um forno de oxidação seca, um sistema de aquecimento de água que permite manter um fluxo de vapor de água dentro do forno (ULRICH, 2014). A temperatura configurada para esta oxidação foi de 1150 °C, e a temperatura de aquecimento externo da água é de 96 °C. Com um tempo de oxidação planejado de 7 horas, esperava se obter uma espessura de aproximadamente 1,8 μm.



**Figura 17 - Lâmina com o óxido espesso que atua como** *cladding* **inferior dos guias de onda** Fonte: Autor.

Na Figura 17 é observada a estrutura em pedestal com o *cladding* inferior dos guias de onda pronta, faltando a deposição do material de guiamento ou núcleo. Pode-se observar que cada um dos guias elevados na parte alta do pedestal, fica de certo modo isolado dos outros, isso é mostrado em detalhe nas subseções 1.10.8 e 1.10.9.

## 1.10.8 Deposição do material do núcleo dos guias de onda

Finalmente foi feito o processo de deposição do núcleo do guia de onda, onde se tem variações de processo dependendo dos diferentes materiais ou condições requeridas. Os núcleos foram depositados com diferentes características, utilizando as técnicas apresentadas nas seções 1.7.1 e 1.7.2. As deposições e os parâmetros de processo são mencionados em detalhe na seção 1.12.



### **Figura 18 - Estrutura final de um guia de onda pedestal** Fonte: Autor.

Após a deposição do material de guiamento, pode-se observar uma das maiores vantagens dos guias de onda tipo pedestal, que é não ter que realizar processos de corrosão do material que compõe o núcleo. Podemos observar que graças à estrutura do óxido superior, o material de guiamento que está sobre o guia de onda fica isolado dos outros guias e das outras partes da amostra que contém este material, contribuindo ao confinamento lateral da luz.

## 1.10.9 Clivagem dos guias de onda (Abertura das entradas e saídas dos guias)

De forma acoplar luz nos guias, foi feito um processo manual que permite obter uma superfície com boa qualidade, que facilita inserir a luz para a caracterização dos guias. Para isso foi utilizado

um riscador com uma ponta de diamante, mas o sulco feito não é através do comprimento total da lâmina, o sulco é feito apenas com um comprimento não maior que 4 mm, perpendicular ao comprimento dos guias de onda. Este risco é suficiente para que, quando aplicada uma força externa, a lâmina sofra uma clivagem seguindo a orientação cristalográfica do silício.

Para aplicar a força de uma maneira apropriada são utilizadas peças de nylon. As peças possuem um desenho de tal forma que o usuário só aplica pressão nas bordas da lâmina, deixando um espaço no meio desta, que permite exercer pressão superficial nas regiões da amostra onde não se encontram as estruturas, contribuindo a conservação destas.

A sequência do processo de clivagem é apresentada na Figura 19, onde a amostra é fixada entre uma lâmina plana, para logo cobri-la com as duas peças de nylon, e posteriormente aplicar a pressão que permita a clivagem orientada, iniciada pelo risco e guiado pela orientação cristalográfica da lâmina.



**Figura 19 - Peças e processo manual de clivagem** Fonte: Adaptado de (MELO, 2017)

Para analisar a qualidade do processo de clivagem das lâminas utilizando o método observado na Figura 19, foram capturadas imagens com um microscópio óptico. Na Figura 20, é possível observar a borda da lâmina com as estruturas dos guias de onda abertas após clivagem. A superfície da borda apresenta uma boa regularidade e as estruturas nas entradas dos dispositivos foram preservadas.



**Figura 20 - Borda da lâmina após abertura dos guias de onda** Fonte: Autor

Também se pode observar que a tecnologia de fabricação utilizada para este trabalho, não permite obter resultados favoráveis para dimensões de larguras menores do que 3 µm. Os guias de onda não são bem definidos, tendo inclusive curvas abruptas em sua estrutura, como é visto na Figura 21.



Figura 21 - Imagem microscópica. Vista superior do comprimento de guias de onda OBS.: Larguras de 3  $\mu$ m (superior), 2 (centro) e 1  $\mu$ m (inferior). Fonte: Autor.

## 1.11 Medições parciais realizadas nas etapas de fabricação dos guias de onda

Seguindo as etapas apresentadas na seção 1.10 e conforme os passos desenvolvidos, são apresentadas as medições feitas em cada etapa e a técnica utilizada para essa finalidade.

## 1.11.1 Oxidação seca

A medição do óxido fino crescido foi a primeira caracterização feita no processo. Para a medição deste primeiro óxido foi utilizada a técnica de elipsometria descrita na seção 1.8.3. Os valores são apresentados na Tabela 7.

Rodada	Número total de lâminas	Espessura média obtida [nm]
1	1	131,54
2	3	134,32
3	5	130,21

Tabela 7 - Espessura do primeiro óxido crescido

Fonte: Autor.

### 1.11.2 Corrosão do silício

A etapa de corrosão do silício é importante porque nesta é definida a estrutura pedestal dos guias de onda. Foi utilizada a técnica de perfilometria descrita na seção 1.8.2 que permite medir a

profundidade de corrosão no silício feita pelo plasma. Nesta medida está também incluída a espessura do fotorresiste, pois ainda não foi removido.

Na Tabela 8 são apresentados os valores médios da profundidade corroída no silício pelo plasma, incluindo a altura da camada de fotorresiste e o valor final subtraindo a altura total da estrutura menos a camada de fotorresiste. É importante destacar que o processo de corrosão por plasma foi feito com um equipamento que só permite trabalhar com uma unidade cada vez. O valor apresentado na Tabela 8, é uma média do total das medidas feitas em todas as amostras.

Rodada	Altura média da camada de fotorresiste [µm]	Espessura total (incluindo a camada de fotorresiste) [μm]	Profundidade do silício corroído pelo plasma [μm]
1	**2	**2	3,9
2	1,82	5,52	3,7
3	2,08	5,68	3,6

Tabela 8 - Profundidade da corrosão do silício feita pelo plasma SF6

Fonte: Autor.

Na Figura 22 são apresentados os guias de onda antes e depois da corrosão do silício. Aqui se observa uma carbonização do fotorresiste devido à alta energia do plasma.



**Figura 22 - Micrografia óptica dos guias de onda, antes e depois da corrosão do silício** OBS.: As imagens correspondem à mesma amostra A) antes e B) depois da corrosão do silício via p

OBS.: As imagens correspondem à mesma amostra A) antes e B) depois da corrosão do silício via plasma SF<sub>6</sub> Fonte: Autor.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Na primeira rodada não foi feita uma medição da altura do fotorresiste, a medida da altura corroída pelo silício se realizou após da limpeza com acetona e álcool. Porém, a medição pode não ter a precisão esperada devido ao fato que podem ficar alguns resíduos de fotorresiste depois da limpeza que afetem o valor obtido (SIMONS et al., 2014).

#### 1.11.3 Oxidação úmida (cladding inferior dos guias de onda)

O segundo processo de oxidação, foi feito por oxidação úmida visando obter uma maior espessura sem ter que realizar um processo de vários dias. No entanto, o forno permanece ligado em média 7 a 8 horas. A temperatura interna do forno foi calibrada para operar a 1150 °C e a temperatura da água permaneceu em torno dos 96 °C. Com isso se pretendia obter uma espessura de óxido maior que 1,5 μm (SZE; KWOK, 2006).

Foi feita uma medição da espessura do óxido, mais uma vez com a técnica de elipsometria. Os valores de espessura do óxido que constitui o *cladding* inferior dos guias de onda são apresentados na Tabela 9.

Rodada	Número total de lâminas	Espessura média obtida [µm]
1	1	1,72
2	3	1,29 <sup>3</sup>
3	5	1,76

Tabela 9 - Espessura do óxido que constitui o cladding inferior dos guias de onda

Fonte: Autor.

Na Figura 23 são apresentadas as imagens MEV para os guias de onda sem deposição do núcleo. Nas Figura 23A e Figura 23C se pode observar a entrada dos guias de onda para os dispositivos fabricados nas rodadas 1 e 2 respectivamente. Realizando uma comparação entre estas duas figuras e a Figura 23D, a qual corresponde ao resultado parcial esperado para esta etapa, podese concluir que as estruturas apresentam um resultado satisfatório em seu processo de fabricação, pois tanto a elevação do pedestal, como a separação dos conjuntos dos guias de onda, e principalmente a estrutura de proteção que vai atuar como o suporte mecânico do núcleo dos guias de onda, estão conservados e bem estruturados. Além de isso, na Figura 23C, na parte superior da estrutura, pode-se evidenciar a baixa rugosidade que se apresenta sobre a superfície, o que permite uma melhor deposição do núcleo e consequentemente menores perdas por espalhamento (MELO; ALAYO; CARVALHO, 2017).

Na Figura 23B, é apresentada uma medição para a espessura do óxido que corresponde ao *cladding* inferior dos guias de onda, tendo em conta que esta figura é obtida de uma lâmina da

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Na segunda rodada houve um problema com o aquecimento de água na oxidação úmida, o que faz com que o vapor de água não seja introduzido no tubo de quartzo e com isso ocorre um processo de oxidação praticamente seca, diminuindo assim a taxa de crescimento. Porém, foram realizadas simulações do tamanho do campo modal para analisar se a espessura do *cladding* inferior é demasiado pequena para impedir o correto guiamento da luz através dos guias. Os resultados indicam que o valor de espessura é aceitável para continuar com a produção dos dispositivos.

rodada 1 de aproximadamente 1,66 µm, e realizando uma comparação com os dados apresentados na Tabela 9 onde para estas amostras a espessura média é de 1,72 µm, pode-se concluir que as medições iniciais feitas pela técnica de perfilometria estão corretas e também que a espessura final dos dispositivos está de acordo com as estimativas.



**Figura 23 - Imagens MEV dos guias de onda previa deposição do núcleo** OBS.: As imagens correspondem a entrada dos guias de onda sem deposição do núcleo da A) B) rodada 1, C) rodada 2, e D) ilustração da estrutura esperada para os dispositivos Fonte: Autor.

## 1.12 Deposições e caracterizações do núcleo dos guias de onda

Nesta seção são apresentados os processos usados para a deposição dos diferentes materiais utilizados como núcleo dos guias de onda. Em todos os casos as deposições dos filmes foram realizadas em lâminas de silício para medir a sua espessura através das técnicas de perfilometria ou elipsometria, e em vidro para realizar uma análise visual e a caracterização por absorção óptica medindo transmitância pela técnica de *UV-VIS*.

#### 1.12.1 Nitreto de Alumínio

Este processo de deposição foi realizado com a técnica de RF *Magnetron Sputtering*. O material foi depositado variando diferentes parâmetros visando encontrar as melhores características que permitam o guiamento da luz, como absorção óptica e índice de refração. Nesta seção serão

apresentadas as variações de parâmetros de processo feitas, além das caracterizações parciais realizadas nos filmes obtidos.

## 1.12.1.1 Alvo de Alumínio

Foi utilizado argônio como gás de *sputtering* e nitrogênio como gás reativo, e um alvo de alumínio com 99.999% de pureza de material e 3 polegadas de diâmetro. Na Tabela 10 são apresentadas as condições das deposições feitas com alvo de alumínio, a uma distância de 6 cm do substrato. Nesta tabela, é especificado se a amostra foi depositada sobre uma lâmina com guias de onda e também a espessura medida pela técnica de perfilometria.

Amostra	Fluxo Ar (sccm)	Fluxo N2 (sccm)	Pressão de processo (mTorr)	Potência (W)	Tempo de processo (min)	Guias de onda	Espessura (nm)	Taxa de deposição (nm/min)
AlN-1	70	30	5	190	25	Não		
AlN-2	70	30	5	150	60	Não		
AlN-3	70	30	20	60	98	Não	350	3,57
AlN-4	50	50	5	100	60	Não	545	9,08
AlN-5	70	30	20	60	240	Sim	802	3,34
AlN-6	70	30	20	61	414	Sim	1880	4,54
AlN-7	70	30	20	60	240	Sim	1080	4,5
AlN-8	70	30	20	61	240	Sim	1100	4,58

Tabela 10 - Deposições de AlN feitas com alvo de alumínio

Fonte: Autor.

A estrutura das amostras AlN-1 a AlN-4 foi analisada por meio de espectroscopia Raman. Na Figura 24, para o caso da amostra AlN-1, de acordo com as regras de seleção para geometria de retro-espalhamento (FILIPPIDIS et al., 1996), são obtidos os modos  $E_2$  em 237 cm<sup>-1</sup>, A<sub>1</sub> e  $E_1$  na faixa dos 750-900 cm<sup>-1</sup> correspondentes ao AlN.



Figura 24 - Espectroscopia Raman das amostras AIN-1 a AIN-4 Fonte: Autor.

Na Figura 25 é apresentado um gráfico que mostra a transmitância óptica dos materiais. As amostras AlN-1 e AlN-2 possuem uma estrutura cristalina como observado na espectroscopia Raman, devido á relação que existe entre a aparição dos picos no gráfico e a cristalinidade do material (ARMAS ALVARADO, 2017), mas os filmes apresentam baixas transmitâncias para serem usados nos núcleos dos guias de onda.



**Figura 25 - Transmitância óptica, AlN depositado com alvo de alumínio** Fonte: Autor

Por outro lado, comparando a amostra AlN-3 e AlN-4, as melhores condições visuais e de transmitância foram obtidas com a amostra AlN-3, que devido a seu comportamento na espectroscopia Raman, na qual só aparecem os valores do substrato de silício, aparentam ter uma estrutura molecular amorfa.

Os guias de onda foram fabricados repetindo os parâmetros usados para a amostra AlN-3, chamando esta deposição de amostra AlN-5. Na Figura 26 se confirma que o guia de onda permitia a inserção de luz, mas com perdas demasiado altas, dado que a luz desaparece aos poucos milímetros depois de ser inserido na borda do dispositivo, para considerar realizar medidas de atenuação ou cálculo de n<sub>2</sub>.



**Figura 26 - Guiamento óptico em infravermelho no guia de onda produzido com a amostra AlN-5** Fonte: Autor

Visando melhorar as propriedades de guiamento óptico para a amostra AlN-5, foi realizado um tratamento térmico. As lâminas permanecerem em um ambiente gasoso de N<sub>2</sub>, a 550 °C durante

4 horas, temperatura que, teoricamente, pode mudar a cristalinidade do material sem afetar a sua composição (BERGER, 1997).

Na Figura 27 é apresentada uma imagem dos guias de onda obtida com um microscópio óptico, após recozimento térmico. É observado um padrão de rompimento da estrutura uniforme, pelo qual pode ser afirmado que devido ao estresse durante o tratamento térmico, o material acabou sendo quebrado, ocasionando que o filme diminuíra sua transmitância óptica e os dispositivos apresentaram perdas maiores.



**Figura 27 – Micrografia da superfície com os guias de onda de AlN após recozimento a 550 °C** Fonte: Autor

As amostras AlN-6, AlN-7 e AlN-8 foram depositadas sobre vidro, silício e os guias de onda, repetindo os parâmetros de deposição da amostra AlN-5, mas não foi possível reproduzir a transparência obtida no primeiro processo. Cabe ressaltar neste momento que o torus de RF foi trocado devido ao desgaste que apresentava o equipamento. Esse pode ser um dos motivos pelos que não se conseguiu reproduzir o resultado obtido na amostra AlN-3 (WOELK, 2000). Além das propriedades visuais e de transmitância, a taxa de deposição também apresentou um aumento considerável depois da manutenção do equipamento, como se confirma na Tabela 10.

## 1.12.1.2 Inspeção por MEV da estrutura dos guias de onda de AlN

As imagens dos guias de onda com núcleo de AlN foram obtidas a partir da amostra AlN-5. A Figura 28 permite observar uma deformidade nos limites laterais que definem as larguras dos guias de onda. O motivo deste defeito pode ser a manipulação da amostra previamente à deposição do núcleo. Para confirmar o dano que sofreu a estrutura, foram obtidas imagens de MEV de uma amostra sem núcleo.

A Figura 29 permite confirmar que a manipulação previa à deposição do núcleo, danificou a estrutura do óxido fino que faz de suporte mecânico para o material de guiamento. É

recomendável por esse motivo, não realizar limpeza com ultrassom nesta etapa do processo, pois devido à alta vibração, e a pouca espessura do óxido, este acaba sendo quebrado.



# **Figura 28 - Micrografia MEV, vista da entrada dos guias de onda com núcleo de AlN** A) vista superior frontal de entrada de guia de onda com largura de 2 μm. B) vista superior diagonal de um conjunto de guias de onda de diferente largura. Fonte: Autor.



**Figura 29 - Vista frontal superior de guia de onda, previa deposição do núcleo de AlN** Fonte: Autor

# 1.12.1.3 Alvo de nitreto de alumínio

Foram realizadas deposições de AlN utilizando um alvo de material puro, usando o argônio como gás de *sputtering*. Estas deposições foram feitas com um alvo de AlN de 3 polegadas de diâmetro e uma pureza de 99,8%, a uma distância de 6 cm do substrato. Foi usada uma pequena quantidade de nitrogênio para melhorar a estrutura na composição do material depositado (VASHAEI et al., 2009).

Fluxo Fluxo Pressão de Tempo de Deposição Potência Amostra  $N_2$ sobre guias Ar processo processo **(W)** (sccm) (sccm) (mTorr) (min) de onda 70 AlNx1 90 10 5 90 Não AlNx2 50 90 10 90 Não 5 AlNx3 90 10 5 100 90 Não

#### Tabela 11 - Deposições de AlN feitas com alvo de nitreto de alumínio
Fonte: Autor

Na Tabela 11 são apresentados os parâmetros usados nas deposições. Para este caso foram realizados testes variando a potência de RF na tentativa de variar a cristalinidade e a transparência dos materiais.

Na Figura 30, a qual apresenta as medidas de transmitância, pode ser visto que nenhuma amostra permite obter valores superiores a 80%, o que indicava que não era recomendável proceder com a fabricação de guias de onda utilizando o alvo de AlN. Por este mesmo motivo, não foi medida a espessura depositada, nem a taxa de deposição destes filmes.



**Figura 30 - Transmitância óptica das amostras de AlN depositadas com alvo de AlN** Fonte: Autor

#### 1.12.2 Oxinitreto de Titânio

As deposições de  $TiO_xN_y$  foram feitas pela técnica de RF *Magnetron Sputtering* reativo, utilizando um alvo de titânio (Ti) com 99,995% de pureza de 3 polegadas de diâmetro. Utilizouse argônio como gás de *sputtering*, além de nitrogênio e oxigênio como gases reativos. Estas deposições foram feitas com uma distância de 6 cm entre o alvo e o substrato. Na Tabela 12 são detalhadas as condições de processo de fluxo de gases para as amostras de TiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>, especificando se a deposição foi feita sobre guias de onda, além das medidas de espessura obtidas por perfilometria.

Amostra	Fluxo Ar (sccm)	Fluxo N2 (sccm)	Fluxo O2 (sccm)	Pressão de proc. (mTorr)	Potência (W)	Tempo de proc. (min)	Guias de onda	Espessura (nm)	Taxa de deposição (nm/min)
TiON-1	60	20	20	1	150	16	Não	38	2,375
TiON-2	80	20	20	5	100	105	Não	142,2	1,354
TiON-3	80	20	20	5	100	360	Sim	392,93	1,09
TiON-4	60	40	40	1	100	120	Não	194,9	1,62
TiON-5	60	40	40	1	99	568	Sim	805,4	1,42

Tabela 12 - Deposições de oxinitreto de titânio

Fonte: Autor

A amostra TiON-1 foi fabricada utilizando parâmetros recomendados (ALBERTIN; PEREYRA, 2010) para obter filmes com índices de refração elevado e apresentados na Tabela 13. Neste caso, foram feitos testes onde foi mantida uma porcentagem constante de 60% de Ar do fluxo total de todos os gases usados na mistura gasosa, e se alteram os valores de N<sub>2</sub> e O<sub>2</sub> preestabelecendo que N<sub>2</sub>+O<sub>2</sub>=40%. Foram realizadas medidas da sua taxa de deposição, índice de refração (n) e *Band gap* óptico. Baseados nestes dados, foi escolhida a deposição com 20 sccm de N<sub>2</sub> devido às propriedades ópticas e à taxa de deposição (JELLISON; MODINE, 1996).

Fluxo N2 (sccm)	Taxa de deposição (nm/min)	Índice de refração n	<i>Band gap</i> óptico E <sub>g</sub> (eV)
40	3,7	1,359	
35			1,54
30	2,93	2,317	3,23
25	1,61	2,446	3,07
20	1,7	2,558	3,05
15	1,39	2,555	3,09
10	1,02	2,635	3,04
5	1,03	2,614	3,12
0	0,96	2,863	3,10

Tabela 13 - Parâmetros e propriedades para a escolha das condições de deposição do TiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>

Fonte: (ALBERTIN; PEREYRA, 2010)

Para a amostra TiON-1, o equipamento aquece rapidamente. Por isso não é possível realizar deposições acima de 100 W. Ao diminuir a potência, a taxa de deposição diminui. Com isso se aumentou o fluxo de argônio visando compensar esse parâmetro.

A pressão de processo é aumentada de 1 para 5 mTorr, tendo em conta que a quantidade de gás introduzida dentro da câmara já ultrapassa os 100 sccm. Os valores de fluxo do  $N_2 e O_2$  foram mantidos, e alterado o de Ar, dado que se esperava não ter muitas alterações na composição e característica do material desejado inicialmente (HEŘMAN et al., 2006) (MARTIN et al., 2007).

A estrutura do material foi analisada por espectroscopia Raman. As amostras TiON-1 e TiON-2 foram submetidas a um tratamento térmico em ambiente de N<sub>2</sub>, a 550 °C por um intervalo de 4 horas. Na Figura 31 se observam as curvas de espectroscopia Raman após recozimento. É possível notar um pico em 396 cm<sup>-1</sup> que corresponde à fase anatase e dois picos em 445 e 613 cm<sup>-1</sup>, que correspondem à fase rutile do TiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> (DEMETER et al., 2017) (SUBRAMANIAN et al., 2011).



Figura 31 - Espectroscopia Raman das amostras TiON-1 e TiON-2 de TiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>, depositadas sobre vidro após recozimento a 550 °C Fonte: Autor

Na Figura 32, é apresentada a transmitância óptica das deposições de TiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>. Desconsiderando as ondulações devido à baixa espessura (HIND; CHOMETTE, 2003), os valores de transmitância não atingem porcentagens superiores ao 90% (ASLAN et al., 2010). Este não é um resultado ótimo, dado que para ter um desempenho que permita guiar luz, se requerem valores superiores a esta quantidade.



Figura 32 - Transmitância óptica das amostras de TiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> Fonte: Autor.

Procedeu-se a realizar uma deposição sobre guias de onda utilizando os parâmetros da amostra TiON-2, aumentando o tempo de processo, chamando essa deposição de TiON-3. Não se conseguiu um acoplamento de luz dentro do dispositivo para esta amostra. Depois de verificar que a amostra TiON-4 apresentou valores de transmitância próximos a 90%, procedeu-se a realizar a deposição sobre guias de onda (amostra TiON-5). Porém, o resultado para a amostra TiON-5, visto na Figura 32, indica baixa transmitância óptica. Ao testar o guiamento dos guias de onda TiON-5, não foi possível conseguir acoplamento da luz nos dispositivos.

O oxinitreto de titânio depositado nas condições mencionadas não conseguiu alcançar valores de transmitância acima de 90%, nem foi possível realizar um acoplamento óptico nos respectivos guias. Por esse motivo, foram realizados testes variando o processo para a deposição de filmes de óxido de titânio (TiO<sub>2</sub>), na procura de obter um resultado favorável com um material composto de titânio.

## 1.12.2.1 Inspeção por MEV da estrutura dos guias de onda de TiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>

As imagens para os guias de onda com núcleo de  $TiO_xN_y$  foram obtidas a partir da amostra TiON-3. Esta amostra foi fabricada levando em consideração não realizar limpeza por ultrassom na etapa entre o crescimento do *cladding* e a deposição do núcleo.



**Figura 33 - Micrografia MEV, vista da entrada dos guias de onda com núcleo de TiO**<sub>x</sub>N<sub>y</sub> A) Vista superior frontal de entrada de guia de onda com largura de 2 μm. B) vista superior diagonal de um guia de onda. Fonte: Autor.

Em geral, pode-se observar que a superfície do filme  $TiO_xN_y$  é totalmente uniforme sobre o pedestal. Também é importante notar as ondulações periódicas vistas na Figura 33B, provavelmente causadas pelo estresse mecânico dos filmes de  $TiO_xN_y$  depositados pela técnica *RF Magnetron Sputtering* reativo.

Comparando os resultados da Figura 33 com os apresentados na Figura 18, confirma-se que o processo de fabricação foi realizado corretamente, obtendo uma estrutura similar à desejada. Assim, mesmo sem obter bons resultados em termos do guiamento óptico, conseguiu-se uma melhora significativa na estrutura dos dispositivos. Por esta razão, nesta parte do trabalho, era possível afirmar que de se conseguir um material com as características ópticas apropriadas de transparência e índice de refração, existia uma alta probabilidade de que os guias de onda chegassem a funcionar corretamente.

O filme de óxido de titânio foi testado visando encontrar um material com melhores características como transparência e índice de refração. Foram realizados testes iniciais com *RF Sputtering*, porém os resultados em quanto à transmitância óptica foram menores do esperado, sem atingir valores superiores a 70%. Assim, optou-se porque este filme fosse depositado por *DC Sputtering*. O equipamento utilizado apresenta alto aquecimento, pelo que as deposições não podem superar os 15 minutos de processo (ALBERTIN; VALLE; PEREYRA, 2007). Por este motivo, a deposição total foi realizada em uma sequência com intervalos entre deposições, sem retirar o substrato da câmara e fazendo uma pausa para baixar a temperatura do equipamento. Segundo as experiências previas, a taxa de deposição aproximada para este material era de 2,92 nm/min.

A quantidade de etapas não podia ser excessiva, para que se pudessem manter propriedades como uniformidade e homogeneidade. Por experiencias previas, considerou-se que uma espessura de núcleo de 400 nm é suficiente para permitir o guiamento óptico. Assim, tendo uma estimativa de a taxa de deposição, a quantidade de deposições se fixa em 14.

Foi utilizado um alvo de titânio com uma pureza de 99,9%, argônio como gás de *sputtering*, com introdução do oxigênio como gás reativo.

O alto vácuo para garantir a limpeza da câmara antes de iniciar o processo chegou aos  $8 \cdot 10^{-7}$ Torr, com um aquecimento de 100 °C. A Tabela 14 indica o valor da pressão medido na hora de introduzir os gases do processo.

Etapa do processo	Pressão na câmara (mTorr)		
Pré-inserção de gases	0,0035		
Após introdução de O2	0,4		
Após introdução de Ar	1		

Tabela 14 - Variação na pressão na câmara de processo com a inserção dos gases

Fonte: Autor.

Na Tabela 15, são apresentadas as condições de deposição para a amostra TiO-1.

Foi realizada a medida de espessura e índice de refração utilizando elipsometria. A Tabela 16 apresenta o valor de índice de refração, sendo superior ao índice do SiO<sub>2</sub>. A taxa de deposição, e por tanto, a espessura estão um pouco abaixo do esperado.

Número de Amostra	Pré- sputtering (min)	Tensão de bombardeamento (kV)	Tempo de deposição (min)	Temperatura inicial (°C)	Temperatura final (°C)
	1	1,65	10	60	100
	0,5	1,65	10	61	100
	0,5	1,65	10	61	100
	0,5	1,65	10	54	85
	0,5	1,65	10	51	78
	0,5	1,65	10	57	92
T:O 1	0,5	1,64	10	61	100
110-1	0,5	1,65	10	60	100
	0,5	1,65	10	60	100
	0,5	1,68	10	56	92
	0,5	1,69	10	56	94
	0,5	1,68	10	58	96
	0,5	1,68	10	60	100
	0,5	1,70	10	59	100

Tabela 15 - Condições de processo de deposição da Amostra TiO-1 (material: TiO<sub>2</sub>)

Fonte: Autor.

Tabela 16 - Índice de refração e taxa de deposição para a Amostra TiO-1 (teste) de TiO2

Número de Amostra	Índice de refração do TiO2	Espessura (nm)	Tempo de deposição (min)	Taxa de deposição (nm/min)
TiO-1 2,31		325,4	140	2,32



**Figura 34 - Espectroscopia Raman da Amostra TiO-1** Fonte: Autor.

Na curva da Figura 34, obtida por espectroscopia Raman, após tratamento térmico a 700 °C, são observados picos característicos do TiO<sub>2</sub>, que correspondem às fases rutile (em vermelho) (MAZZA et al., 2007) e anatase (em preto) (BALACHANDRAN; EROR, 1982).



Figura 35 - Transmitância óptica para a amostra de TiO<sub>2</sub>: TiO-1 Fonte: Autor.

Com a medida de transmitância apresentada na Figura 35 pode ser possível afirmar que a transparência média não atingiu valores acima de 90% que garantissem as condições para que o material permita o guiamento óptico. Levando em consideração além, que a espessura é baixa e a transmitância poderia diminuir ao se aumentar a espessura (ASLAN et al., 2010).

Os testes de guiamento para a amostra TiO-1 não mostraram resultados favoráveis, mesmo realizando tratamentos térmicos a diferentes temperaturas sobre as amostras, ou depositando *cladding* superior. Podem ser fatores relevantes a baixa espessura que não contribui com o bom acoplamento da luz dentro do guia e a característica de absorção óptica do material.

#### 1.12.4 Oxinitreto de Silício

O oxinitreto de silício SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> foi depositado por *PECVD*. Utilizou-se um alto vácuo de  $3, 6 \cdot 10^{-5}$ Torr. A densidade potência de RF aplicada foi de 0,5 W/cm<sup>2</sup>. Foram inseridos dentro da câmara os gases: óxido nitroso (N<sub>2</sub>O), nitrogênio (N<sub>2</sub>) e silano (SiH<sub>4</sub>) (ALAYO et al., 2002) (GERMANN et al., 2000), os três com pureza de grau eletrônico de 99,999%.

De acordo com trabalhos anteriores, as condições de deposição que demostram ser favoráveis para esta finalidade, como transmitância óptica superior a 95%, baixas perdas ópticas e índice de refração superior a 2,1, são com que a soma do fluxo de  $N_2+N_2O$  seja 75 sccm, especialmente quando o  $N_2$  se encontra na faixa de 45-60 sccm (ALAYO et al., 2005). Uma proporção adequada para o fluxo de  $N_2$  é 47,8 sccm. E finalmente o fluxo de SiH<sub>4</sub> foi configurado em 30 sccm para um total de 105 sccm de fluxo de gás. A temperatura de processo foi estabelecida em 320 °C (PEREYRA; ALAYO, 1997).

Na Tabela 17, são apresentadas as pressões parciais quando os gases inseridos na câmara de processo, considerando a pressão do SiH<sub>4</sub>, como a pressão total de deposição do material.



**Figura 36 - FTIR da amostra de SiO**<sub>x</sub>N<sub>y</sub> depositada sobre silício Fonte: Autor.

Tabela 17 - Pressões	parciais com o :	fluxo dos gases no	processo de de	posição do SiO <sub>x</sub> N <sub>y</sub>
		0		

Gás	Fluxo configurado (sccm)	Fluxo real (sccm)	Pressão (mTorr)
N <sub>2</sub> O	27,2	27,3	16
$N_2$	47,8	48,1	30
SiH4	30	29,95	33

Fonte: Autor.

Para verificar a ligação química e a estrutura molecular do material depositado, foi utilizada a técnica *FTIR*. Na Figura 36 se observa um pico de alta absorção na faixa entre 600-1350 cm<sup>-1</sup>, característica do SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> (SZEKERES et al., 2006). Além disso, altas variações em 840 e 1060 cm<sup>-1</sup> são confirmadas para composições de filmes próximos a Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> e SiO<sub>2</sub>, respectivamente, indicando um material SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> homogêneo (DEL PRADO et al., 2002). O espectro obtido se aproxima mais à estrutura do SiO<sub>2</sub> que à do Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Aqui pode ser evidenciado que a concentração de oxigênio e nitrogênio da forma da forma O/N é aproximadamente de 9 (ALAYO et al., 2002).

A espessura medida por perfilometria para este filme foi de 1300 nm, o que equivale a uma taxa de deposição de 14,4 nm/min, que é consideravelmente maior em comparação com os outros materiais usados neste trabalho. Isto permite obter filmes de espessuras maiores sem ter que realizar processos prolongados.

Na Figura 37, onde se apresenta o resultado da análise de transmitância feito sobre a amostra SiON-1, observa-se um resultado favorável em quanto à transparência do material, atingindo transmitâncias maiores ao 99% o que indica um desempenho excelente na absorção óptica.



Figura 37 - Transmitância óptica da amostra de SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> (Amostra SiON-1) Fonte: Autor

Na Figura 38 se observa a caracterização de guiamento óptico. A imagem foi capturada na saída dos guias de onda, onde se evidencia que a luz conseguia ser transmitida ao longo do comprimento de 3 cm do dispositivo. Na Figura 39 também se pode observar o guiamento através do comprimento total do guia de onda.

Foi obtido um valor do índice de refração de 1,53 para este material pela técnica de elipsometria, um valor que está de acordo com o espectro de *FTIR*, correspondendo a um material que está mais próximo do óxido de silício do que o nitreto de silício. Este valor é maior do que o índice de refração do *cladding* (SiO<sub>2</sub>) pelo que se garante a condição de RIT.



Figura 38 - Guiamento óptico. Imagem da saída dos guias de onda na amostra SiON-1

OBS.: Imagem da saída dos guias de onda, comprovando o guiamento óptico durante o comprimento inteiro no dispositivo. A) imagem com luz de microscópio, B) sem luz de microscópio e C) imagem transposta com, e sem luz.

Fonte: Autor



Figura 39 - Guiamento óptico através do comprimento total em guias de onda com núcleo de SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> Fonte: Autor

#### 1.12.4.1 Inspeção por MEV da estrutura dos guias de onda de SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>

A Figura 40 apresenta um guia de onda de 7 µm de largura. Aqui é possível diferenciar claramente as camadas do dispositivo, permitindo realizar medidas das dimensões, as quais estão de concordância com os dados obtidos através das técnicas de perfilometria e elipsometria durante os diferentes processos de fabricação. Tomando os devidos cuidados mencionados para a fabricação e a manipulação entre etapas, é notável que os pedestais conservam uma estrutura completa. Isto permite a obtenção de dispositivos de alta qualidade e bem definidos.



Figura 40 - Micrografia MEV. Guia de onda de 7 µm de largura, com núcleo de SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>

OBS. Na imagem pode-se perceber a diferença das diferentes camadas que fazem parte do processo de fabricação dos dispositivos. Fonte: Autor.

A seta vermelha na Figura 40 indica uma característica importante da estrutura: uma região onde a espessura do material de guiamento depositado diminui consideravelmente. Assim, se garante que o núcleo do guia de onda, encontra-se isolado de outras partes que contenham o mesmo material. Isso permite diminuir as perdas, pois a luz vai estar concentrada nos extremos da largura do núcleo, impossibilitando que o modo se disperse lateralmente.

Levando em consideração a espessura de núcleo depositada, se observa que o núcleo para estas dimensões, começa a ter uma forma arredondada nas suas bordas, diferente do perfil plano que apresentam núcleos com menor espessura. Isto pode ser interessante, com a finalidade de melhorar o acoplamento do modo do guia de onda com o modo do feixe de luz incidente.

A Figura 41 permite confirmar novamente a limitação que se tem com a tecnologia de fabricação utilizada neste trabalho. Aqui é observado como os guias de onda com larguras de 1 a 3 µm não permanecem retos, tendo ondulações e cortes que impossibilitam o confinamento de luz nestes dispositivos. Além disso, são obtidas imagens individuais para ver que mesmo permanecendo reto em seu comprimento, o guia de onda de 4 µm de largura não conserva a estrutura desejada, e permanece um desnível na superfície da amostra. Já no caso do guia com 5 µm de largura, o guia, ao longo de todo seu comprimento é reto, por sua vez, a estrutura permanece bem definida, pelo qual pode se afirmar que esta seria a menor largura possível de fabricação que garante boas condições, e por tanto o menor guia de onda que permite confinar e guiar luz de uma forma correta.

Finalmente na Figura 42 é apresentada a imagem de um conjunto de guias de onda com largura desde 18 até 50 µm, com a finalidade de observar estrutura observando uma área de imagem maior. Como é mostrado na figura, a estrutura permanece quase inalterada na maioria dos guias de onda, o que indica um processo de fabricação satisfatório.



Figura 41 - MEV Guias de onda SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>. Limitação da tecnologia de fabricação (dimensões mínimas) As imagens correspondem aos guias de onda fabricados com a menor largura. Aqui podem ser detalhados como conjunto os A) guias de onda com larguras de 1  $\mu$ m a 6  $\mu$ m, e individualmente os guias de onda com larguras de B) 4  $\mu$ m e C) 5  $\mu$ m. Fonte: Autor.



Figura 42 - Micrografia MEV. Conjunto de guias de onda com núcleo de SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>, larguras desde 18 μm, até 50 μm Fonte: Autor.

## 1.12.4.2 Medidas de perdas dos guias de onda com núcleo de SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>

As medidas de perdas foram feitas empregando a técnica da vista superior descrita na seção 1.9.2. Foi feita uma análise desde a largura mínima com a qual pode ser aplicado este método, devido às limitações da luz espalhada que pode ser captada pelo equipamento disponível (16  $\mu$ m), até a largura máxima fabricada (100  $\mu$ m). Para o caso dos guias de onda fabricados com núcleo de SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>, a largura mínima com a qual se obteve um guiamento de começo ao fim foi de 6  $\mu$ m.



**Figura 43 - Vista superior do guia de onda com núcleo de SiO**<sub>x</sub>N<sub>y</sub>, **de 90 μm, transmitindo luz** OBS.: A linha visualizada de cor vermelho corresponde à luz espalhada com a qual é possível realizar as medidas do coeficiente de atenuação. Fonte: Autor.

Usando como exemplo o caso do guia de onda de 90 µm de largura. Baseado na imagem obtida na Figura 43, na qual, a luz é inserida pela direita da imagem, tendo a referência 0 à esquerda, a Figura 44 apresenta o gráfico da intensidade luminosa da luz espalhada, em função da distância em centímetros para este guia. Utilizando a equação mencionada na seção 1.9.2, são apresentados os cálculos para obter a constante de atenuação para o guia de onda de SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>. O resultado é apresentado na equação (102) e os valores para os guias de onda com diferentes larguras estão descritos na Tabela 18.



Figura 44 - Intensidade de luz espalhada vs. distância em centímetros. Guia de onda de SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> de 90  $\mu$ m Fonte: Autor.

$$\alpha_{SiO_xN_y90\mu m} = \frac{10\log\left(\frac{I_2}{I_1}\right)}{X_2 - X_1} = \frac{10\log\left(\frac{94,04}{58,49}\right)}{1,23\ cm - 0\ cm} = 1.6\ dB/cm \tag{102}$$

Tabela 18 - Índice de atenuação para os guias de onda de SiOxNy desde 16 µm até 100 µm

Largura do guia	100	90	80	70	60	50	40	30	20	18	16
de onda (µm)	100	10	00	,,,	00	50	10	50	20	10	10
α (dB/cm)	1,8	1,6	1,45	1,22	1,49	2,05	2,31	2,69	3,69	3,46	3,62

Fonte: Autor.

Como pode ser observado na Tabela 18 o guia com largura de 70 µm, possui a menor constante de atenuação, mas em geral, se observa um comportamento, no qual, quanto menor a largura, maiores as perdas. Estes valores são aceitáveis para a finalidade deste trabalho, a qual é medir o índice não-linear do material. Além disso, pode ser possível a fabricação de dispositivos ópticos com funcionalidades mais complexas, reparando que, pelo menos com a tecnologia com a qual foram fabricados estes dispositivos, para larguras menores de 50 µm, as perdas são superiores a 2 dB/cm usando este material como núcleo.

## 1.12.4.3 Obtenção do índice de refração não-linear $(n_2)$ do SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>

No caso do material SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>, o alargamento espectral do pulso de luz foi medido em guias de onda com 5 larguras diferentes: 90  $\mu$ m, 70  $\mu$ m, 50  $\mu$ m, 30  $\mu$ m, 20  $\mu$ m e a largura menor para a qual foi possível medir o coeficiente de perdas, 16  $\mu$ m. É utilizado como exemplo, a sequência usada para o cálculo de n<sub>2</sub> feito para o guia de onda de 20  $\mu$ m.



Figura 45 - Estrutura pedestal modelada no analisador modal baseado no *FEM* para um guia de onda de SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> de 20 μm Fonte: Autor.

Na Figura 45 é mostrada a estrutura modelada no COMSOL, analisador modal baseado no *FEM*, onde foram incluídas as dimensões do dispositivo e as características dos materiais. Realizando uma análise modal, é obtido o gráfico apresentado na Figura 46. Aqui, obteve-se o resultado com o índice efetivo mais próximo do índice de refração do material de guiamento, que corresponde ao modo fundamental. É válido usar esta estimativa, porque o laser usado para as medidas se encontra polarizado para seu modo TE.

Mediante simulação, foi obtido o valor da Área efetiva (*Aeff*), definida na equação (84). Também foi criado um perfil transversal gaussiano ideal, do tamanho do diâmetro medido para o feixe acoplado, com a finalidade de calcular a integral de sobreposição (*OvInt*), indicando o casamento do modo do feixe gaussiano com o modo do guia de onda projetado no simulador. Finalmente foi extraído o valor da porcentagem de potência que se encontra confinado dentro do núcleo com respeito à potência total no guia de onda (*Fração*). Obtendo assim, os seguintes resultados, no caso do guia de onda de 20 µm.



Figura 46 - Valor absoluto do campo elétrico obtido através da análise modal para um guia de SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> de 20 μm Fonte: Autor.

$$A_{eff} = 1,54 \cdot 10^{-11} \, m^2 \tag{103}$$

$$OvInt = 0,12$$
 (104)

$$Fração = 0,95 \tag{105}$$

O uso do modo fundamental para o cálculo do  $n_2$  é valido neste casso porque os valores obtidos mediante este análise são praticamente iguais, sem importar qual modo de excitação do dispositivo seja usado na obtenção dos dados. Esta afirmação é necessária devido a que os guias de onda fabricados são considerados multimodo.

Após obter estes valores, o índice não-linear do material, é calculado utilizando o método mencionado na seção 1.9.3.

Usando a lâmina de <sup>1</sup>/<sub>2</sub> onda foi variada a potência de entrada dentro do guia de onda. Também foram calculados os valores para o diâmetro do feixe focalizado, dando como resultado um valor em torno a 6 µm de diâmetro e as perdas sofridas ao focalizar utilizando a objetiva de 10x, transmitindo aproximadamente 82,38% da potência através da lente. Os espectros medidos, variando a potência média para o guia de 20 µm, são apresentados na Figura 47.

O valor medido para a largura espectral do feixe de luz antes do guia de onda, ou seja, sem efeitos de alargamento espectral, foi de 26 nm. Assim, pode-se calcular o valor de  $n_2$ , isolando-o da equação (100), onde todos os termos são conhecidos.

$$n_2 = \frac{\omega_{max} \cdot c \cdot A_{eff}}{\Delta \omega_0 \cdot 0.86 \cdot L_{eff} \cdot P_0 \cdot \omega_o}$$
(106)



Figura 47 - Espectros medidos na saída do guia de onda de SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> de 20 μm, para diferentes potências. Fonte: Autor.

Ao plotar uma curva do comportamento da largura espectral do feixe de saída, em função da potência aplicada, este deveria ter um crescimento linear, como é mostrado na equação (96) e

(106) (TAI et al., 2004), sendo que para os casos nos quais não seja observado este comportamento, a potência estaria ultrapassando os valores nos quais o pulso pode ser alargado espectralmente e por tanto a medida obtida não pode ser considerada confiável (LEVY, 2011). Por este motivo foi obtido o gráfico da Figura 48, na qual foi traçada uma reta desde o valor espectral inicial de 26 nm, passando pelo primeiro ponto medido na saída. Aqui se pode concluir que os valores obtidos de n<sub>2</sub> são confiáveis para o caso das duas primeiras potências aplicadas, e por tanto os cálculos serão feitos em base a estes dados.



Figura 48 - Largura espectral vs. Potência média. Guia de onda de SiOxNy de 20  $\mu m$  Fonte: Autor.

Usando os dois primeiros valores de potência aplicada são calculados os valores de n<sub>2</sub> em todos os guias de onda, obtendo os resultados vistos na Tabela 19. Com a média destes resultados, o n<sub>2</sub> calculado para o SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> é  $4,02 \cdot 10^{-20} m^2/W$ , que é considerado um valor dentro da faixa esperada, sendo que o SiO<sub>2</sub> possui um n<sub>2</sub> ao redor de  $2,1 \cdot 10^{-20} m^2/W$  (ZHANG et al., 2014) e o Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> de aproximadamente  $2,4 \cdot 10^{-19} m^2/W$  (IKEDA et al., 2008). Assim de novo se pode comprovar que o material depositado e utilizado neste trabalho, está mais próximo do SiO<sub>2</sub> que do Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.

Tabela 19 - Valores de n2 obtidos para o SiOxNy

Largura do guia de onda (µm)	90	70	50	30	20	16
$n_2 (m^2/W) \cdot 10^{-20}$	4,85	3,75	4,22	3,93	3,76	3,60

Fonte: Autor

## 1.12.5 Pentóxido de tântalo

O pentóxido de tântalo foi depositado pela técnica de *DC sputtering* reativo. Foi utilizado um alvo de tântalo com uma pureza de 99,9%, argônio como gás de *sputtering*, e oxigênio como gás reativo. A distância entre o alvo e os substratos foi em torno de 15 cm. Por problemas de aquecimento, o processo total foi feito em sequências que não superassem certa quantidade de minutos por rodada.

O processo começava com um preaquecimento, o qual garante uma melhor condição de limpeza somado ao alto vácuo chegando a uma temperatura de 110 °C e uma pressão de alto vácuo de  $7,5 \cdot 10^{-7}$  Torr.

A primeira deposição de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foi feita visando a obtenção da taxa de deposição e o índice de refração do material mediante elipsometria, pelo qual este processo se reduz a uma deposição de 10 minutos, unicamente sobre um substrato de silício.

Na Tabela 20 são apresentadas as pressões parciais na câmara antes e depois da inserção dos gases de processo. Com isso se pode calcular a porcentagem de  $O_2$  na mistura gasosa de  $O_2/Ar$ , equivalente a 27,7%.

Etapa do processo	Pressão na câmara (mTorr)		
Pré-inserção de gases	0,00225		
Após introdução de O2	0,375		
Após introdução de Ar	1,35		

Tabela 20 - Variação na pressão na câmara de processo com a inserção dos gases

Fonte: Autor.

Na Tabela 21 são apresentadas as condições de deposição da primeira amostra.

Tabela 21 - Condições de processo de deposição da Amostra TaO-1, (teste de Ta2O5)

Amostra	Pré-	Tensão de	Tempo de
	<i>sputtering</i>	bombardeamento	deposição
	(min)	(kV)	(min)
TaO-1	1	1,77	10

Fonte: Autor.

A espessura, o índice de refração do material e a taxa de deposição são detalhados na Tabela 22. Para o caso do índice de refração, o valor medido está de acordo com os trabalhos estudados (AHLUWALIA et al., 2009) (HODGKINSON; WU; HAZEL, 1998), incluindo a obtenção do material pela mesma técnica utilizada neste trabalho (DEMIRYONT; SITES; GEIB, 1985).

Tabela 22 - Índice de refração e taxa de deposição para a Amostra TaO-1 (teste) de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

Nı A	úmero de Amostra	Índice de refração do Ta2O5	Espessura (nm)	Tempo de deposição (min)	Taxa de deposição (nm/min)	
	TaO-1	2,073	88,8	10	8,88	

Fonte: Autor.

Uma espessura considerável para garantir o guiamento óptico utilizando este material, pode estar acima dos 250 nm (AHLUWALIA et al., 2009). Decidiu-se obter uma espessura de 400 nm

aproximadamente. Assim, são realizadas 5 sequencias de deposição de 10 minutos. Na Tabela 23 são apresentadas as condições de deposição para a amostra TaO-2.

Número de Amostra	Pré- <i>sputtering</i> (min)	Tensão de bombardeamento (kV)	Tempo de deposição (min)	Temperatura inicial (°C)	Temperatura final (°C)
TaO-2	1	1,77	10	55	99
	0,5	1,77	10	49	92
	0,5	1,77	10	51	92
	0,5	1,77	10	55	92
	0,5	1,77	10	59	92

Tabela 23 - Condições de processo de deposição da Amostra TaO-2 (material: Ta2O5)

Fonte: Autor.

Para comprovar a estrutura do filme, foi estudada a vibração molecular do material a través de espectroscopia Raman. Depois de não obter resultados conclusivos na análise dos filmes depositados sobre vidro e silício, foi necessário passa-los por um tratamento térmico a 700 °C durante 4 horas para melhorar a obtenção do gráfico e conseguir diferenciar claramente os picos característicos do material (JOSEPH; BOURSON; FONTANA, 2012).

A Figura 49 apresenta o gráfico obtido a partir da análise de espectroscopia Raman da amostra TaO-2 depositada sobre uma lâmina de vidro. Neste gráfico podem ser observados 3 picos característicos do pentóxido de tântalo presentes em 252, 625 e 704 cm<sup>-1,</sup> que segue um comportamento similar ao análise feito sobre uma amostra de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> puro (ZHU et al., 2005). Além disso, há um pico de alta intensidade abaixo dos 100 cm<sup>-1</sup>. Acredita-se que estes modos de baixa energia se originam das interações entre os diferentes poliedros Ta e os clusters  $TaO_n^{5-2n}$  e/ou  $TaO_6$  (DOBAL et al., 2000). Esta análise permite confirmar que após tratamento térmico, o filme depositado na amostra TaO-2 tem o comportamento de uma amostra de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> cristalizado.



Figura 49 - Espectroscopia Raman da amostra TaO-2 com um filme de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> sobre vidro após recozimento a 700 °C Fonte: Autor.

O índice de refração, em comparação com a amostra TaO-1, diminui em 0,023, mas ainda continua sendo um valor que está de acordo com a literatura e que mantém um alto contraste entre os índices do núcleo e o *cladding* inferior do guia de onda.

Número de	Índice de	Espessura	Tempo de	Taxa de dep.
Amostra	refração	(nm)	dep. (min)	(nm/min)
TaO-2	2,05	400	10.5 (~50)	8

Tabela 24 - Índice de refração e taxa de deposição para a amostra TaO-2 de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

Fonte: Autor.

Para analisar as propriedades de absorção óptica, foi feita uma análise de transmitância, cujos resultados são observados na Figura 50. As transmitâncias, com valores superiores ao 90%, permitem concluir que o material tem condições óptimas para o guiamento de luz, sendo utilizado como núcleo de guias de onda. As ondulações presentes no gráfico têm uma relação com a espessura do filme (HIND; CHOMETTE, 2003).



Figura 50 - Transmitância óptica da amostra de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (Amostra TaO-2) Fonte: Autor

Finalmente, o guiamento óptico é apresentado na Figura 51. Nas imagens capturadas no fim do guia de onda, é observada a luz saindo do dispositivo, o que permite constatar um excelente guiamento dos guias de onda fabricados com núcleo de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, confirmando assim os resultados parciais obtidos por meio da absorção óptica. Este material gera um interesse especial para o cálculo do índice não-linear e consequentemente, as aplicações derivadas de isto, devido aos poucos estudos e análises realizados que tem até o momento nesta área.

Após a primeira tentativa de medir o coeficiente de atenuação e o alargamento espectral devido à SPM realizado nos guias fabricados com a amostra TaO-2, se percebeu que as perdas por acoplamento eram demasiado elevadas, por tanto, a maior parte da energia não era inserida nos dispositivos. Mesmo assim, foi possível obter guiamento total de começo ao fim com estes guias de onda, e também observar o fenômeno de SPM. Porém, por ser difícil acoplar a luz, e além disso requerer de um visor infravermelho para realizar os ajustes de movimento nos microposicionadores, pois o alargamento espectral não era o suficiente para chegar a faixas do espectro visível, optou-se por fabricar guias de onda com uma maior espessura, sem superar um total de 10 sequencias de deposição para um mesmo substrato.



**Figura 51 - Guiamento óptico. Imagem da saída dos guias de onda na amostra TaO-2** OBS. O ponto mais brilhante indica o acoplamento entre a fibra óptica e o guia de onda. A) imagem com luz de microscópio, B) sem luz de microscópio e C) imagem transposta com, e sem luz. D) Fonte: Autor.

Foram fabricados novos guias com uma deposição chamada de TaO-3, aumentando a quantidade de etapas para obter uma espessura maior do núcleo. As etapas de deposição por *sputtering* desta amostra são apresentadas na Tabela 25. O tempo total de deposição da amostra TaO-3 soma 120 minutos; mais do dobro do tempo de deposição da amostra TaO-2, esperando pelo menos duplicar a espessura.

Na Tabela 26 pode-se observar que a taxa de deposição para a amostra TaO-3 aumento um pouco em comparação com a amostra TaO-2, obtendo um filme de 1167 nm, o que pode ser ocasionado pelas etapas de deposição de 15 minutos, que não foram feitas dessa forma na amostra TaO-2. Com este valor se esperava que as perdas por acoplamento do foco na entrada dos guias de onda pudessem ser reduzidas.

Número de Amostra	Pré- <i>sputtering</i> (min)	Tensão de bombardeamento (kV)	Tempo de deposição (min)	Temperatura inicial (°C)	Temperatura final (°C)
	1	1,75	10	50	75
	0,5	1,78	10	51	81
	0,5	1,75	15	50	90
	0,5	1,75	15	57	99
TaO-3	0,5	1,78	15	58	99
	0,5	1,75	15	50	78
	0,5	1,74	15	52	83
	0,5	1,74	15	58	95
	0,5	1,75	10	60	91

Tabela 25 - Condições de processo de deposição da Amostra TaO-3 (material: Ta2O5)

Fonte: Autor.

Número de	Número de Espessura		Taxa de dep.
Amostra	Amostra (nm)		(nm/min)
TaO-3	1167	120	9,725

Tabela 26 - Espessura e taxa de deposição da amostra TaO-3

Fonte: Autor.

#### 1.12.5.1 Inspeção por MEV da estrutura dos guias de onda de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

As imagens de MEV para o caso dos guias de onda com núcleo de  $Ta_2O_5$  foram obtidas a partir da amostra da deposição TaO-2. Na Figura 52 se observa novamente a limitação da tecnologia, que permite a fabricação de dispositivos com dimensões mínimas de 5 µm. Para tamanhos abaixo deste valor, o comprimento não permanece reto ou a estrutura não é conservada.



Figura 52 - MEV Guias de onda Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Limitação da tecnologia de fabricação (dimensões mínimas) Fonte: Autor

A Figura 53 corresponde ao guia de onda da menor largura que pode ser fabricado com a tecnologia utilizada. Nesta imagem é fácil perceber a diferença de espessuras entre a camada de SiO<sub>2</sub> correspondente ao *cladding* inferior e o Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> que corresponde ao núcleo. As medidas calculadas por meio da micrografia, correspondem corretamente aos valores obtidos com as técnicas de perfilometria, elipsometria e as dimensões projetadas nas máscaras. Como pode ser apreciado na imagem, o guia de onda com dimensão mínima apresenta uma excelente qualidade, definindo claramente as diferentes partes do dispositivo, conservando a sua estrutura e mantendo as dimensões esperadas.



Figura 53 - Micrografia MEV. Guia de onda de 5 $\mu m$  de largura, com núcleo de Ta $_2O_5$  Fonte: Autor

Com a Figura 54, pretende-se observar a estrutura dos dispositivos para larguras maiores. Neste caso, pode ser visto o guia de onda largura de 80 µm, no qual a definição das paredes laterais, e a distribuição do material do núcleo se vem equilibrados e uniformes.



Figura 54 - Micrografia MEV. Guia de onda de 80 µm de largura, com núcleo de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Fonte: Autor

## 1.12.5.2 Medidas de perdas dos guias de onda com núcleo de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

Para os guias de onda fabricados na deposição TaO-3 se utilizou a técnica da vista superior mencionada em 1.9.2 para obter fotografias do guiamento óptico. A largura mínima com a qual foi possível obter a medida para os guias de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foi 5  $\mu$ m; um valor de uma dimensão consideravelmente menor que os guias de SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>, o que a princípio indicaria um valor de perdas

menor. Na sequência, utilizando como exemplo o guia de onda de 50 µm, são apresentados o gráfico e o cálculo do índice de perdas.



**Figura 55 - Vista superior dos guias de onda com núcleo de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, de 50 μm, transmitindo luz** OBS.: As linhas visualizadas de cor vermelho correspondem à luz espalhada por cima do guia de onda, com a qual é possível realizar as medidas do coeficiente de atenuação. Fonte: Autor.

Com as imagens obtidas, como a do exemplo da Figura 55, foi feito um gráfico da intensidade de luz espalhada pela vista superior, em função da distância do caminho óptico, como é apresentado na Figura 56. No caso desta medida, é importante ressaltar que a luz está sendo inserida pelo lado direito da imagem, de igual forma, no gráfico da intensidade da luz em função do comprimento, o valor 0 não seja o começo do guia de onda, mas sim a posição final da medida.





Com o cálculo da regressão linear, utilizando os gráficos apresentados na Figura 56, foi calculado o coeficiente de perdas  $\alpha$  para os guias de onda de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, como é feito na equação (107).

$$\alpha_{Ta_2O_550\mu m} = \frac{10\log\left(\frac{I_2}{I_1}\right)}{X_2 - X_1} = \frac{10\log\left(\frac{78,68}{62,56}\right)}{1,30\ cm - 0\ cm} = 0,77\ dB/cm \tag{107}$$

Largura do guia de onda (µm)	100	90	80	70	60	50	40	30	20	18
α (dB/cm)	0,1	0,22	0,12	0,19	0,81	0,77	1	1,06	1,16	1,02
Largura do guia	16									
de onda (µm)	16	14	12	10	9	8	7	6	5	

Fonte: Autor.

Comparando os resultados do coeficiente de perdas dos guias de onda de  $Ta_2O_5$  apresentados na Tabela 27, com os de SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> da Tabela 18, pode-se afirmar que as perdas são notavelmente

menores nos guias do Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Destacam-se valores muito importantes como o guia de 100  $\mu$ m com perdas menores a 0,1 dB/cm, e a de 80  $\mu$ m com um valor próximo desse. Também, têm-se dois valores ressaltáveis em larguras menores de 10  $\mu$ m, como é no caso de 9  $\mu$ m que obtém um coeficiente de 0,72 dB/cm e de 7  $\mu$ m com um valor ainda abaixo de 1 dB/cm. Estes valores geram um interesse de alto impacto na fabricação de dispositivos ópticos com núcleo de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

Em términos gerais, é possível afirmar de novo, que quando a largura dos guias diminui, as perdas aumentam, tanto no caso das perdas por transmissão como por acoplamento. Com exceção de alguns casos nos quais não se segue este padrão, o que pode ser ocasionado por fatores na fabricação, como manipulação durante os processos.

#### 1.12.5.3 Obtenção do índice de refração não-linear $(n_2)$ do $Ta_2O_5$

Para o Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foi possível medir o n<sub>2</sub> com mais larguras nos guias de onda, em comparação com o SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>, devido a que ao ter menos perdas, foi possível obter guiamento a través do comprimento total, e calcular tanto o coeficiente de perdas, como os espectros de saída. Assim, o n<sub>2</sub> neste caso foi medido em guias de onda com larguras de 100  $\mu$ m, 80  $\mu$ m, 60  $\mu$ m, 40  $\mu$ m, 20  $\mu$ m, 16  $\mu$ m, 12  $\mu$ m, 9  $\mu$ m e 7  $\mu$ m.

Da mesma forma que foi mencionado na seção 1.12.4.3, são calculados os valores de *OvInt, Aeff,* e *Fração* mediante modelagem numérica utilizando o *FEM*. Na Figura 57 é observada a estrutura projetada no simulador, onde são incluídos os dados geométricos como espessura, largura, e alturas, além dos índices de refração para cada material.



Figura 57 - Estrutura pedestal modelada no analisador modal baseado no *FEM* para um guia de onda de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> com 7 μm de largura Fonte: Autor

A Figura 58 apresenta a distribuição do modo fundamental para o caso do guia de onda de 7 μm, após rodar a simulação. Daqui foram extraídos os valores necessários para a posterior obtenção

do valor de n<sub>2</sub>, mediante rotina de cálculo. Nas Figura 57 e Figura 58 é usado o guia com menor largura como exemplo, pois dessa forma é mais fácil diferenciar as partes e tamanhos da estrutura pedestal.

De igual forma que no caso do SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub>, foi usado o modo fundamental para o cálculo do n<sub>2</sub> dado que os valores obtidos não apresentam maior variação, sem importar qual modo de excitação do dispositivo seja usado na obtenção dos dados. Esta afirmação é necessária devido a que os guias de onda fabricados com este material, também são considerados multimodo devido a suas larguras.



Figura 58 – Valor absoluto do campo elétrico obtido através da análise modal para um guia de onda de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> com 7 μm de largura Fonte: Autor

É usada a montagem da Figura 10, mas incluindo atenuadores para diminuir consideravelmente a potência que é focalizada nos guias de onda. A lâmina de ½ onda e usada para realizar as variações da potência usando a função do polarizador que se encontra configurado para o modo horizontal TE. Assim, são obtidos os espectros da forma apresentada na Figura 59, onde é possível ver o alargamento espectral, exemplificado neste caso, para o guia de 80 µm.



Figura 59 - Espectros medidos na saída do guia de onda de Ta2O5 de 80 µm, para diferentes potências.

Fonte: Autor

Também é necessário observar se o alargamento espectral apresenta uma dinâmica de crescimento linear, afirmação que pode ser deduzida da equação (96) e (106), para saber se for possível usar todos os valores de potência na medida final. Como pode ser observado na Figura 60, os atenuadores colocados no caminho óptico fizeram com que a potência pico dentro dos guias diminua de tal forma que o alargamento espectral não se encontra saturado. Assim, podem ser considerados os valores para todas as potências medidas. De igual forma, os guias de outras larguras apresentam comportamentos similares.



Figura 60 - Largura espectral vs. Potência média. Guia de onda de Ta<br/>2O5 de 80  $\mu m$  Fonte: Autor

Finalmente utilizando os valores medidos a diferentes potências, para cada uma das larguras de onda mencionadas, foi calculado o índice de refração do Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> depositado como núcleo dos dispositivos. Os resultados são apresentados na Tabela 28.

Tabela 28 - Valores de n2 obtidos para o Ta2O5

Largura do guia	Largura do guia		60	40	20	16	12	0	7
de onda (µm)	100	00	00	40	20	10	12	9	
n <sub>2</sub> (m <sup>2</sup> /W)·10 <sup>-19</sup>	4,50	5,01	5,69	2,91	5,81	4,81	3,71	3,24	3,04

Fonte: Autor

Na Tabela 28 temos uma variação desde  $2,91 \cdot 10^{-19} m^2/W$  no caso do guia de 40 µm, até um valor máximo de  $5,81 \cdot 10^{-19} m^2/W$  para o guia de 20 µm. Aqui é necessário fazer algumas considerações antes de assumir um valor final. A primeira, é que para os guias de onda de 7, 9 e 12 µm, os espectros obtidos não tem uma relação sinal/ruído considerável, como pode ser observado no caso do guia de 7 µm, na Figura 61, pelo qual estes valores podem não ter uma precisão adequada. Esta baixa relação sinal/ruído se deve às perdas por acoplamento e por propagação, o que faz que a intensidade medida pelo espectrômetro seja muito baixa. A segunda consideração, é que sem contar os 3 guias de menor largura, o único valor que se afasta demasiadamente da média é aquele obtido para o guia de 40 µm. Aqui é importante lembrar que os processos de fabricação podem

apresentar imperfeições, que fazem que alguns dos dispositivos possam ter problemas de acoplamento na entrada, maiores perdas por propagação devido a irregularidades no comprimento, e algumas outras particularidades. Assim, opta-se por não utilizar esta medida no cálculo final, considerando que seja provável alguma imperfeição no dispositivo.



Figura 61 - Espectros medidos na saída do guia de onda de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 7 µm, para diferentes potências. Fonte: Autor.

Com as considerações anteriormente mencionadas, o valor final de n<sub>2</sub> para o Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> depositado como núcleo de guias de onda neste trabalho é de 5,164 $\cdot$ 10<sup>-19</sup> m<sup>2</sup>/W, valor que está perto do calculado no único trabalho experimental que usa uma metodologia parecida à empregada aqui: 7,23 $\cdot$ 10<sup>-19</sup> m<sup>2</sup>/W (TAI et al., 2004).

## **CONCLUSÕES**

Considerando a técnica pedestal utilizada na fabricação dos guias de onda, pode-se afirmar, que esta técnica outorga grandes benefícios quando se requer estudar materiais que não tenham desenvolvidas receitas para sua corrosão, ou não possam ser corroídos facilmente. Este formato dos guias de onda pode ser facilmente reproduzido. Quando as etapas de fabricação são realizadas na mesma sequência e mantendo as mesmas condições entre os processos, os guias de onda possuíram as mesmas características enquanto à forma, tamanho e limites.

A isotropia na etapa de corrosão do silício permite que ao momento de depositar os núcleos, estes fiquem isolados de outras partes que contenham o mesmo material, beneficiando enormemente o confinamento lateral da luz. Essa isotropia também faz com que a largura mínima possível para um guia de onda seja de 5  $\mu$ m, dado que para valores menores, a corrosão do silício afeta completamente a estrutura. Esta última afirmação é válida se a profundidade de corrosão do substrato permanece em valores ao redor dos 3,8  $\mu$ m.

Durante o processo de fabricação foi comprovado que existem certas etapas críticas durante a fabricação dos dispositivos, especialmente entre o crescimento do *cladding* inferior e a deposição do núcleo dos guias de onda. Isto devido a que o formato com o qual se encontra nesta parte o silício que dá suporte mecânico ao núcleo, possui apenas umas dezenas de nm de espessura e pode ser facilmente quebrado. Por isso se recomenda não realizar processos de limpeza demasiado agressivos como jatos de nitrogênio com fluxos elevados ou ultrassom. Quebrar essa estrutura de silício, leva a ter guias de onda sem a definição lateral adequada, ou seja, com maiores perdas por propagação.

Ao momento de depositar os materiais, podem ocorrer mudanças nas características destes, mesmo tentando reproduzir os parâmetros de deposição. Como foi no caso dos materiais os quais tiveram diferentes medidas de transmitância e capacidade de guiamento após manutenção do equipamento de deposição.

No trabalho foram descritos os processos de deposição e as análises feitas para os materiais com os quais não se obtiveram bons resultados ao ser usados como núcleo dos guias. Isto porque se considera necessário ter uma informação das características de deposição ou estrutura que podem ser previamente descartadas para trabalhos futuros.

Confirmaram-se as boas características ópticas que o SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> apresenta para seu uso em estruturas ópticas integradas. Obtiveram-se perdas menores aos 1,5 dB/cm para guias de onda com larguras acima dos 50 µm. Este indica que para aplicações ópticas específicas de guiamento de luz simples, nas quais a largura necessária não seja da ordem de unidades de µm, este material é uma opção viável e conhecida. Enquanto ao seu índice de refração não-linear, este supera o valor do SiO<sub>2</sub>. É interessante observar com este material, que pode ser possível mudar a sua composição, dependendo dos parâmetros de deposição. No caso deste trabalho, as condições levaram a que o SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> usado aqui, estivesse mais próximo do SiO<sub>2</sub>, que do Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Esta dinâmica do material permitiria a obtenção de valores específicos tanto de índices de refração, como de índices de refração não-linear, podendo obter materiais com valores na faixa entre 2,  $1 \cdot 10^{-20} m^2/W$  (ZHANG et al., 2014) 2,  $4 \cdot 10^{-19} m^2/W$ .

O Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> permite ter a conclusão mais interessante neste trabalho. Sendo um material que é pouco usado na óptica integrada, e por tanto, ainda menos na óptica integrada não-linear. Foram feitos dois lotes de guias de onda com diferentes espessuras, obtendo resultados favoráveis em ambos casos. Isto permite confirmar que é um material com características favoráveis para ser reproduzido a uma escala maior na fabricação de dispositivos ópticos integrados. Este material apresentou propriedades excelentes para seu uso como núcleo dos guias de onda, tendo transmitâncias elevadas, próximas ao 100%, e um índice de refração acima de 2,05. Juntando estas características, o que faz que o material seja transparente e apresente um alto contraste de índice com o SiO<sub>2</sub>, permite que em dispositivos de larguras de dezenas de µm, as perdas sejam de até 0,1 dB/cm, e menores a 1 dB/cm no caso de guias de onda com larguras de unidades de μm. Isto faz com que um material que não foi muito considerado para este tipo de aplicação, gere interesse na sua utilização como material de confinamento e propagação de luz. Finalmente, a medida do índice de refração não-linear do Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, de 5,164·10<sup>-19</sup>  $m^2/W$ , mais de 20 vezes o do  $SiO_2$ . Esse grande valor de n<sub>2</sub> no Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, em conjunto com seu alto contraste de índice e excelente compatibilidade com as atuais tecnologias de fabricação de microeletrônica, faz dele um candidato promissor para dispositivos compactos, de baixa potência e alta velocidade. Isto permite optar pela fabricação de modelos de teste para obter um cálculo do desempenho dos dispositivos baseados no comportamento não-linear.

Foi observado um aumento na influência do SPM na variação da largura dos espectros de pulso em guias de ondas com larguras menores, devido ao maior confinamento de campo, que aumenta a intensidade do pulso, e que, por sua vez, resulta em uma resposta não-linear mais forte do guia de onda. É o contrário do que acontece com as perdas, que aumentam quando o tamanho do dispositivo é reduzido.

Como trabalhos futuros, se propõe estudar a dinâmica de mudanças do  $SiO_xN_y$  para obter uma variedade de índices de refração e índices de refração não-lineares específicos. Também, tornase muito interessante o projeto e fabricação de um dispositivo óptico não-linear, usando o Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Existem dispositivos que se podem beneficiar enormemente do n<sub>2</sub> do Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, além do alto contraste de índice que pode ser gerado, no caso por exemplo de amplificadores paramétricos ópticos.

# REFERÊNCIAS

AGRAWAL, G. Nonlinear Fiber Optics. 3. ed. San Diego, California, USA: Academic Press, 2006.

AGRAWAL, G. P. Nonlinear fiber optics: its history and recent progress. Journal of the Optical Society of America B, v.28, n.12, p. A1-A10, 2011.

AHLUWALIA, B. S. et al. Fabrication of submicrometer high refractive index tantalum pentoxide waveguides for optical propulsion of microparticles. **IEEE Photonics Technology Letters**, Piscataway, NJ, v.21, n.19, p. 1408-1410, 2009.

AKHMANOV; VYSLOUKH, V. A.; CHIRKIN, A. S. **Optics of Femtosecond Laser Pulses**. 1. ed. [s.l.] AIP-Press, American Institute of Physics, 1992.

ALAYO, M. I. et al. On the nitrogen and oxygen incorporation in plasma-enhanced chemical vapor deposition (PECVD) SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> films. **Thin Solid Films**, v.402, issues 1-2, p. 154-161, 2002.

ALAYO, M. I. et al. Optical and structural characterization of PECVD-silicon oxynitride films for waveguide device applications. In: INTEGRATED OPTOELECTRONIC DEVICES 2005, San José, California, Anais... EEUU: 2005

ALBERTIN, K. F.; PEREYRA, I. Study of reactive sputtering titanium oxide for metal-oxide-semiconductor capacitors. **Thin Solid Films**, v.517, n.16, p. 4548-4554, 2009.

ALBERTIN, K. F.; PEREYRA, I. Study of metal-oxide-semiconductor capacitors with r.f. magnetron sputtering TiOxNy films dielectric layer. **Physica Status Solidi C** v.7, n.3-4, p. 937-940, 2010.

ALBERTIN, K. F.; VALLE, M. A.; PEREYRA, I. Study of MOS Capacitors with Annealed TiO2 Gate Dielectric Layer. Electrochemical Society Transactions, v.9, issue 1, p. 461-470, 2007

ALIOTO, M. Enabling the Internet of Things - From Integrated Circuits to Integrated Systems. 1. ed. New York, USA: Springer International Publishing, 2017.

ALVARADO, M. A. et al. Fabrication and characterization of aluminum nitride pedestal-type optical waveguide. **Canadian Journal of Physics**, v.92, n.7-8, p. 951-954, 2014.

ALVARADO, M. A.; ALAYO, M. I. Pedestal height influence on AlN pedestal-type optical waveguides. In: IEEE 9TH IBEROAMERICAN CONGRESS ON SENSORS 2014, Bogotá, Colombia, **Proceedings**... 2014

ARMAS ALVARADO, M. E. **Produção e caracterização de filmes de nitreto de alumínio e sua aplicação em guias de onda tipo pedestal**. 2017 Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2017.

ASLAN, M. Low-loss optical waveguides for the near ultra-violet and visible spectral regions with Al2O3 thin films from atomic layer deposition. **Thin Solid Films.** v.518, issue 17, p. 4935-4940. 2010.

BALACHANDRAN, U.; EROR, N. G. Raman spectra of titanium dioxide. Journal of Solid State Chemistry, v.42, issue 3, p. 276-282, 1982.

BERGER, L. I. Semiconductor materials, 1. ed. Boca Raton, New York, London, Tokyo: CRC Press, 1997.

BOMFIM, F. A. et al. A new fabrication process of pedestal waveguides based on metal dielectric composites of Yb3+/Er3+ codoped PbO-GeO2 thin films with gold nanoparticles. **Optical Materials**, v. 86, p. 433-440, 2018.

BOMFIM, F. A. et al. Advances on the fabrication process of Er3+/Yb3+:GeO2-PbO pedestal waveguides for integrated photonics. **Optical Materials**, v.49, p. 196-200, 2015.

BOUWMANS, G. et al. High-power Er:Yb fiber laser with very high numerical aperture pump-cladding waveguide. Applied Physics Letters, v.83, n.5, p. 817-818, 2003.

BOYD, R. W. Nonlinear Optics. 3. ed. San Diego, California: Academic Press, 2008, 613 p. ISBN 978-0-12-369470-6.

BRIGHT, T. J. et al. Infrared optical properties of amorphous and nanocrystalline Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> thin films. Journal of Applied Physics, v.114, 083515, 2013.

BROENG, J. et al. Photonic Crystal Fibers: A New Class of Optical Waveguides. **Optical Fiber Technology**, v.5, issue 3, p. 305-330, 1999.

BUMBRAH, G. S.; SHARMA, R. M. Raman spectroscopy – Basic principle, instrumentation and selected applications for the characterization of drugs of abuse. **Egyptian Journal of Forensic Sciences**, v.6, issue 3, p. 209-215, 2016.

CAMILO, M. E. et al. Fabrication and characterization of pedestal optical waveguides using TeO2-WO3-Bi2O3thin film as core layer. **Thin Solid Films**, v.571, p. 225-229, 2014.

CARVALHO, D. O. et al. A review on pedestal waveguides for low loss optical guiding, optical amplifiers and nonlinear optics applications, **Journal of Luminescence**, v.203, p. 135-144, 2018.

CARVALHO, D. O.; ALAYO, M. I. Pedestal anti-resonant reflecting optical waveguides. In: SPIE OPTO PROCEEDINGS, OXIDE-BASED MATERIALS AND DEVICES II 2011, San Francisco, California, US, **Proceedings**... 2011.

CARVALHO, D. O. DE. Estudo e desenvolvimento de guias de onda ARROW, com camadas anti-ressonantes de a-SiC:H e TiO<sub>x</sub>, para aplicação em dispositivos de óptica integrada. 2008 Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2008.

CARVALHO, D. O. DE. Desenvolvimento de processos de fabricação de dispositivos ópticos integrados em tecnología de silício para aplicação em sensoriamento. 2012 Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2012.

CHATTERJEE, P. K.; DOERING, R. R. The future of microelectronics. **Proceedings of the IEEE**, v.86, issue 3, p. 176-183, 1998.

CHEN, C. L. Foundations for Guided-Wave Optics. 1. ed. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc. 2007.

CHEN, F. et al. Control of optical properties of  $TiN_xO_y$  films and application for high performance solar selective absorbing coatings. **Optical Materials Express**, v.4, issue 9, p. 1833-1847, 2014.

CIMEK, J. et al. Experimental investigation of the nonlinear refractive index of various soft glasses dedicated for development of nonlinear photonic crystal fibers. **Optical Materials Express**, v.7, issue 10, p. 3471-3483, 2017.

CORDARO, M. H, PINTO, J. K. C. Projeto e construção de amplificador monolitico de microondas em arseneto de gálio. 1989. Relatorio de desenvolvimento (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São

Paulo, 1989.

COWAN, A. R.; YOUNG, J. F. Nonlinear optics in high refractive index contrast periodic structures, **Semiconductor Science and Technology**, v.20, n. 9, p. R41-R56, 2005.

DADAP, J. I.; SHAN, J.; HEINZ, T. F. Theory of second-harmonic generation from a sphere of centrosymmetric material: small-particle limit. Journal of Optical society of America B, v.21, issue 7, p. 1328-1347, 2004.

DALDOSSO, N. et al. Comparison among various Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> waveguide geometries grown within a CMOS fabrication pilot line. Journal of Lightwave Technology, v.22, issue 7, p. 1734, 2004.

DEL PRADO, A. et al. Composition and optical properties of silicon oxynitride films deposited by electron cyclotron resonance. **Vacuum**, v.67, issues 3-4, p.507-512, 2002.

DEMETER, A. et al. Visible-light photocatalytic activity of  $TiO_xN_y$  thin films obtained by reactive multi-pulse High Power Impulse Magnetron Sputtering. **Surface and Coatings Technology**, v.324, p. 614-619, 2017.

DEMIRYONT, H.; SITES, J. R.; GEIB, K. Effects of oxygen content on the optical properties of tantalum oxide films deposited by ion-beam sputtering. **Applied Optics**, v.24, issue 4, p. 490-495, 1985.

DOBAL, P. S. et al. Raman scattering study of a phase transition in tantalum pentoxide. Journal of Raman Spectroscopy, v.31, issue 12, p. 1061-1065, 2000.

DOWNER, M. C.; MENDOZA, B. S.; GAVRILENKO, V. I. Optical second harmonic spectroscopy of semiconductor surfaces: Advances in microscopic understanding. **Surface and Interface Analysis**, v.31(10), p. 966-986, 2001.

ECKSTEIN, W.; BEHRISCH, R. Sputtering by Particle Bombardment: Experiments and Computer Calculations from Threshold to MeV Energies. Luxemburgo: Springer Science & Business Media, 2007. 509 p. v.110 de Topics in Applied Physics, ISBN 9783540445029.

FEMTOLASERS INC. **FEMTOSOURCE RAINBOW<sup>TM</sup>**. Harvard, Massachusetts, Disponível em: <a href="http://www.tsukasa-tec.co.jp/product/laser/documents/FSRainbow.pdf">http://www.tsukasa-tec.co.jp/product/laser/documents/FSRainbow.pdf</a>>. Acesso em: 17 jul. 2019.

FEMTOLASERS INC. **FEMTOPOWER<sup>TM</sup> compact<sup>TM</sup> PRO CE-Phase**. Cambridge, Massachusetts, Disponível em: <a href="http://www.pulsepower.cn/UpFiles/Article/femtolaser/FP\_compact\_PRO\_CEP.pdf">http://www.pulsepower.cn/UpFiles/Article/femtolaser/FP\_compact\_PRO\_CEP.pdf</a>>. Acesso em: 16 jul. 2019.

FEREGOTTO, V.; GEORGE, A.; MICHEL, J. P. Dislocations and extended defects in AlN deformed at high temperatures. Materials Science and Engineering A, v.234-236, p. 625-628, 1997.

FILIPPIDIS, L. et al. Raman frequencies and angular dispersion of polar modes in aluminum nitride and gallium nitride. **Physica Status Solidi (B)**, v.198, issue 2, p. 621-627, 1996.

GERMANN, R. et al. Silicon Oxynitride Layers for Optical Waveguide Applications. Journal of The Electrochemical Society, v.147(6), p. 2237-2241, 2000.

GOLLUB, A. H. et al. Hollow core ARROW waveguides fabricated with SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> films deposited at low temperatures. **Physica Status Solidi (C) C**, v.7, n.3-4, p. 964-967, 2010.

HASEGAWA, A.; TAPPERT, F. Transmission of stationary nonlinear optical pulses in dispersive dielectric fibers.

II. Normal dispersion. Applied Physics Letters, v.23(4), p. 171-172, 1973.

HAUS, H. A. **Waves and Fields in Optoelectronics**. London, UK: Prentice-Hall International Inc, 1985. 401p. Prentice-Hall Series in Solid State Physical Electronics.

HEŘMAN, D.; ŠÍCHA, J.; MUSIL, J. Magnetron sputtering of TiO<sub>x</sub>N<sub>v</sub> films. Vacuum, v.81(3), p. 285-290, 2006.

HIND, A.; CHOMETTE, L. The determination of thin film thickness using reflectance spectroscopy. Agilent Technologies, 2011.

HODGKINSON, I.; WU, Q. H.; HAZEL, J. Empirical equations for the principal refractive indices and column angle of obliquely deposited films of tantalum oxide, titanium oxide, and zirconium oxide. **Applied Optics**, v.37, issue 13, p. 2653-2659, 1998.

IKEDA, K. et al. Thermal and Kerr nonlinear properties of plasma-deposited silicon nitride/ silicon dioxide waveguides. **Optics Express**, v.16, issue 17, p. 12987-12994, 2008.

JELLISON, G. E.; MODINE, F. A. Parameterization of the optical functions of amorphous materials in the interband region. Applied Physics Letters, v.69, n. 371, p. 2137, 1996.

JOANNOPOULOS, J. J. D. et al. **P3-Photonic crystals: molding the flow of light**. 2. ed. Princeton, New Jersey: Princeton University Press, 2008, 304p.

JOSEPH, C.; BOURSON, P.; FONTANA, M. D. Amorphous to crystalline transformation in Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> studied by Raman spectroscopy. Journal of Raman Spectroscopy, v.43(8), p. 1146-1150, 2012.

KERN, W. Overview and Evolution of Silicon Wafer Cleaning Technology. In: Handbook of Silicon Wafer Cleaning Technology, 3. ed. Norwich, NY, USA: William Andrew Publisher, 2018. cap.1, p. 3-85.

KIKUCHI, N.; SASAKI, S. Analytical Evaluation Technique of Self-Phase-Modulation Effect on the Performance of Cascaded Optical Amplifier Systems. Journal of Lightwave Technology, v.13, issue 5, p. 868-878, 1995.

KIM, H. J. et al. Optical properties of silicon oxynitride thin films determined by vacuum ultraviolet spectroscopic ellipsometry. In: CHARACTERIZATION AND METROLOGY FOR ULSI TECHNOLOGY: 2003 INTERNATIONAL CONFERENCE, Austin, TX, USA, **Anais**... 2003

KIM, S. K. et al. Polymer Optical Waveguide Switch using Thermo-optic Total-internal-reflection and Strain-effect. **IEEE Photonics Technology Letters**, v.22, issue 4, p. 197-199, 2010.

KISCHKAT, J. et al. Mid-infrared optical properties of thin films of aluminum oxide, titanium dioxide, silicon dioxide, aluminum nitride, and silicon nitride. **Applied Optics**, v.51(28), p. 6789-6798, 2012.

LEUTHOLD, J.; KOOS, C.; FREUDE, W. Nonlinear silicon photonics. Nature Photonics, v.4, p. 535-544, 2010.

LEVY, J. S. Integrated Nonlinear Optics in Silicon Nitride Waveguides and Resonators. 2011 Dissertation (Degree of Doctor of Philosophy), Cornell University, Ithaca, New York, USA, 2011.

LEVY, J. S. et al. High-performance silicon-nitride-based multiple-wavelength source. **IEEE Photonics Technology Letters**, v.24, issue 16, p. 1375-1377, 2012.

LLOBERA, A. **Integrated optics technology on silicon: optical transducers**. 2002 Thesis (Degree of Doctor of Philosophy), Departament de Física - Universitat Autònoma de Barcelona, 2002.

MARTIN, N. et al. Correlation between processing and properties of  $TiO_xN_y$  thin films sputter deposited by the reactive gas pulsing technique. **Applied Surface Science**, v.185, issues 1-2, p. 123-133, 2001.

MARTIN, N. et al. Reactive sputtering of  $TiO_xN_y$  coatings by the reactive gas pulsing process. Part I: Pattern and period of pulses. **Surface and Coatings Technology**, v.201, issue 18, p. 7720-7726, 2007.

MAZZA, T. et al. Raman spectroscopy characterization of TiO<sub>2</sub> rutile nanocrystals. **Physical Review B** - **Condensed Matter and Materials Physics**, v.75, 045416, 2007.

MCGURN, A. Nonlinear optics. In: Nanophotonics: Springer Series in Optical Sciences, 1. ed. New York, USA: Springer International Publishing, 2018. cap.8, p. 461-490.

MELO, E. G.; ALAYO, M. I.; CARVALHO, D. O. Study of the pedestal process for reducing sidewall scattering in photonic waveguides. **Optics Express**, v.25, issue 9, p. 9755-9760, 2017.

MELO, E. G. Integração monolítica de guias de onda, curvas e junções em Y baseados em cristais fotônicos planares de silício e com baixas velocidades de grupo. 2017 Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2017.

MORENO, M. Kerr effect. São Carlos, Brazil: Instituto de Física de São Carlos - Universidade de São Paulo, 2018.4p.Disponívelem:http://www.ifsc.usp.br/~strontium/Teaching/Material2018-1%20SFI5708%20Eletromagnetismo/Monografia%20-%20Michelle%20-%20Kerr.pdf. Acesso em: 13 set. 2019.

MOSS, D. J.; MORANDOTTI, R. Integrated nonlinear optical signal processing in CMOS compatible platforms. In: 2015 IEEE PHOTONICS SOCIETY SUMMER TOPICALS MEETING SERIES. Nassau, Bahamas, Anais... 2015.

NOGUEIRA, W. A. Obtenção de óxidos de porta MOS ultrafinos: Influência da limpeza química e estudo da ruptura dielétrica. 2003 Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2003.

OKAMOTO, K. Fundamentals of Optical Waveguides. 2. ed. San Diego, California: Academic Press, 2006, 578 p. ISBN 978-0-12-525096-2.

OKAWACHI, Y.; GAETA, A. L.; LIPSON, M. Breakthroughs in nonlinear silicon photonics 2011. IEEE Photonics Journal, v.4, issue 2, p. 601-606, 2012.

OOI, K. J. A. et al. Pushing the limits of CMOS optical parametric amplifiers with USRN:Si<sub>7</sub>N<sub>3</sub> above the twophoton absorption edge. **Nature Communications**, v.8(13878), 2017.

OPHIR, N. et al. Continuous wavelength conversion of 40-Gb/s data over 100 nm using a dispersion-engineered silicon waveguide. **IEEE Photonics Technology Letters**, v.23, n.2, p. 73-75, 2011.

PASQUAZI, A. et al. Efficient wavelength conversion and net parametric gain via four wave mixing in a high index doped silica waveguide. **Optics express**, v.18, issue 8, p. 7634-7641, 2010.

PEERCY, P. S. The drive to miniaturization. Nature, v.406, p. 1023-1026, 2000.

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

PHILIPP, H. R. Optical and bonding model for non-crystalline SiOx and SiOxNy materials. Journal of Non-

Crystalline Solids, v.8-10, p. 627-632, 1972.

POLLOCK, C. R.; LIPSON, M. Coupled Mode Theory and Application. In: Integrated Photonics, 1. ed. New York, USA: Springer US, 2003. cap.9, p. 241-269.

RAJKANAN, K.; SINGH, R.; SHEWCHUN, J. Absorption coefficient of silicon for solar cell calculations. Solid-State Electronics, v.22, issue 9, p. 793-795, 1979.

RAMASWANI, R.; SIVARAJAN, K.; SASAKI, G. **Optical Networks: A Practical Perspective.** 3. ed. Burlington, Massachusetts, USA: Morgan Kaufmann Publishers, 2009, 978 p. ISBN 9780123740922.

RANGEL, R. C. Sequência simples de fabricação de transistores SOI NMOSFET. 2014 Dissertação (Mestrado)
Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2014.

READ, W. W. Analytical solutions for a Helmholtz equation with Dirichlet boundary conditions and arbitrary boundaries. **Mathematical and Computer Modelling**, v.24, issue 2, p. 23-24, 1996.

REINHARDT, K. A.; KERN, W. Handbook of Silicon Wafer Cleaning Technology. 3. ed. Norwich, NY, USA: William Andrew Publisher, 2018, 760 p. ISBN 9780323510851.

RUBIO, F. et al. Sputtered Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> antireflection coatings for silicon solar cells. Thin Solid Films, v.90, issue 4, p. 405-408, 1982.

RUBIO, F. et al. Reactive sputtered Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> antireflection coatings. Solar Cells, v.8, issue 3, p. 263-268, 1983.

SERWAY; JEWETT. Physics for scientists and engineers. 9. ed. Boston, Massachusetts, USA: Cengage Learning, 2013, 1344 p. ISBN 978-1133947271.

SHEN, Y. R. The principles of nonlinear optics. 2. ed. New York, USA: Wiley-Interscience, 2003, 576 p. ISBN 978-0471430803.

SHIRLEY, J. W. An Early Experimental Determination of Snell's Law. American Journal of Physics, v.19, issue 9, p. 507-508, 1951.

SINGH, S. P.; SINGH, N. Nonlinear Effects In Optical Fibers: Origin, Management And Applications. **Progress In Electromagnetics Research**, v.73, p. 249-275, 2007.

SOMAN, A.; ANTONY, A. Broad range refractive index engineering of  $Si_xN_y$  and  $SiO_xN_y$  thin films and exploring their potential applications in crystalline silicon solar cells. **Materials Chemistry and Physics**, v.197, p. 181-191, 2017.

STOLEN, R. H.; LIN, C. Self-phase-modulation in silica optical fibers. **Physical Review A**, v.17, n.4, p. 1448-1454, 1978.

STOLEN, R. H.; LIN, C.; JAIN, R. K. A time-dispersion-tuned fiber Raman oscillator. Applied Physics Letters, v.30, issue 7, p. 340-342, 1977.

SUBRAMANIAN, B. et al. A comparative study of titanium nitride (TiN), titanium oxy nitride (TiON) and titanium aluminum nitride (TiAIN), as surface coatings for bio implants. **Surface and Coatings Technology**, v.205, issues 21-22, p. 5014-5020, 2011.

SZE, S. M.; KWOK, K. N.. Physics of Semiconductor Devices Physics of Semiconductor Devices. 3. ed. New
York, USA: John Wiley & Sons, Inc, 2006, 832 p. ISBN 978-0-471-14323-9.

SZEKERES, A. et al. Plasma-assisted chemical vapor deposited silicon oxynitride as an alternative material for gate dielectric in MOS devices. **Microelectronics Journal**, v.37, issue 1, p. 64-70, 2006.

TAI, C.-Y. et al. Determination of nonlinear refractive index in a  $Ta_2O_5$  rib waveguide using self-phase modulation. **Optics Express**, v.12, issue 21, p. 5110-5116, 2004.

THOMPSON, S. E.; PARTHASARATHY, S. Moore's law: the future of Si microelectronics. **Materials Today**, v.9, issue 6, p. 20-25, 2006.

ULRICH, H. Silizium-Halbleitertechnologie: Grundlagen mikroelektronischer Integrationstechnik. 6. ed. Wiesbaden, Hesse, Alemanha: Springer Vieweg, 2014, 263 p. ISBN 978-3-8348-2085-3.

VALLE, M. A.; CORDARO, M. H. Fabricação de capacitores MOM de óxido de tântalo. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, Brasil, 1988.

VASHAEI, Z. et al. Influence of sputtering parameters on the crystallinity and crystal orientation of AlN layers deposited by RF sputtering using the AlN target. **Journal of Crystal Growth**, v.311, issue 3, p. 459-462, 2009.

VEPREK, S.; SAROTT, F. A.; IQBAL, Z. Effect of grain boundaries on the Raman spectra, optical absorption, and elastic light scattering in nanometer-sized crystalline silicon. **Physical Review B**, v.36, n.6, p. 3344-3350, 1987.

WOELK, K. Torus Factor - The Relationship between Radiofrequency Field and Radial Position in Toroid Cavity Probes. Journal of Magnetic Resonance, v.146, issue 1, p. 157-164, 2000.

WOLF, S.; TAUBER, R. N. Silicon Processing for the VLSI Era: Process Technology. 2. ed. Portland, Oregon, USA: Lattice Press, 2000, 890 p. ISBN 9780961672164.

XU, L. et al. Simultaneous wavelength conversion of ASK and DPSK signals based on four-wave-mixing in dispersion engineered silicon waveguides. **Optics Express**, v.19, n.13, p. 12172-12178, 2011.

YU, D. P. et al. Synthesis of nano-scale silicon wires by excimer laser ablation at high temperature. **Solid State Communications**, v.105, issue 6, p. 403-407, 1998.

ZHANG, P. et al. Interface state-related linear and nonlinear optical properties of nanocrystalline Si/SiO<sub>2</sub> multilayers. **Applied Surface Science**, v.292, p. 262-266, 2014.

ZHU, Y. et al. Preparation and performances of nanosized Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> powder photocatalyst. **Journal of Solid State Chemistry**, v.178, issue 1, p. 224-229, 2005.

ZIMIN, S. P. et al. 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: Applied Physics**, v.42, n.16, 6 p. 2009.

## APÊNDICE A – SCRIPT COMPUTACIONAL PARA O CÁLCULO DO ÍNDICE DE REFRAÇÃO NÃO-LINEAR

c := 299792458 Velocidade da luz no espaço livre em m/s Pant := 8.8 10<sup>-6</sup> ---- Inserir potência média calculada antes da objetiva em W  $Pav := Pant \cdot 0.8238$   $Pav = 7.24944 \times 10^{-6}$  Potência média calculada após objetiva Taxa de repetição (frequência) T rep := 4000Energ :=  $\frac{Pav}{T ren}$  Energ = 1.81236 × 10<sup>-9</sup> Energia do pulso  $T0 := 30.10^{-15}$  Duração do pulso  $Ppico := \frac{Energ}{TO}$  Ppico = 60412 Potência de Pico Overlap\_Int := 0.12 Integral de sobreposição <---- Inserir valor obtido de OverInt P0 := Overlap\_Int Ppico P0 = 7249.44 Potência de pico dentro do guia de onda alpha dB cm := 3.69 Valor medido das perdas em dB/cm <---- Inserir valor medido das perdas em dB/cm alpha dB := alpha dB cm 100 Perdas em dB/m  $alpha := \frac{alpha\_dB}{4.343}$  alpha = 84.96431 Constante de atenuação em Np/m  $L := 2.6 \cdot 10^{-2}$  Comprimento real do guia de onda em metros <---- Inserir comprimento real do guia em metros  $Leff := \frac{(1 - exp(-alpha \cdot L))}{alpha}$   $Leff = 1.04773 \, 10^{-2}$  Comprimento efetivo do guia de onda lambda := 780·10<sup>-9</sup> Comprimento de onda do feixe  $omg\theta := \frac{2 \cdot \pi \cdot c}{lambda}$   $omg\theta = 2.41494 \times 10^{15}$  Frequência angular do feixe Aeff := 1.53965.10<sup>-11</sup> Area efetiva do guia de onda em m<sup>2</sup> <---- Inserir valor de Aeff  $delta\_lamb0 := 26 \times 10^{-9}$  Largura espectral em nm antes do efeito do SPM (entrada dos guias de onda)  $df0 := delta\_lamb0 \cdot \frac{c}{lambda^2}$  Largura espectral em termos de frequência antes do SPM (entrada dos guias de onda)  $delta\_lamb\_spm := 37 \times 10^{-9}$  Largura espectral em nm depois do efeito do SPM (saida dos guias de onda) Largura espectral em nm depois do efeito do SPM (saida dos guias de onda)  $df\_spm := delta\_lamb\_spm \cdot \frac{c}{lambda^2}$  Largura espectral em termos de frequência depois do efeito do SPM (saida dos guias de onda)  $n2 := \frac{df\_spm}{df0} \cdot c \cdot \frac{Aeff}{0.86 \cdot P0 \cdot Leff \cdot omg0} \quad n2 = 0.416402 \, 10^{-19}$ indice de refração não-linear total, somando as contribuições de núcleo e cobertura em m<sup>4</sup>2/W  $n2SiO2 := 2.7 \cdot 10^{-20}$  indice de refração da cobertura (SiO2) %nucleo := 95 <---- Inserir porcentagem de potência que se encontra no núcleo  $\%nuc := \frac{\%nucleo}{100}$  %cob := 1 - %nuc Calculo em umidades para porcentagens de potência correspondentes ao núcleo e cobertura  $n2_{nucleo} := \frac{(n2 - n2SiO2 \cdot \% cob)}{\% mc} \qquad n2_{nucleo} = 4.24107 \, 10^{-20} \qquad \frac{\text{indice de refração do material}}{\text{do núcleo em m^22W}}$ 

## ANEXO A – LISTA DE PUBLICAÇÕES

## PUBLICAÇÕES EM EVENTOS

*SIERRA, J. H.*; CARVALHO, D. O.; GAMERO, V. J.; ABE, I. Y.; ALAYO, M. I.; Study of the fabrication of pedestal based-optical waveguides for applications in nonlinear optics. In: SBFOTON INTERNATIONAL CONFERENCE, Campinas, SP, Brazil, 2018. OS-I-WED-02-01

*SIERRA, J. H.*; CARVALHO, D. O.; SAMAD, R. E.; RANGEL, R. C.; ALAYO, M. I.; Analysis And Measurement of the Non-Linear Refractive Index Of SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> Using Pedestal Waveguides. In: SBMICRO 2019 (CHIP IN SAMPA) INTERNATIONAL FORUM, São Paulo, SP, Brazil, 2019.

GAMERO, V. J.; AMORMIN, P.; *SIERRA, J. H.*; REHDER, G.; ALAYO, M. I; Design and post-process of an integrated CMOS-MEMS IR emitter with an embedded detector. In: SBFOTON INTERNATIONAL CONFERENCE, Campinas, SP, Brazil, 2018. OS-I-WED-02-03

## PUBLICAÇÕES EM REVISTAS INTERNACIONAIS

JULIÁN H. SIERRA, RICARDO C. RANGEL, RICARDO E. SAMAD, NILSON DIAS VIEIRA, MARCO I. ALAYO, AND DANIEL O. CARVALHO, "Low-loss pedestal Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nonlinear optical waveguides," Opt. Express 27, 37516-37521 (2019).