

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200510119060.6

[51] Int. Cl.

G02B 6/124 (2006.01)

H04J 14/02 (2006.01)

[43] 公开日 2007年1月17日

[11] 公开号 CN 1896783A

[22] 申请日 2005.12.8

[21] 申请号 200510119060.6

[71] 申请人 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所

地址 130031 吉林省长春市东南湖大路16号

[72] 发明人 张大明 鄂书林 张海明 邓文渊
张希珍

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公司
代理人 梁爱荣

权利要求书1页 说明书8页 附图2页

[54] 发明名称

低损耗有机聚合物阵列波导光栅的蒸汽回溶制备方法

[57] 摘要

本发明涉及一种有机聚合物阵列波导光栅制备方法。在硅衬底上旋涂有机聚合物波导下包层和芯层材料并分别进行烘干固化；蒸发或溅射金属膜，进行光刻和氧反应离子刻蚀，将图形之外的有机聚合物波导芯层刻蚀掉；放入有机蒸汽中，控制温度和时间，使有机聚合物波导芯层侧壁粗糙部分逐渐溶化而变得光滑；腐蚀掉金属层，旋涂有机聚合物波导上包层材料，烘干固化得到低损耗有机聚合物阵列波导光栅波分复用/解复用器。由于采用本发明的蒸汽回溶技术，减小了有机聚合物阵列波导光栅的波导侧壁粗糙度，有效地降低了由于波导侧壁粗糙引起的散射损耗，从而制作出了低损耗有机聚合物阵列波导光栅波分复用/解复用器件，使阵列波导光栅的总损耗减小了5-10dB。

1、低损耗有机聚合物阵列波导光栅的蒸汽回溶制备方法，其特征在于：其工艺步骤如下：在硅衬底上先用旋涂法涂覆有机聚合物波导下包层材料后进行烘干和热交联反应，然后旋涂有机聚合物波导芯层材料并烘干和热交联反应；再在有机聚合物波导芯层材料上蒸发或溅射金属膜并涂覆光刻胶进行光刻，利用光刻板的不透光区对紫外光进行选择性的遮挡，曝光后去掉光刻板并显影，同时将光刻板上的阵列波导光栅图形转移到光刻胶和金属膜上；然后进行氧反应离子刻蚀，同时对光刻胶和有机聚合物波导芯层进行刻蚀，当露出金属层后继续对有机聚合物波导芯层刻蚀到一定的厚度，形成阵列波导光栅的有机聚合物波导芯层；将制成的有机聚合物波导芯层置于密闭的饱和有机蒸汽容器中，在 50-70 度的温度下对有机聚合物波导芯层侧壁的凹凸部位进行回溶处理，时间为 50-90 分钟，对有机聚合物波导芯层侧壁带有凹凸部位进行回溶，在蒸汽的作用下凹凸部位逐渐溶化回缩，从而形成比较光滑的有机聚合物波导芯层侧壁；在回溶后去掉金属层，然后在有机聚合物波导芯层上旋涂有机聚合物波导上包层材料，烘干并交联反应后即得到低损耗有机聚合物阵列波导光栅波分复用/解复用器。

低损耗有机聚合物阵列波导光栅的蒸汽回溶制备方法

技术领域

本发明属于光通信系统中波分复用/解复用器的制备方法,涉及一种有机聚合物阵列波导光栅。

背景技术

波分复用(WDM)技术是解决宽带、大容量光纤网络通信的一种有效方法。复用/解复用器是构造波分复用系统的关键器件。现在实用的复用器包括光纤布拉格光栅滤波器型、多层薄膜滤波器型和阵列波导光栅型。其中,阵列波导光栅被认为是最有发展前途的一种适用于密集型波分复用系统的新型光波分复用器件。阵列波导光栅可以工作在高阶衍射,因此它的总尺寸很小但却有很好的毫微米量级的波长分辨率。阵列波导光栅不仅可以用作复用器、解复用器、波长路由器,而且具有波长间隔小、利于集成、信道数多、串扰低、输出平坦等特点,是光纤网络中许多功能模块的重要组成部分。

目前,许多研究者都在着力研究硅基有机聚合物阵列波导光栅器件,这种器件具有价格便宜、工艺简单、透明性好、偏振不灵敏以及热稳定性好等优点,使其在与无机阵列波导光栅器件的竞争中处于有利的地位。目前在日本、美国、德国等一些发达国家都在积极开展有机聚合物阵列波导光栅器件的研究工作,并已取得了许多重要的进展,一些主要的指标正逐渐达到无机阵列波导光栅器件的水平。

有机聚合物阵列波导光栅器件主要是通过旋涂的方法形成波导包层和芯层,再通过传统的光刻和反应离子刻蚀技术形成条形或者脊形的波导芯,方法简单,对仪器设备的要求低,因而受到普遍的欢迎。但是,在反应离子刻蚀工艺后,波导芯侧壁是比较粗糙的,没有理论中的平滑界面,而这种粗糙的波导侧壁是引起光在传输过程中散射损耗的主要原因,这种散射损耗的存在增加了阵列波导光栅器件的总损耗。

聚合物波导芯层侧壁的粗糙度在反应离子刻蚀后一般大于 200nm,

由之引起的散射损耗大约 1.5-2.5dB/cm。

实验证明，有机聚合物材料的不均匀性、薄膜的裂缝和气泡，空气中微尘，光刻版图形波导边缘的精确程度与理论上有一定的差距，铝膜的不致密，光刻精度、显影的误差都会使波导边缘不是很平整，加上有机聚合物薄膜相对无机薄膜更加柔软，故在反应离子刻蚀后，刻蚀气体离子的轰击以及侧向刻蚀，都容易造成有机聚合物波导芯侧壁的粗糙。

发明内容

由于背景技术刻蚀工艺带来有机聚合物光波导侧壁的粗糙，使波导侧壁存在较大的散射损耗，从而导致有机聚合物阵列波导光栅波分复用/解复用器件有较大的插入损耗等问题，为了解决上述问题本发明的目的是要减少光在传输过程中由波导侧壁引起的散射损耗，降低波分复用/解复用器件的插入损耗，提供一种经济快捷的制备低损耗有机聚合物阵列波导光栅的蒸汽回溶制备方法。

本发明制作低损耗有机聚合物阵列波导光栅的蒸汽回溶方法，其工艺步骤如下：在硅衬底上先用旋涂法涂覆有机聚合物波导下包层材料后进行烘干和热交联反应，然后旋涂有机聚合物波导芯层材料并烘干和热交联反应；再在有机聚合物波导芯层材料上蒸发或溅射金属膜并涂覆光刻胶进行光刻，利用光刻板的不透光区对紫外光进行选择性的遮挡，曝光后去掉光刻板并显影，同时将光刻板上的阵列波导光栅图形转移到光刻胶和金属膜上；然后进行氧反应离子刻蚀，同时对光刻胶和有机聚合物波导芯层进行刻蚀，当露出金属层后继续对有机聚合物波导芯层刻蚀到一定的厚度，形成阵列波导光栅的有机聚合物波导芯层；将制成的有机聚合物波导芯层置于密闭的饱和有机蒸汽容器中，在 50-70 度的温度下对有机聚合物波导芯层侧壁的凹凸部位进行回溶处理，时间为 50-90 分钟，对有机聚合物波导芯层侧壁带有凹凸部位进行回溶，在蒸汽的作用下凹凸部位逐渐溶化回缩，从而形成比较光滑的有机聚合物波导芯层侧壁；在回溶后去掉金属层，然后在有机聚合物波导芯层上旋涂有机聚合物波导上包层材料，烘干并交联反应后即得到低损耗有机聚合物阵列波导光栅波分复用/解复用器。

本发明的优点：

由于采用本发明的蒸汽回溶技术，减小了有机聚合物阵列波导光栅的波导侧壁粗糙度，有效地降低了光在波导中传输由于波导侧壁粗糙引起的散射损耗，从而可以制作出低损耗有机聚合物阵列波导光栅波分复

用/解复用器件，使阵列波导光栅的总损耗减小了 5-10dB。

本发明使用的金属层掩膜技术不但可以在氧反应离子刻蚀时保护有机聚合物波导芯层，使之与设计值相符，也在蒸汽回溶过程中保护有机聚合物波导芯层的上表面不被回溶处理。

阵列波导光栅器件工作在 1550nm 附近，如果侧壁的粗糙度达到 150-200nm 的时候，如图 3 为回溶处理前的有机聚合物阵列波导光栅的波导侧壁，它在波导侧壁的散射损耗是比较大的。例如本发明制作的有机聚合物阵列波导光栅，信道数为 33×33，工作的中心波长为 1.55μm，通道间隔 0.8nm，其由波导侧壁粗糙带来的散射损耗为 6-10dB。利用本发明的蒸汽回溶技术，通过选用适当溶剂作为蒸发气体，在一定的温度和控制时间的控制下，对未旋涂上包层的有机聚合物波导芯层进行回溶处理后，相应的散射损耗可以降低到 2-3dB 以内。利用本发明制备的有机聚合物阵列波导光栅波导侧壁回溶后电子显微镜照片如图 4 所示，显示有机聚合物波导芯层侧壁的粗糙度已由图 3 的 200nm 左右降至 20nm 左右。本发明解决了上述背景技术中有机聚合物波导刻蚀后侧壁粗糙度大的问题，散射损耗降至 0.3-0.5dB/cm。

附图说明

图 1 是本发明有机聚合物阵列波导光栅平面结构示意图

图 2a、图 2b、图 2c、图 2d 是本发明所述制备有机聚合物阵列波导光栅器件的工艺流程图；

图 3 是本发明有机聚合物阵列波导光栅波导侧壁回溶前电子显微镜照片；

图 4 是本发明有机聚合物阵列波导光栅波导侧壁回溶后电子显微镜照片。

具体实施方式

有机聚合物阵列波导光栅的输入波导、输出波导可根据需要进行设计，阵列波导一般由 100-500 条光波导组成，具体数目可根据实际使用材料和工艺条件确定。阵列波导光栅的光学原理是：相邻阵列波导的长度差为常数，由光纤耦合进入输入波导的多波长光经两个罗兰园后功率按光栅衍射理论分布，根据阵列波导光栅衍射远场的模式分布的公式，可以得到不同的波长输出在相应的输出波导中。

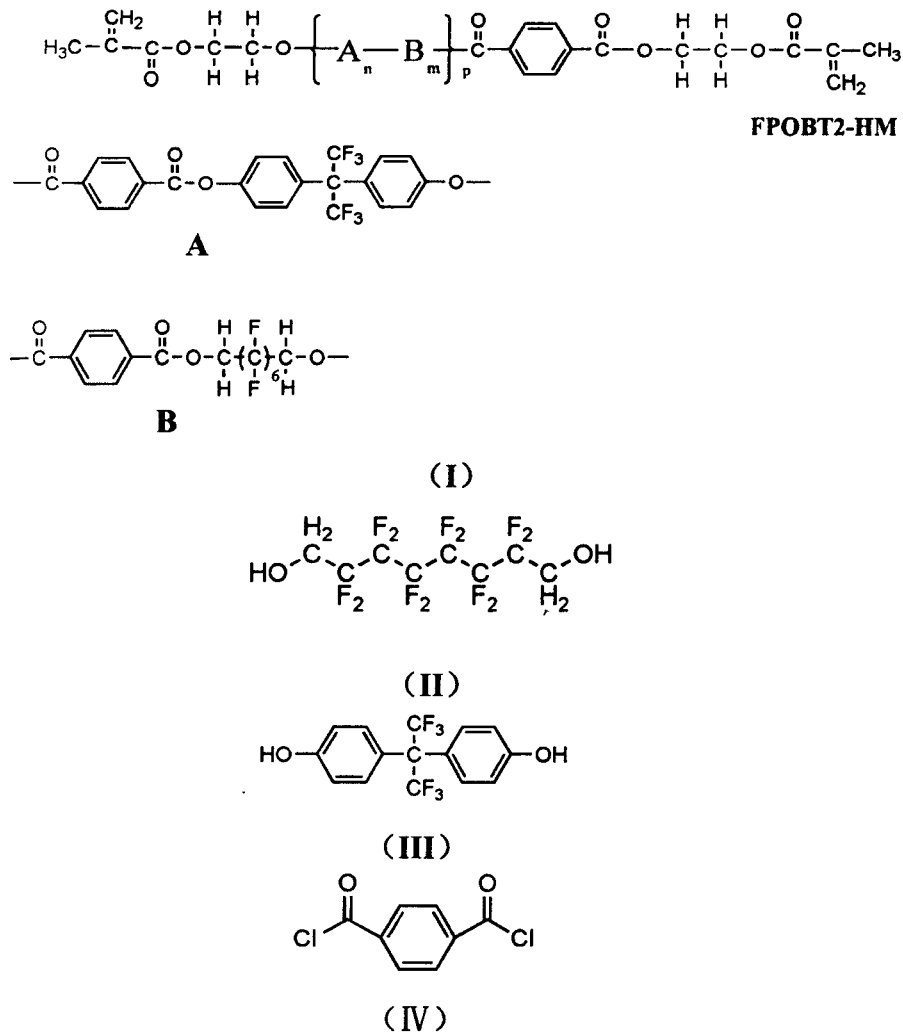
本发明制作低损耗有机聚合物阵列波导光栅的蒸汽回溶方法，其工艺步骤如下：在硅衬底 1 上先用旋涂法涂覆有机聚合物波导下包层材料 2

后进行烘干和热交联反应,然后旋涂有机聚合物波导芯层材料 3 并烘干和热交联反应;再在有机聚合物波导芯层材料 3 上蒸发或溅射金属膜 4 并涂覆光刻胶 5 进行光刻,利用光刻板 6 的不透光区 7 对紫外光 8 进行选择性的遮挡,如图 2a 所示。曝光后去掉光刻板 6 并显影,从而将光刻板上的图形转移到光刻胶 5 和金属膜 4 上。然后进行氧反应离子刻蚀 9,如图 2b 所示。氧反应离子刻蚀时光刻胶 5 和有机聚合物波导芯层 4 同时被刻蚀,由于光刻胶比较薄,所以很快将光刻胶层刻蚀掉,露出金属层 4。由于金属层 4 在氧反应离子刻蚀过程中有很好的掩膜作用,因此未被遮掩的部分继续被刻蚀,遮掩的部分被保护起来。当反应离子刻蚀完成后形成图 2c 所示的结构。其中有机聚合物波导芯层 11 的侧壁即是待处理的粗糙面。将制成的有机聚合物波导芯层 11 置于密闭的饱和有机蒸汽中,在一定的温度下(50 度-70 度)进行回溶处理,时间为 50 分钟-90 分钟。在回溶过程中,金属层 4 会继续阻挡蒸汽 10 对有机聚合物波导上表面的回溶,而仅对有机聚合物波导芯层 11 侧壁带有凹凸部位进行回溶,在蒸汽 10 的作用下凹凸部位逐渐溶化回缩,从而形成比较光滑的有机聚合物波导芯层侧壁,如图 2c 所示;在回溶后去掉金属层 4,然后在有机聚合物波导芯层 11 上旋涂有机聚合物波导上包层材料 12,烘干并交联反应后即得到低损耗有机聚合物阵列波导光栅波分复用/解复用器,如图 2d 所示。

本发明有机聚合物阵列波导光栅的波导包层和芯层材料是有机聚合物材料,在旋涂前均呈溶液状态,需要经过 0.4 微米及 0.4 微米以下的过滤器过滤;有机聚合物波导包层材料采用氟化聚合物材料如氟化聚酯、氟化聚醚、氟化聚酰亚胺或氟化苯乙烯与甲基丙烯酸环氧丙酯的共聚物,也可以用不含氟的有机聚合物材料;有机聚合物波导芯层材料是在上面所述的有机聚合物波导包层材料中加入高折射率调节剂或调节合成有机聚合物波导包层材料反应物的配比来构成高折射率的有机聚合物材料,所用的有机聚合物波导芯层材料的折射率在 1.46-1.60 之间(1.55 μm 波长下),以满足不同阵列波导光栅器件需求。

本发明所选用有机聚合物材料可以为以下 A, B, C 三种:

A, 有机聚合物波导包层和波导芯层材料是一种氟化聚酯,其分子结构式如通式 (I) 所示:



上述氟化聚酯通过结构式 (II)、(III) 和 (IV) 单体的不同比例形成具有不同折射率的有机聚合物用作波导包层材料和波导芯层材料。有机聚合物波导包层材料的折射率为 1.46，有机聚合物波导芯层折射率在 1.46~1.54 之间(1.55 μm 波长下)。

B, 有机聚合物波导包层和波导芯层材料可以是五氟苯乙烯与甲基丙烯酸环氧丙酯的共聚物, 其分子结构式如通式 (V) 所示, 通式 (VI) 为高折射率调节剂, 有机聚合物波导包层材料由通式 (V) 组成, 折射率为 1.47 (1.55 μm 波长下)。在有机聚合物波导包层材料中加入高折射率调节剂 (VI), 控制高折射率在整个材料中的含量, 使得有机聚合物波导芯层材料的折射率在 1.47~1.55 之间 (1.55 μm 波长下)。

兰圆 1-2 的两端分别与输入波导 1-1 和阵列波导 1-3 连接，罗兰圆 1-4 的两端分别与阵列波导 1-3 和输出波导 1-5 连接。

综上所述，有机聚合物阵列波导光栅器件具有制作工艺简单、成本低、双折射较小、折射率易控制及偏振不灵敏等优点，可采用传统的光刻技术和反应离子刻蚀（RIE）技术来实现工艺。由于有机聚合物材料内部的无序性以及柔软性，使得反应离子刻蚀后的有机聚合物波导侧壁容易粗糙，因此刻蚀后的有机聚合物波导在适当的饱和溶剂蒸汽中，在最优化的时间和温度下，进行回溶处理，得到侧壁比较平滑的有机聚合物波导芯层，进而制备出低损耗的阵列波导光栅器件。该发明适合于生产低成本、高性能有机聚合物阵列波导光栅器件，为有机聚合物阵列波导光栅的实用化提供了一条可靠的途径。

实施例 1，选择上述有机聚合物材料 C，其溶液制备过程如下：取甲基丙烯酸甲酯与甲基丙烯酸环氧丙酯共聚物作为有机聚合物波导下包层材料 2（如通式 VII 所示），经测试，该材料在 $1.55\mu\text{m}$ 处的折射率为 1.483。用双酚 A 环氧树脂作为高折射率调节剂（如通式 VI 所示），掺入到有机聚合物波导包层材料中，形成有机聚合物波导芯层材料 3，调节双酚 A 环氧树脂的百分含量，控制有机聚合物波导芯层折射率为 1.495，使形成的有机聚合物波导为单模传输波导。在有机聚合物波导包层和波导芯层材料中加入一定量的乙酸丁酯溶剂进行稀释，混合搅拌，用 0.4 微米的过滤器过滤，调节其浓度，使之可以缓慢流动，备用。

旋涂方式：

将有机聚合物材料 C 制备的有机聚合物波导下包层材料 2 涂于处理过的硅衬底 1 上，以 2500 转/分钟的转速旋转，旋转时间为 30 秒，然后进行烘干，得到厚度为 10 微米的有机聚合物波导下包层 2；再将有机聚合物波导芯层材料 3 以 3500 转/分钟的转速旋涂于有机聚合物波导包层材料 2 上，使有机聚合物波导芯层材料 3 的厚度在 6 微米范围内，烘干后蒸镀一层 50nm 的铝膜 4，然后旋涂光刻胶 5，光刻胶 5 前烘后用阵列波导光栅光刻板 6 进行光刻、显影，将光刻板上的阵列波导光栅图形转移到光刻胶 5 上，通过显影进一步将阵列波导光栅图形转移到铝膜 4 上。

反应离子刻蚀：

将以上制备的样品放置于反应离子刻蚀机中，在氧气条件下进行反应离子刻蚀 9，光刻胶 5 首先被刻蚀掉，露出铝膜 4，由于铝膜在氧气的

氛中的反应离子刻蚀时，铝会与氧气反应，在表面形成一层氧化铝，阻挡住氧气与其下面的有机聚合物芯层材料 3 反应，从而起到很好的掩膜作用，可以保证制作的有机聚合物波导的端面形状。反应离子刻蚀 9 的入射微波功率 50 瓦，反射功率<1 瓦时，刻蚀时间为 40-60 分钟。

蒸汽回溶

将以上制备的样品放置于密闭的乙酸丁酯饱和蒸汽中，注意在回溶的时候覆盖在有机聚合物波导芯层上的铝掩膜 4 不可去掉，否则原本平滑的有机聚合物波导芯层上表面由于回溶有可能变得不平整。在 50 度、90 分钟或 70 度、50 分钟条件下，对样品进行回溶处理。回溶结束并冷却后，用氢氧化钠溶液腐蚀去除铝膜 4，再在样品上旋涂有机聚合物上包层材料 12，上包层的厚度在 7 微米之内，以盖住有机聚合物波导芯层为准。这样就制备出符合设计要求的低损耗的有机聚合物阵列波导光栅器件。

实施例 2：选择上述有机聚合物材料 A，取氟化聚酯化合物 (I) 溶于 N，N—2 甲基甲酰胺中，经 0.4 微米膜过滤后浓缩至浓度为 15%，作为有机聚合物波导包层材料，备用。

取氟化聚酯化合物作为有机聚合物波导芯层材料溶于 N，N—2 甲基甲酰胺中，经 0.4 微米膜过滤后浓缩至浓度为 15% 做为有机聚合物波导芯层材料，备用。

旋涂方式、反应离子刻蚀、蒸汽回溶（选用 N，N—2 甲基甲酰胺蒸汽）步骤同实施例 1。

实施例 3：选择上述有机聚合物材料 B，取五氟苯乙烯与甲基丙烯酸环氧丙酯的共聚物的溶液（如通式 V 所示）（五氟苯乙烯与甲基丙烯酸环氧丙酯的共聚比为 6：4）作为有机聚合物波导包层材料，溶剂为乙酸丁酯溶液。用双酚 A 环氧树脂作为高折射率调节剂（如通式 VI 所示），掺入到有机聚合物波导包层材料中，形成有机聚合物波导芯层材料备用。

旋涂方式、反应离子刻蚀、蒸汽回溶（选用乙酸丁酯蒸汽）步骤同实施例 1。

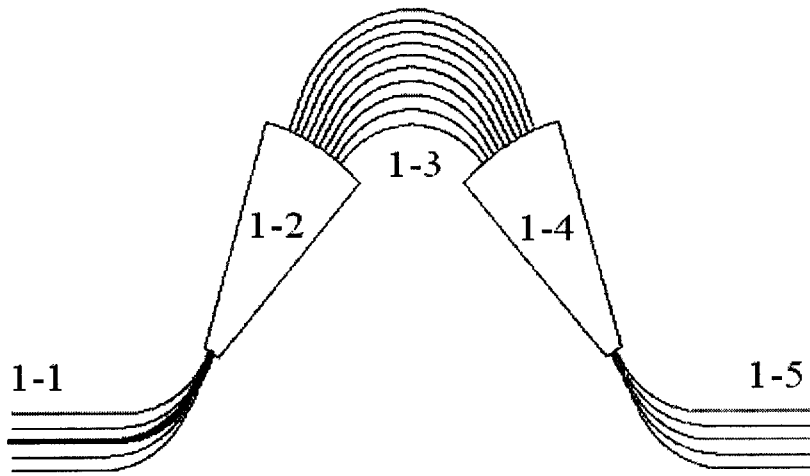


图 1

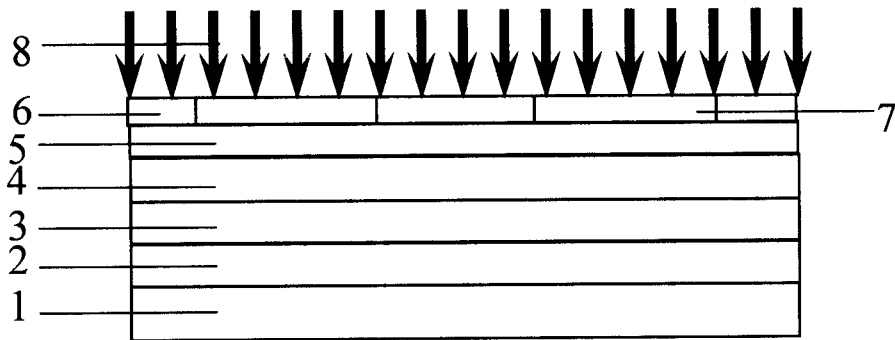


图 2a

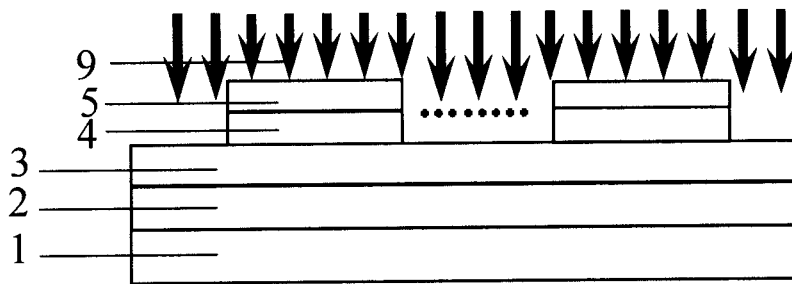


图 2b

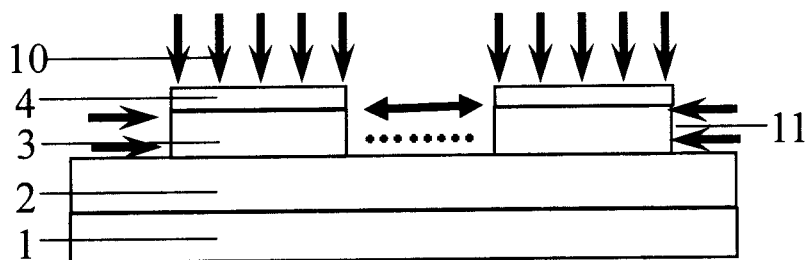


图 2c

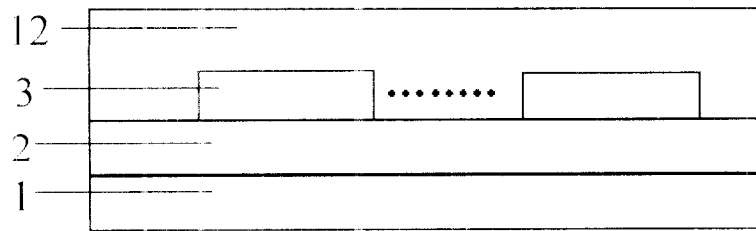


图 2d

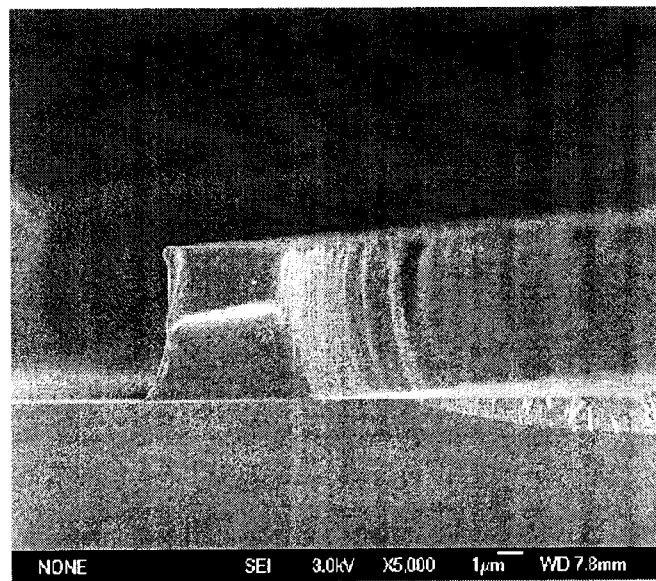


图 3

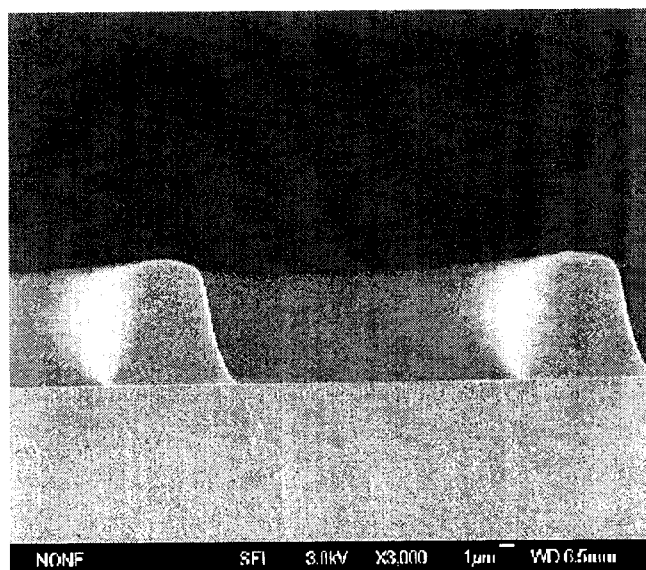


图 4