# Mikro- und Nanostrukturierung von Lithiumniobat

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades doctor rerum naturalium

- Dr. rer. nat. -

vorgelegt dem Rat der Physikalisch-Astronomischen Fakultät der Friedrich-Schiller-Universität Jena

von Diplom Physiker Holger Hartung geboren am 20.03.1976 in Jena

### Gutachter

- 1. Prof. Dr. Andreas Tünnermann
- 2. Prof. Dr. Michael Köhler
- 3. PD Dr. Axel Schindler
- Tag der Disputation: 13.04.2010

You surely are a truly gifted kid But you're only good as The last great thing you did

Prefab Sprout, Moving The River

# Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis 3			
Ei	nleit	tung	6
1	Litł	hiumniobat	9
	1.1	Materialeigenschaften	10
		1.1.1 Kristallstruktur	10
		1.1.2 Optische Eigenschaften	11
	1.2	Strukturierung	13
		1.2.1 Strukturierung durch Trockenätzprozesse	13
		1.2.2 Nasschemische Strukturierung	15
		1.2.3 Membranherstellung	17
		1.2.4 Strukturierung durch Kurzpulslaser	17
2	Ion	Beam Enhanced Etching - IBEE	19
	2.1	Ionenbestrahlung	19
	2.2	Nasschemisches Ätzen	22
	2.3	Laterale Strukturierung	23
	2.4	Vertikale Strukturierung	24
	2.5	Ausheilung	26
	2.6	Volumenausdehnung und Spannungen	27
3	Exp	perimentelle Bedingungen	29
	3.1	Verstärktes Ätzen nach Ionenbestrahlung	29
		3.1.1 Bestrahlung	29
		3.1.2 Nasschemisches Ätzen	30
		3.1.3 Ausheilung	30
	3.2	Maskenherstellung	30
		3.2.1 Beschichtung	30
		3.2.2 Lithographie	31
		3.2.3 Chromstrukturierung – RIE	31
		3.2.4 Quarzglasstrukturierung – ICP-RIE	32
	3.3	Ein- und Auskopplung an Wellenleitern	33
	3.4	Allgemeine Probenpräparation	33
	3.5	Stirnflächenpräparation	34
	3.6	m-Linien-Spektroskopie	34

#### INHALTSVERZEICHNIS

Mas	skenherstellung	35
4.1	Maskenmaterial	35
4.2	Verfahren zur Maskenherstellung	36
4.3	Strukturierung von Chrommasken	39
4.4	Strukturierung von Quarzglasmasken	40
	4.4.1 Variation des Flankenwinkels	42
4.5	Rauheit der Maske	44
4.6	Zusammenfassung	45
Sim	ulation der Bestrahlung und des Ätzens	46
5.1	Simulation der Bestrahlung	46
	5.1.1 Ideale Maske	49
	5.1.1.1 Simulation einer zweidimensionalen Geometrie	50
	5112 Simulation einer dreidimensionalen Geometrie	52
	5.1.2 Beale Maske	54
5.2	Simulation des Ätzvorganges	56
0.2	5.2.1 Zweidimensionale Ätzsimulation	56
	5.2.2 Droidimongionale Atzsimulation	58
52	Mohrfachhogtrahlung und Ätzung	50
5.0 5.4	Zugemmenfeggung	60
0.4		00
Pho	otonische Kristalle	61
6.1	Design	62
	6.1.1 Betrachtungen zur Kristallausrichtung	65
6.2	Herstellung	66
	6.2.1 Optimierung der Elementgeometrie	67
	6.2.2 Mechanische Spannung	68
6.3	Optische Messungen	71
	6.3.1 Defektwellenleiter	71
	6.3.2 Bandstruktur und Transmission	72
	6.3.3 Evaneszente Kopplung	75
	6.3.4 Einkopplung durch Wellenleiter	76
	6.3.5 Stirnflächenkopplung	76
	6.3.6 Auskopplung	78
	6.3.7 Ergebnisse der Transmissionsmessung	80
Wel	llenleiter und diffraktive Bauelemente	82
7.1	Rippenwellenleiter	82
	7.1.1 Schichtcharakterisierung und Wellenleiterdesign	83
	7.1.2 Herstellung	84
	7.1.3 Wellenleitercharakterisierung	84
7.2	Freitragende Wellenleiter	87
73	"V-Groove"-Wellenleiter	88
()		
7.3 7.4	Beugungsgitter	89
$7.3 \\ 7.4 \\ 7.5$	Beugungsgitter	89 91
	<ul> <li>4.1</li> <li>4.2</li> <li>4.3</li> <li>4.4</li> <li>4.5</li> <li>4.6</li> <li>Sim</li> <li>5.1</li> <li>5.2</li> <li>5.3</li> <li>5.4</li> <li>Pho</li> <li>6.1</li> <li>6.2</li> <li>6.3</li> <li>We</li> <li>7.1</li> <li>7.2</li> </ul>	<ul> <li>4.1 Maskenmaterial</li> <li>4.2 Verfahren zur Maskenherstellung</li> <li>4.3 Strukturierung von Chrommasken</li> <li>4.4 Strukturierung von Quarzglasmasken</li> <li>4.4.1 Variation des Flankenwinkels</li> <li>4.5 Rauheit der Maske</li> <li>4.6 Zusammenfassung</li> <li>Simulation der Bestrahlung und des Ätzens</li> <li>5.1 Simulation der Bestrahlung</li> <li>5.1.1 I deale Maske</li> <li>5.1.2 Simulation einer zweidimensionalen Geometrie</li> <li>5.1.2 Simulation einer dreidimensionalen Geometrie</li> <li>5.1.2 Simulation des Ätzsimulation</li> <li>5.2.2 Dreidimensionale Ätzsimulation</li> <li>5.2.1 Zweidimensionale Ätzsimulation</li> <li>5.2.2 Dreidimensionale Ätzsimulation</li> <li>5.3 Mehrfachbestrahlung und Ätzung</li> <li>5.4 Zusammenfassung</li> <li>Photonische Kristalle</li> <li>6.1 Design</li> <li>6.2.1 Optimierung der Elementgeometrie</li> <li>6.2.2 Mechanische Spannung</li> <li>6.3 Optische Messungen</li> <li>6.3.1 Defektwellenleiter</li> <li>6.3.2 Bandstruktur und Transmission</li> <li>6.3.4 Einkopplung</li> <li>6.3.5 Stimflächenkopplung</li> <li>6.3.6 Auskopplung</li> <li>6.3.7 Ergebnisse der Transmissionsessung</li> <li>7.1 Schichtcharakterisierung und Wellenleiterdesign</li> <li>7.1.3 Wellenleiter</li> <li>7.1.3 Wellenleiter</li> <li>7.2 Freitragende Wellenleiter</li> <li>7.3 Wellenleitercharakterisierung</li> <li>7.2 Freitragende Wellenleiter</li> </ul>

### 4

93

#### INHALTSVERZEICHNIS

Literaturverzeichnis 9			
9	Anh 9.1 9.2 9.3 9.4 9.5	angTheoretische Beschreibung photonischer Kristalle und BandstrukturBestimmung der optimalen Parameter des AuskoppelgittersMessaufbau RippenwellenleiterMessaufbau DefektwellenleiterAbkürzungsverzeichnis	<b>105</b> 105 107 108 109 110
Danksagung 111			111
Ehrenwörtliche Erklärung 12			112

# Einleitung

In den Informations- und Kommunikationstechnologien des neuen Jahrhunderts wird die Kontrolle von Licht eine entscheidende Rolle spielen. Hierbei wird der mikro- und nanostrukturierten Optik eine besondere Bedeutung für eine Vielzahl von Anwendungen zukommen, da sie die Kontrolle des Lichtes auch auf kleinsten Längenskalen ermöglicht. Ein spezielles Teilgebiet – die Optik in photonischen Kristallen – hat in den letzten Jahren eine rasante Entwicklung erfahren. Das Konzept des photonischen Kristalls, die Kontrolle des Lichtes durch periodische Strukturen, wurde erst 1987 theoretisch untersucht [1, 2] und führte in der folgenden Zeit zur Realisierung vieler neuer integriert-optischer Bauelemente. Als Beispiel seien Wellenleiterstrukturen mit spezieller Dispersionrelation zur Erzeugung von langsamen Licht oder Resonatoren mit sehr hoher Güte genannt. Die Strukturgrößen von photonischen Kristallen bewegen sich in der Größenordnung der Wellenlänge des verwendeten Lichtes. Ihre speziellen Eigenschaften entspringen der Wechselwirkung des Lichtes mit der photonischen Bandlücke, einem Bereich des Wellenlängenspektrums in dem die Lichtausbreitung im photonischen Kristall in bestimmte oder alle Raumrichtungen verboten ist. Realisierungen von photonischen Kristallen erfolgten zumeist in Form einer photonischen Kristallmembran (photonic crystal slab) – Luftlöcher in einem Schichtwellenleiter – in Gläsern oder Halbleitermaterialien, was in der Verwendung von lithographischen Verfahren zur Strukturerzeugung begründet liegt. Bisher stand die Untersuchungen der linearen Wechselwirkung des Lichtes mit diesen Medien im Mittelpunkt des Interesses. Bei Verwendung intensiver Laserstrahlung ergibt sich jedoch bei bestimmten Materialien, wie einigen Polymeren und optischen Kristallen, eine starke Nichtlinearität der Wechselwirkung. Photonische Kristalle in solchen nichtlinearen Materialien zeigen, neben den linearen Effekten, eine Reihe von, aus der Nichtlinearität des Materials herrührenden Phänomenen, welche sich zur Realisierung neuartiger Bauelemente benutzen lassen. Ein Standardmaterial der nichtlinearen Optik ist Lithiumniobat. Es ist in hoher optischer Qualität gut verfügbar und zeigt, neben der von allen optischen Kristallen höchsten, Nichtlinearität eine Reihe weiterer interessanter Eigenschaften. Zur Strukturierung dieses Materials sind in der Literatur viele Verfahren untersucht worden, wobei eine Vielzahl von Technologien zur Herstellung von Wellenleitern genutzt

wird, darunter Trockenätzverfahren wie IBE<sup>1</sup> [3], RIBE<sup>2</sup> [4], RIE<sup>3</sup> [5], ICP-RIE<sup>4</sup> [6] und nasschemische Ätzverfahren [7, 8]. Auf Grund der hohen chemischen Beständigkeit von Lithiumniobat zeigen sich jedoch für die Herstellung von Sub-Mikrometer-Strukturen, wie photonischen Kristallen, die Grenzen der Technologien, welche bei Gläsern und Halbleitern noch zu zufriedenstellenden Ergebnissen führen.

Photonische Kristallstrukturen in Lithiumniobat wurden bisher nur von wenigen Arbeitsgruppen demonstriert, wobei die Herstellung der Lochstrukturen auf unterschiedliche Art realisiert wird. Hu et al. [9] und Ulliac et al. [10] benutzen verschiedene Trockenätzverfahren (ICP-RIE bzw. RIE nach Protonenaustausch), Lacour et al. [11] verwenden die FIB<sup>5</sup>-Technologie. All diese Methoden zeigen verschiedene Schwächen, die sich auf die optische Funktion der photonischen Kristallstrukturen auswirken. Die immer auftretende konische Lochform führt zu einer unerwünschten Veränderung der optischen Funktion der photonischen Kristalle. Lediglich Lacour et al. [11] konnten bisher eine photonische Kristallmembran herstellen. Die vertikale Führung wurde durch die Technik des Protonenaustausches realisiert, welcher jedoch nur einen geringen Brechzahlsprung von maximal 0,1 erzeugt [12]. Durch die daraus resultierende schwache Führung des Lichtes kommt es zu relativ hohen Abstrahlverlusten in das Substrat [13]. Wünschenswert wäre eine starke vertikale Führung, wie sie nur durch eine starke Brechzahlabsenkung möglich ist. Ein vorgestelltes Konzept dafür ist die Herstellung einer dünnen Membran, die anschließend auf ein niedrigbrechendes Material aufgebracht wird [14, 15, 16].

Von den in der Literatur vorgestellten Strukturierungsmethoden ist die Technik des verstärkten Ätzens nach Ionenbestrahlung (Ion Beam Enhanced Etching, IBEE) die vielversprechendste Methode zur Herstellung photonischer Kristalle, die die qualitativen Anforderungen an die Strukturgeometrie erfüllen. Der 1978 durch Kawabe [17] vorgestellte IBEE-Prozess beruht auf einer nasschemische Entfernung von zuvor durch Ionenbestrahlung in ihrer Kristallstruktur geschädigten Bereichen. Die Technik wurde zunächst zur Herstellung von Wellenleitern genutzt. Durch die Kombination mit einer lithographischen Maskentechnologie ist die Herstellung von Bauelementen mit Strukturgrößen im Submikrometerbereich möglich. Außerdem kann durch eine geeignete Wahl der Bestrahlungsparameter eine dreidimensionale Strukturierung realisiert werden, was die Herstellung einer freischwebenden Membran ermöglicht. Eine mit Löchern versehene freischwebende Membran stellt die ideale Realisierung einer photonischen Kristallmembran in Lithiumniobat dar.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>IBE: Ion-Beam-Etching, Ionenstrahlätzen

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>RIBE: Reactive-Ion-Beam-Etching, Reaktives Ionenstrahlätzen

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup>RIE: Reactive-Ion-Etching, Reaktives Ionenätzen

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup>ICP-RIE: Inductively-Coupled-Plasma-RIE, Induktiv gekoppeltes Plasma-RIE

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup>FIB: Focused-Ion-Beam(-Etching), (Ätzen mit) fokussiertem Ionenstrahl

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Anwendung der IBEE-Technik auf die Herstellung von verschiedenen optischen Elementen, darunter photonischen Kristallen, in Lithiumniobat untersucht. Es wurde die Entwicklung einer an die Anforderungen der IBEE-Technik angepassten Maskentechnologie sowie eine Simulation des Prozesses durchgeführt. Hierbei wurden die Grenzen der Technik im Hinblick auf minimale Strukturgrößen und Strukturgualität analysiert. In Kapitel 1 wird zunächst das Material Lithiumniobat mit seinen Eigenschaften und die bisher in der Literatur untersuchten Strukturierungsverfahren vorgestellt. Kapitel 2 stellt die Funktionsweise des IBEE-Prozesses vor und beschreibt die im Vorfeld dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen zur Anwendung von IBEE in Lithiumniobat. In Kapitel 3 sind die experimentellen Bedingungen aller verwendeten Prozesse des IBEE-Verfahrens, der zur Maskenherstellung verwendeten Prozesse sowie aller weiteren verwendeten Methoden und Technologien zusammengefasst. Kapitel 4 beschäftigt sich mit der Maskenherstellung. Es werden die Anforderungen an die Masken und die zu ihrer Erfüllung nötigen Entwicklungen der Herstellungsprozesse untersucht. In Kapitel 5 wird die durchgeführte Simulation des Bestrahlungs-, Ausheilungs- und Ätzvorganges beschrieben. Diese Simulation ermöglicht die Voraussage der Geometrie der Bauelemente aus den Prozessparametern und umgekehrt die Ermittlung von Parametern zu Erreichung einer optimalen Elementgeometrie. In Kapitel 6 wird die Anwendung der Technik zur Herstellung von photonischen Kristallmembranen und ihre optische Charakterisierung beschrieben. Kapitel 7 zeigt die Herstellung verschiedener Wellenleiter- und diffraktiver Elemente in Lithiumniobat mittels IBEE. Abschließend erfolgt eine Zusammenfassung der Arbeit und ein Ausblick auf weitere Anwendungen der IBEE-Technik.

Der Prozess der Bestrahlung, und teilweise der Ätzung, der Proben wurden am Institut für Festkörperphysik der Friedrich-Schiller-Universität Jena durchgeführt, was bedeutet, dass diese Arbeit in enger Kooperation mit diesem Institut erfolgte.

# Kapitel 1 Lithiumniobat

In diesem Kapitel wird Lithiumniobat als optisches Material vorgestellt. Dabei wird auf die Eigenschaften dieses Materials eingegangen, aus denen sich vielfältige Verwendungsmöglichkeiten ergeben. Weiterhin werden die bisherigen Ansätze zur Strukturerzeugung vorgestellt.

Lithiumniobat ( $LiNbO_3$ , LN) ist eines der am häufigsten verwendeten und untersuchten kristallinen Materialien in der integrierten Optik. Alternative nichtlineare Materialien sind Lithiumtantalat ( $LiTaO_3$ , LT) und Kaliumtitanylphosphat ( $KTiOPO_4$ , KTP), wobei LT eine geringere Nichtlinearität gegenüber Lithiumniobat aufweist und die Herstellung von ausreichend großen KTP-Kristallen und Wafern schwierig ist. Die physikalischen Eigenschaften von Lithiumniobat waren und sind Gegenstand zahlreicher Untersuchungen. Die erste Erwähnung von Lithiumniobat als optisches Material datiert auf das Jahr 1949, Matthias and Remeika [18] untersuchten seine ferroelektrischen Eigenschaften<sup>1</sup>. Die optische Nichtlinearität wurde erstmals 1965 von Smith et al. zur Erzeugung der zweiten Harmonischen verwendet [19]. In den folgenden Jahren wurden zahlreiche Ergebnisse zu den physikalischen Eigenschaften von Lithiumniobat veröffentlicht. Eine sehr umfassenden Zusammenstellung dieser Eigenschaften wurde 1985 von Weis und Gaylord geliefert [20].

Lithiumniobat ist ein in der Natur nicht vorkommendes Material und muss daher künstlich hergestellt werden. Dazu wird das Czochalski-Verfahren verwendet, bei dem Einkristalle aus einer Schmelze von Lithiumoxid ( $Li_2O$ ) und Niobpentoxid ( $Nb_2O_5$ ) gezogen werden [21]. Die Zusammensetzung der Schmelze wird durch den Parameter  $\nu$ bestimmt, der sich aus den Stoffmengenanteilen in der Schmelze ergibt:

$$\nu = \frac{[Li_2O]}{[Li_2O] + [Nb_2O_5]}.$$
(1.1)

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>In der Veröffentlichung ist von  $LiCbO_3$  die Rede, Columbium (Cb) ist eine veraltete, im angelsächsischen Sprachraum aber immer noch gebrauchte, Bezeichnung von Niob.

Der Wert von  $\nu$  liegt im Bereich  $0,445 < \nu < 0,502$ . Es wächst ein Lithiumniobatkristall mit der Stöchiometrie  $Li_aNb_{2-a}O_3$ , wobei in Abhängigkeit der Prozessparameter entweder stöchiometrisches oder kongruentes Lithiumniobat entsteht [22]. Von stöchiometrischem Lithiumniobat spricht man bei einem Verhältnis von Lithium zu Niob von 1:1 (a = 1). Kongruentes Lithiumniobat entspricht einem Wert von a = 0,972. Das Verhältnis von Lithium- zu Niobionen beträgt hierbei 0,946. Die optischen Eigenschaften beider Arten unterscheiden sich nicht stark.

Bei der Kristallzucht werden massive Kristalle erzeugt. Diese Kristalle werden durch Sägen, Schleifen und Polieren in Waferform gebracht. Kommerziell erhältlich sind solche Wafer in verschiedenen Dicken (zumeist 0,5 mm oder 1 mm) bei Durchmessern von bis zu 6 Zoll.

### 1.1 Materialeigenschaften

Der Transparenzbereich von Lithiumniobat erstreckt sich von etwa 350 nm bis etwa 4000 nm, was optische Anwendungen in einem weitem Wellenlängenbereich, beginnend von Ultraviolett bis in den mittleren Infrarotbereich, möglich macht. Des Weiteren ist Lithiumniobat elektro-, elasto- und magnetooptisch sowie piezo-, ferro- und pyroelektrisch. Dies ermöglicht eine Vielzahl von Anwendungen in verschiedensten Bereichen. Außerdem weist Lithiumniobat einen hohen nichtlinearen Koeffizienten auf und ist daher als Material zur Erzeugung zweiter oder höherer Harmonischer sehr interessant.

#### 1.1.1 Kristallstruktur

Lithiumniobat ist ein optisch einachsiger Kristall. Die ausgezeichnete Achse – die Kristallachse – ist die z-Achse. Die Raumgruppe ist R3c H. In der x-y Ebene liegen trigonal angeordnete Sauerstoffionen, wobei die Anordnung der ungeraden Ebenen um  $120^{\circ}$  verdreht ist (Abb. 1.1). Dadurch wird eine hexagonale Zelle aufgespannt. Deren Achsen  $a_1, a_2$  und  $a_3$  besitzen die gleiche Länge, wobei die  $a_1$ -Achse mit der x-Richtung übereinstimmt. Zwischen zwei Dreier-Sauerstoffgruppen befindet sich ein Gitterplatz, welcher von einem Niobion besetzt wird. In der Mitte der nächsten Sauerstoffgruppen mit einem Niobion in der Mitte. Unterhalb der Curietemperatur ( $\approx 1210^{\circ}$ C) ist die Anordnung der Lithium- und Niobionen in Richtung der z-Achse leicht verschoben, woraus sich eine Asymmetrie der Kristallstruktur und dadurch ferroelektrische Eigenschaften ergeben. Die Lithiumionen treten aus der Ebene der Sauerstoffionen heraus und besetzen eine verschobene Position zwischen zwei Sauerstoffebenen. Die Niobionen zeigen ebenfalls eine Verschiebung in z-Richtung. Es ergibt sich in z-Richtung eine Abfolge



Abbildung 1.1: Strukturschema von Lithiumniobat.

von Lithium, Niob, Oktaederlücke, Lithium, Niob, Oktaederlücke usw.

#### 1.1.2 Optische Eigenschaften

Die optischen Eigenschaften von Lithiumniobat können mit einem Indexellipsoid beschrieben werden.

$$\left(\frac{x}{n_o}\right)^2 + \left(\frac{y}{n_o}\right)^2 + \left(\frac{z}{n_e}\right)^2 = 1 \tag{1.2}$$

Die Brechzahl in x- und y-Richtung ist gleich und wird als ordentliche Brechzahl bezeichnet  $(n_o)$ . Die Brechzahl in z-Richtung wird als außerordentliche Brechzahl bezeichnet  $(n_e)$ . Sie ist kleiner als die ordentliche Brechzahl, was Lithiumniobat zu einem negativ doppelbrechenden Material  $(n_e < n_o)$  macht. Bestimmte äußere Einflüsse führen zu einer Verformung dieses Ellipsoids und damit zu einer Brechzahlveränderung. So bewirkt beispielsweise der lineare elektrooptische Effekt (Pockels-Effekt) eine Änderung des Ellipsoids  $\Delta(\frac{1}{n^2})_{ij}$  bei einem äußeren elektrischen Feld  $E_k$ .

$$\Delta(\frac{1}{n^2})_{ij} = \sum_{k=1}^3 r_{ijk} E_k \tag{1.3}$$

Der elektrooptische Tensor  $r_{ijk}$  ist durch Voigt-Notation auf 3x6 Elemente reduzierbar und hat seinen größten Koeffizient in  $r_{33}$ . Er bewirkt eine Änderung der außerordentlichen Brechzahl  $n_e$  bei Existenz eines elektrischen Feldes in z-Richtung. Ein signifikanter Unterschied der Eigenschaften zwischen stöchiometrischem und kongruenten Material tritt lediglich bei der Doppelbrechung auf, wobei kongruentes eine leicht erhöhte ordentliche und eine leicht verringerte außerordentliche Brechzahl aufweist.

In der vorliegenden Arbeit wurde ausschließlich kongruentes Lithiumniobat verwendet. Dessen Brechzahlen sind in Tabelle 1.1 für ausgewählte Wellenlängen dargestellt. Die Brechzahlen für einen großen Teil des Transparenzbereiches finden sich bei Boyd et al. [23]. In der Vergangenheit wurden die Werte für Wellenlängen zwischen 400 und 1100 nm mehrfach korrigiert. Durch die von Hobden et al. [24] angegebenen Sellmeier-Gleichungen können die Brechzahlen berechnet werden.

Wellenlänge [nm]	$n_o$	$n_e$
441,6	$2,\!3875$	2,2887
488,0	$2,\!3489$	$2,\!2561$
$632,\!8$	$2,\!2866$	2,2028
840,0	$2,\!2507$	2,1719
1060,0	2,2323	$2,\!1561$
1150.0	2,2225	2,1519

Tabelle 1.1: Brechzahlen von kongruentem Lithiumni<br/>obat bei $25\,^{\rm o}{\rm C}.$ 

#### Nichtlinearität

Lithiumniobat zeigt einen quadratischen nichtlinearen Effekt.

$$P_{i} = \sum_{j,k=1}^{3} d_{ijk} E_{j} E_{k}$$
(1.4)

Hierbei ist  $P_i$  die nichtlineare Polarisation, die aus den elektrischen Feldern  $E_j$  und  $E_k$  entsteht und  $d_{ijk}$  der nicht reduzierte Tensor der Nichtlinearität. Der durch Voigt-Notation auf 3x6 Elemente reduzierte Tensor der Nichtlinearität hat seinen größten Wert in  $d_{33}$ . Das bedeutet, dass die effizienteste Nutzung der Nichtlinearität bei Verwendung von in z-Richtung polarisiertem Licht erfolgt. Dies muss bei der entsprechenden Anwendung berücksichtigt werden. Durch die Dispersion des Materials kommt es zu unterschiedlichen Ausbreitungsgeschwindigkeiten der Grundwelle und der erzeugten zweiten Harmonischen. Der auftretenden Phasenversatz führt zu einer Umkehrung des SHG<sup>2</sup>-Prozesses und unterbindet damit seine effiziente Nutzung. Um den Phasenversatz zu eliminieren, ist eine Phasenanpassung zwischen Grundwelle und zweiter Harmonischer nötig. Dazu sind verschiedene Ansätze wie Winkelphasenanpassung [23] oder Polarisationsphasenanpassung [25] bekannt. Eine weitere, häufig genutzte Variante ist die Verwendung der Quasi-Phasenanpassung (quasi-phase matching, QPM) [26], was jedoch eine periodische Anordnung von +z und -z ausgerichteten Bereichen erfordert. Solch eine Anordnung wird für gewöhnlich durch den Prozess des Polens – der

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>SHG: Second Harmonic Generation, Prozess der Erzeugung der zweiten Harmonischen

Umkehrung der Richtung der Domänen – erzeugt. Das Polen kann mit verschiedenen Methoden durchgeführt werden [27, 28, 29, 30].

# 1.2 Strukturierung

Lithiumniobat ist ein kristallines Material mit einer Mohs-Härte von 5 und weist dadurch eine hohe chemische und mechanische Beständigkeit auf. Mechanische Verfahren können, wie bei anderen Materialien, in begrenztem Umfang auch zur Strukturerzeugung genutzt werden. Die zum Beispiel durch Sägeschnitte herstellbare Strukturgrößen bewegen sich im Bereich von mehreren  $10 \,\mu$ m. Um mikro- oder nanooptische Bauelemente zu erzeugen, ist es notwendig, andere Verfahren zu verwenden. Diese beruhen zumeist auf der Übertragung der Geometrie einer Maske in das Substrat Lithiumniobat. Die Maskenherstellung geschieht dabei vorzugsweise durch die Verwendung von lithographischen Verfahren wie Photo- oder Elektronenstrahllithographie sowie verschiedener Ätzprozesse zur Strukturierung des Maskenmaterials. Die Übertragung der Maskengeometrie in das Substrat erfolgt durch Ätzen. Dabei kann man eine grobe Unterteilung in Trockenätzverfahren und nasschemische Ätzverfahren vornehmen. An nicht zu ätzenden Stellen muss das Material maskiert werden. Eine Sonderstellung nimmt die Methode des Ätzens mittels fokussiertem Ionenstrahl (Focused-Ion-Beammilling, FIB) ein.

In der Literatur wurden eine Vielzahl von Prozessen untersucht und zur Herstellung von mikrooptischen Elementen in Lithiumniobat verwendet. Dabei ist das Ziel der Strukturierung zumeist die Herstellung einer Rippe. Diese Rippe fungiert zusammen mit einer vertikalen Führung des Lichtes als Wellenleiter.

#### 1.2.1 Strukturierung durch Trockenätzprozesse

Bei den Trockenätzverfahren wird in einer Vakuumkammer ein Materialabtrag durch Beschuss mit beschleunigten Ionen und mit elektrisch neutralen freien Radikalen erzeugt. Man kann die Verfahren entsprechen ihrer Wirkungsweise unterteilen in rein physikalische (Sputter-) Ätzverfahren und chemisch unterstützte Ätzverfahren. Ein reines Sputterätzverfahren stellt das Ionenstrahlätzen (Ion-Beam-Etching, IBE) dar. Es erfolgt ein rein physikalischer Abtrag des Substratmaterials, z.B. durch beschleunigte Argonionen, in nicht maskierten Bereichen. Hines und Williams [3] verwendeten dieses Verfahren zur Erzeugung von Wellenleiterstrukturen in Lithiumniobat. Die Verwendung eines reaktiven Ätzgases führt zu den chemisch unterstützten Ätzprozessen. Das reaktive Ionenstrahlätzen (Reactive-Ion-Beam-Etching, RIBE) wurde ebenfalls zur Herstellung von Wellenleiterstrukturen verwendet [3, 4]. Ein weitere Möglichkeit stellt das reaktive Ionenätzen (Reactive-Ion-Etching, RIE) dar. Der RIE-Prozess ist ein häufig verwendetes Verfahren, was sich auch in zahlreichen Veröffentlichungen zur Strukturierung von Lithiumniobat widerspiegelt [5, 31, 32, 33, 34, 35]. Eine Abwandlung des RIE-Prozesses ist der ICP-RIE-Prozess (Inductively-Coupled-Plasma, ICP). Er wurde für Lithiumniobat zur Herstellung von Wellenleiterstrukturen verwendet [9, 6].

Eine spezielle Technik zur Strukturierung stellt das Ätzen mit fokussiertem Ionenstrahl (Focused-Ion-Beam, FIB) dar. Der Ionenstrahl besteht zumeist aus Galliumionen welche eine Sputterwirkung haben. Eine Maske ist aufgrund der lateralen Begrenzung des Ionenstrahls nicht zwingend notwendig, kann aber zur Verbesserung der Strukturqualität beitragen. Mit Hilfe der FIB-Technik können Strukturen direkt in das Substrat geschrieben werden. Hier zeigt sich allerdings auch der Nachteil dieser Technologie: Jede Struktur muss einzeln erzeugt werden. Dadurch ist die Strukturierung großer Bereiche nur mit hohem Zeitaufwand möglich. Lacour et al. [11] und Nellen et al. [36] benutzen diese Technologie um Löcher für photonische Kristallstrukturen in Lithiumniobat herzustellen.



Abbildung 1.2: REM-Bilder von photonischen Kristallstrukturen in Lithiumniobat, hergestellt mitttels FIB (a) [11], ICP-RIE (b) und RIE nach Protonenaustausch (c) und (d) [10].

In Abbildung 1.2 sind REM<sup>3</sup>-Bilder von photonischen Kristallstrukturen in Lithiumniobat zusammengestellt, welche mit verschiedenen Trockenätzprozessen erzeugt wurden. Bei allen Strukturen zeigt sich ein Grundproblem bei der Anwendung des Trockenätzens auf Lithiumniobat. Die hohe Beständigkeit des Materials führt allge-

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup>REM: Rasterelektronenmikroskop

mein zu einer niedrigen Ätzrate bei den verwendeten Prozessen. Gleichzeitig folgt aus der nicht zu vernachlässigenden Ätzrate des Maskenmaterials eine Veränderung der Maskengeometrie während des Ätzvorganges. Die Maske wird dünner und durch die vorhandene isotrope Ätzwirkung verringern sich die Breiten der Strukturen. Diese Maskendegeneration zusammen mit der geringen Ätzrate des Materials bewirkt einen, je nach Prozess unterschiedlich starken, nicht senkrechten Flankenwinkel der Strukturen. Der Flankenwinkel lässt sich in begrenztem Maße erhöhen, indem die Ätzrate des Lithiumniobates erhöht wird. Solch eine Ätzratenerhöhung erreicht man durch Modifikation der Struktur des Materials, wie zum Beispiel durch die Methode des Protonenaustausches [37]. Dabei werden die Lithiumionen durch Protonen ersetzt, wodurch sich beim Ätzvorgang die Ätzrate erhöht [9, 10]. Eine zweite Methode ist die Bestrahlung mit hochenergetischen Ionen [31], wobei die Kristallstruktur geschädigt wird, was ebenfalls zu einer Ätzratenerhöhung führt.

Die nicht senkrechten Flankenwinkel haben bei Anwendungen wie Rippenwellenleitern Einfluss auf das Modenprofil, wobei bei Ausnutzung des elektrooptischen Effektes eine rechteckige Profil des Wellenleiters von Vorteil ist [38]. Bei Strukturen, wie zum Beispiel photonischen Kristallen, die Strukturgrößen im sub-µm Bereich aufweisen, führt dieser Flankenwinkel jedoch zu einer Beeinflussung der optischen Funktion bis hin zu deren Verlust.

#### 1.2.2 Nasschemische Strukturierung

Bei den nasschemischen Verfahren erfolgt der Abtrag durch einen chemischen Ätzvorgang in einem speziellen Ätzbad. Dies kann zum einen unter Verwendung einer Maskierung erfolgen. Eine weitere Möglichkeit ist die Erzielung einer Ätzwirkung durch die beim Trockenätzen zur Erhöhung der Ätzrate angesprochenen Verfahren. Damit kann ein Ätzratenkontrast zwischen unbehandelten und veränderten Bereichen geschaffen werden.

Lithiumniobat ist aufgrund seiner Kristallstruktur äußerst resistent gegenüber chemischen Angriffen. Kristallines Material wird einzig von einer Mischung von hoch konzentrierter Flusssäure und Salpetersäure angegriffen, wobei nur bei einer Fläche mit Normalenvektor entgegengesetzt der z-Kristallachse eine Ätzung erfolgt [39]. Eine Fläche mit Normalenvektor in Richtung der z-Kristallachse zeigt keine Veränderung. Diese Verhalten wurde von Grilli et al. [40] verwendet, um durch nasschemisches Ätzen Mikrostrukturen in Lithiumniobat herzustellen, in dem zuvor durch Polen periodische Bereiche mit umgekehrter Kristallrichtung erzeugt wurden. Das Polen, das heißt die Umkehrung der Kristallrichtung, erfolgte durch das Anlegen einer hohen elektrischen Spannung an der mit einer Maske versehenen Substratoberfläche [41]. Dieselbe Technik wurde von Beghoul et al. zur Herstellung photonischer Kristalle verwendet [42].



Abbildung 1.3: REM-Bilder von photonischen Kristallstrukturen in Lithiumniobat, hergestellt mittels Polen und nasschemischen Ätzens [42], a) Periode 650 nm, Lochdurchmesser 340 nm, b) Periode 800 nm, Lochdurchmesser 430 nm.

In Abbildung 1.3 sind die damit erzeugten Strukturen dargestellt. Die Geometrie der Löcher ist nicht bekannt.

Um eine Atzwirkung in anderen Kristallrichtungen oder für andere Atzmittel zu erzielen, muss die Kristallstruktur verändert oder zerstört werden. Dazu sind in der Literatur mehrere Methoden bekannt. Ein häufig angewendetes Verfahren ist der so genannte Protonenaustausch [7]. Dabei wird das im Lithiumniobat enthaltende Lithium in einem Bad aus Benzoesäure bei Temperaturen von 180 bis 200 °C durch Wasserstoffionen ersetzt. Der Austausch kann teilweise oder vollständig erfolgen. Durch die Veränderung der Kristallstruktur kommt es auch zu einer Änderung der Brechzahl des Materials. Dadurch kann die Methode auch zur Herstellung von Wellenleitern genutzt werden [12, 43, 44, 45, 46, 47, 48]. Ebenfalls häufig angewendet wird die Implantationstechnik [8, 49, 50, 51]. Hierbei wird das Material mit hochenergetischen Ionen beschossen, welche in den Kristall eindringen, auf ihrem Weg die Kristallstruktur schädigen und dadurch eine Ätzung möglich machen. Die Technik des nasschemischen Ätzens nach erfolgter Ionenbestrahlung – IBEE<sup>4</sup> – von Lithiumniobat wurde erstmals von Kawabe [17] im Jahr 1978 vorgestellt und zur Herstellung von Rippenwellenleitern verwendet [8]. Im Jahre 1989 untersuchten Ashby et al. das Schädigungsverhalten verschiedener Ionensorten, sowie das Ätzverhalten bei unterschiedlich konzentrierten Flusssäureätzlösungen [49]. Später wurde die Technologie in Jahr 2004 zur Herstellung von Rippenwellenleitern-Modulatoren durch Gill et al. [50] und im Jahr 2007 zur Herstellung von Rippenstrukturen durch Wang et al. [51] verwendet.

Die IBEE-Technik wurde am Institut für Angewandte Physik der Universität Jena in Zusammenarbeit mit dem Institut für Festkörperphysik der Universität Jena aufgegriffen. Durch die Kombination mit einer geeigneten Maskentechnologie ist eine sehr genaue Steuerung der lateralen Kristallzerstörung möglich, was eine hochgenaue Strukturierung im sub-µm-Bereich ermöglicht. Das Ätzverhalten von durch Ionenbestrahlung

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup>IBEE: Ion-Beam-Enhanced-Etching, Verstärktes Ätzen nach Ionenbestrahlung

geschädigten Lithiumniobat wurde im Rahmen einer von Thomas Gischkat angefertigten Diplomarbeit [52] untersucht. Das Ziel dieser Dissertation ist die Untersuchung der Anwendung der Technologie zur Herstellung von mikro- und nanooptischen Bauelementen. Dazu werden Untersuchungen zur Technologie der Maskenherstellung angestellt (Kapitel 4), sowie eine Simulation des Bestrahlungs- und Ätzvorganges durchgeführt (Kapitel 5).

#### 1.2.3 Membranherstellung

In der Literatur sind verschiedene Verfahren zu finden, welche sich mit der Erzeugung von Lithiumniobatmembranen beschäftigen. Bei dem sogenannten Crystal-Ion-Slicing (CIS) [14] wird eine Implantation mit hochenergetischen Heliumionen durchgeführt. Die Ionenenergie liegt dabei im Bereich von mehreren MeV, was zu einer Eindringtiefe von bis zu  $10\,\mu\text{m}$  führt. Die Heliumionen sammeln sich in einem relativ schmalen Bereich in dieser Tiefe. Nach der Bestrahlung wird eine thermische Ausheilung durchgeführt und die Probe anschließend in Flusssäure geätzt. Der Ausheilungsschritt bewirkt die Bildung von Heliumblasen in der schmalen Schicht unterhalb der Membran. Dadurch steigt die Ätzrate erheblich und ermöglicht so die Herstellung großer Membranen mit einer Dicke von mehreren µm [15]. Durch Kombination mit dem Wafer-Bonding, einem Verfahren zum Verbinden glatter Oberflächen, konnten auch sehr viel dünnere (680 nm) Membranen hergestellt werden [16]. Ein leicht abgewandeltes Verfahren stellt der Smart-Cut<sup>®</sup> Prozess dar [53]. Dabei wird auf einen Ätzschritt verzichtet. Durch eine thermische Behandlung bilden sich sich Mikrorisse in der stark geschädigten Schicht, was zur Ablösung der Membran führt. Der Smart-Cut<sup>®</sup>-Prozess ist bei vielen Materialien verwendbar.

#### 1.2.4 Strukturierung durch Kurzpulslaser

Ein weiteres Verfahren stellt die Bearbeitung mittels fokussierter kurzer Laserpulse dar. Dabei kommt es zunächst zu einer Brechzahlveränderung und bei genügend hohen Intensitäten erfolgt ein Verdampfen des Material. Als Werkzeug zur Erzeugung von Wellenleitern in Lithiumniobat eignet sich diese Technik hervorragend [54]. Die minimal erzielbare Strukturgröße ist durch die Laserwellenlänge nach unten begrenzt. Photonische Kristallstrukturen mit Perioden von ca. 4 µm sind mit dieser Technologie demonstriert worden [55, 56, 57]. In Abbildung 1.4 sind die hergestellten Strukturen dargestellt. Die Herstellung von Strukturen mit Strukturgrößen unterhalb von einem µm ist hingegen schwierig.



Abbildung 1.4: Bilder von photonischen Kristallstrukturen in Lithiumniobat hergestellt mittels Kurzpulslaser, links: [55], Mitte: [56], rechts: [57].

# Kapitel 2

# Ion Beam Enhanced Etching - IBEE

Der IBEE-Prozess besteht grundsätzlich aus zwei Schritten (Abb. 2.1). Im ersten Schritt erfolgt eine Schädigung der Kristallstruktur durch die Bestrahlung mit hochenergetischen Ionen, wobei durch die Verwendung einer Maske eine selektive Schädigung erreicht wird. Dadurch sinkt die Beständigkeit des Materials gegenüber einer Ätzlösung, welche im zweiten Schritt, dem nasschemischen Ätzen, dazu benutzt wird, die Bereiche mit geschädigter Kristallstruktur zu entfernen.



Abbildung 2.1: Prinzip des IBEE-Prozesses

Im Gegensatz zu anderen Techniken wie CIS oder Smart-Cut<sup>®</sup> [14, 53] werden hierbei nicht die Eigenschaften der implantierten Ionen, oder die von ihnen erzeugten mechanischen Spannungen ausgenutzt, sondern ausschließlich die von ihnen verursachten Schäden in der Kristallstruktur [58].

### 2.1 Ionenbestrahlung

Der erste Schritt des IBEE-Prozesses ist die Bestrahlung mit hochenergetischen Ionen. Beim Eindringen der Ionen in das Material kommt es zur Wechselwirkung mit dem Material, wobei die Ionen ihre Energie verlieren, und nach einer bestimmten Wegstrecke zur Ruhe kommen. Man unterscheidet zwischen dem nuklearen und dem elektronischen Energieverlust [59]. Bei der elastischen Streuung der Ionen an den Atomkernen des Kristallgitters wird ein Teil ihrer Energie an die Gitteratome übertragen, was zu deren Versetzung (Deplazierung), und damit zu einer Störung des Kristallgitters führen kann (nuklearer Energieverlust). Elastische und inelastische Streuung an den Elektronen der Gitteratome führt zu ihrer Anregung oder Ionisierung (elektronischer Energieverlust). Der elektronische Energieverlust kann bei Überschreitung eines Schwellwertes des Energieverlustes pro Wegeinheit und Ion ebenfalls zur Schädigung der Kristallstruktur führen. Bei beiden Mechanismen wird die Ordnung des Gitters, und damit dessen Perfektion, gestört, was im Falle von Lithiumniobat eine Verringerung der chemischen Beständigkeit bewirkt. Die relative Defektkonzentration wird in  $n_{da}^{1}$  angegeben. Ein idealer Kristall hat einen  $n_{da}$ -Wert von 0. Wenn jedes Atom einmal versetzt ist, bedeutet das eine komplette Zerstörung der Kristallstruktur. Damit handelt es sich um amorphes Material, welches einen  $n_{da}$ -Wert von 1 hat.

Die von einem Ion erzeugte Schädigung der Kristallstruktur ist abhängig von der Ionenspezies, der Ionenenergie, der Temperatur und natürlich von dem zu schädigenden Material. Unter Vernachlässigung der Temperaturabhängigkeit kann die beim Eindringen von einem Ion hervorgerufene Stoßkaskade unter Beachtung der Bestrahlungsparameter (Ionenspezies und -energie) und der Materialparameter berechnet werden. Durch eine Monte-Carlo-Simulation, das heißt einer Überlagerung der Stoßkaskaden vieler Ionen, erhält man die räumliche Verteilungen der Versetzungen im Substratmaterial. In allen folgenden Ausführungen wurde für die Berechnung der Versetzungsverteilungen das Programm SRIM verwendet [60].

Um eine verbesserte Vergleichbarkeit von Bestrahlungen mit unterschiedlichen Parametern zu erreichen, wurde die normierte Fluenz eingeführt:

$$n_{dpa} = \frac{N_{displ} \cdot N_I}{N_0} \tag{2.1}$$

Hierbei ist  $N_{displ}$  die Anzahl der deplazierten Gitteratome pro implantiertem Ion,  $N_I$  die Fluenz, also die Anzahl der implantieren Ionen pro Flächeneinheit (Einheit: 1/cm<sup>2</sup>) und  $N_0$  die Atomdichte von Lithiumniobat ( $N_0 = 9,457 \cdot 10^{22}/\text{cm}^3$ ). Die Einheit der normierten Fluenz ist "dpa".  $N_{displ}$  erhält man aus der Simulation des Prozesses. Ein  $n_{dpa}$ -Wert von 1 bedeutet, dass jedes Gitteratom einmal versetzt wurde, was amorphem Material entspricht. Bei einer realen Bestrahlung treten zwei Effekte auf, die zu einer Abweichung des  $n_{dpa}$ -Wertes für eine Amorphisierung führen. Eine thermisch induzierte Ausheilung der eingebrachten Defekte, wobei die Stärke dieses Effektes vom Material abhängt, führt zu einer Amorphisierung bei einer normierten Fluenz  $n_{dpa} > 1$  dpa. Die Überlappung von Stoßereignissen bewirkt eine effektivere Schädigung, so dass eine normierte Fluenz  $n_{dpa} < 1$  dpa ausreichend ist. Die normierte Fluenz gibt somit nicht die tatsächliche Defektkonzentration an. Die Abhängigkeit der Defektkonzentration von

 $<sup>^1\</sup>boldsymbol{n}_{da}:$  number of displaced atoms - Anzahl der versetzten Atome

der normierten Fluenz variiert mit der Temperatur und der Ionenspezies, und wird im späteren Verlauf der Arbeit diskutiert (Abschnitt 5.1).

Bei gleicher Energie hat ein Ion mit geringer Masse eine größere Geschwindigkeit als ein Ion mit hoher Masse. Dadurch ergibt sich ein veränderter Wirkungsquerschnitt der wiederum ein unterschiedlich starkes Eindringen von Ionen gleicher Energie, aber unterschiedlicher Masse, bewirkt. Um mit schweren Ionen eine bestimmte Eindringtiefe zu erreichen ist eine höhere Energie notwendig als bei leichten Ionen. In Abbildung



Abbildung 2.2: a) simulierte auf das jeweilige Maximum normierte Versetzungsverteilungen von Heliumionen mit 40 keV Ionenenergie und Argonionen mit 350 keV Ionenenergie, b) simulierte Versetzungsverteilungen von Heliumionen mit einer Ionenenergie von 40 keV und 350 keV.

2.2a ist beispielhaft die simulierte Versetzungsverteilung von Argonionen der Energie 350 keV und Heliumionen der Energie 40 keV in Abhängigkeit der Tiefe im Material dargestellt. Das Maximum der Schädigung wird bei beiden Ionen bei einer Tiefe von etwa 200 nm erreicht. Jede Ionenspezies erzeugt jeweils eine für sie charakteristische Schädigungsverteilung, wobei leichtere Ionen eine in der Tiefe schmalere Verteilung haben. Abbildung 2.2b zeigt die simulierte Versetzungsverteilung über der Tiefe für Heliumionen der Energie 40 und 350 keV. Mit steigender Ionenenergie erhöht sich die Eindringtiefe in das Material.

Bei der Simulation der Bestrahlung mittels SRIM können Prozesse wie Ausheilung während der Bestrahlung, oder die chemischen Auswirkungen der Ionen auf das Targetmaterial nicht erfasst werden. Besonders bei der Verwendung leichter Ionen, wie Wasserstoff oder Helium, tritt Blasenbildung auf, welche zu einer mechanischen Zerstörung der Nutzstruktur führen kann [61, 62]. Diese Effekte hängen stark von der Temperatur ab. Die Bestrahlung mit Heliumionen bei Raumtemperatur führt schon bei einer Fluenz von  $3 \cdot 10^{16}$  Ionen/cm<sup>2</sup> zu einer mechanischen Zerstörung [58]. Bei dieser Fluenz wird die Schwelle der Schädigung für eine Ätzung zwar überschritten, zur praktischen Anwendung ist jedoch eine höhere Fluenz notwendig (siehe Abschnitt 2.4).

# 2.2 Nasschemisches Ätzen

Kristallines Lithiumniobat hat in einem Bad mit konzentrierter Flusssäure (40% HF, 40 °C) eine verschwindend geringe Ätzrate von unter 0,1 nm/min [63]. Dasselbe gilt für stärker verdünnte Flusssäure. Der Verlauf der Ätzrate über der normierten Fluenz der Bestrahlung ist in Abbildung 2.3 dargestellt. Unterhalb eines Wertes von



Abbildung 2.3: gemessene Ätzrate in Abhängigkeit der normierten Fluenz bei Bestrahlung mit Argonionen der Energie 350 keV, Ätzbedingungen: 3,7 % HF,  $40 \degree$ C, [63]

 $n_{dpa} = 0,15$  dpa ist die Ätzrate kleiner als 0,1 nm/min. Oberhalb dieser Schwelle ist eine erhöhte Ätzrate zu verzeichnen. Die Ätzrate steigt weiter an, um dann, bei vollständig amorphem Material ( $n_{dpa} = 0,4$  dpa), in eine Sättigung überzugehen. Die Ätzrate von amorphen Lithiumniobat wurde mit etwa 130 nm/min gemessen, wobei dieser Wert von den Ätzbedingungen, wie Temperatur und Konzentration der Flusssäurelösung, abhängt. Die Ätzrate steigt mit steigender Säurekonzentration und Temperatur, wobei sich der prinzipielle Verlauf der Kurve nicht ändert [64]. Es ergibt sich ein Verhältnis der Ätzraten von ungeschädigten zu amorphen Lithiumniobat von über 1000:1. Bei den mittels IBEE hergestellten, in dieser Arbeit beschriebenen, Elementen wurde 3,7%-ige Flusssäurelösung bei einer Temperatur des Ätzbades von 40 °C verwendet. Der hier genannte Wert der maximalen Ätzrate gilt für diese Bedingungen. Da die Schwankungen der Ätztemperatur sowie der Konzentration der Ätzlösung keinen wesentlichen Einfluss auf den Kontrast des Äztprozesses haben, sondern lediglich die Ätzrate verändert [64], kann deren Einfluss auf den Ätzvorgang vernachlässigt werden.

Abbildung 2.4 zeigt ein AFM<sup>2</sup>-Bild einer Lithiumniobatoberfläche. Es sind Polierkratzer zu erkennen, deren Tiefe etwa 6 nm beträgt. Die Rauheit der geätzten und der unbehandelten Oberfläche des Lithiumniobats ändert sich nicht signifikant, sie beträgt

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>AFM: Atomic Force Microskope



Abbildung 2.4: AFM-Bild der Oberfläche eines gereinigten Substrates. Die Vertiefungen stammen vom Poliervorgang. Ihre Tiefe beträgt etwa $6\,\mathrm{nm}.$ 

vor und nach der Ätzung 2 nm (rms<sup>3</sup>). Wird der Ätzvorgang unterbrochen, bevor die amorphe Schicht komplett entfernt ist, hat die Oberfläche eine stark erhöhte Rauheit.

Im Laufe der Untersuchungen zeigte sich, dass außer verdünnter Flusssäure auch andere Ätzlösungen geeignet sind, um einen selektiven Abtrag von geschädigtem gegenüber kristallinem Lithiumniobat zu erreichen. Unter Verwendung von konzentrierter KOH-Lösung (50 %, ca. 60 °C), welche ursprünglich zur nasschemischen Entfernung einer Siliziummaske genutzt werden sollte, konnte bei amorphen Material eine Ätzrate von etwa 200 nm/min gemessen werden.

### 2.3 Laterale Strukturierung

Zur Erzeugung von lateralen Strukturen an der Oberfläche des Materials ist es notwendig, eine selektive Bestrahlung durchzuführen. Dort wo keine Bestrahlung erfolgen soll, muss das Auftreffen der Ionen auf das Substrat durch eine Maske verhindert werden. Diese kann im einfachsten Fall eine mechanische Blende sein, die in den Strahlengang gebracht wird. Die Maske bewirkt eine Abschattung des Ionenstrahles. Durch die geringe, aber dennoch vorhandene, Divergenz des Strahls kommt es zu einer Verringerung der Schärfe dieses Schattens mit steigendem Abstand der Maske vom Substrat. Die höchste Schärfe erreicht man durch das Aufbringen der Maske direkt auf das Substrat. Da die Ionen in das Maskenmaterial eindringen, besteht nur die Möglichkeit die Ionen durch die Abbremsung in einer ausreichend dicken Maske abzufangen. Die Dicke des Materials muss so gewählt werden, dass die Ionen in der Maske vollständig abgebremst werden und diese nicht durchdringen können. Die Abbremsung hängt vom Material der Maske, und von deren Dichte ab. In Material mit hoher Dichte ist die Abbremsung stärker als in Material mit geringerer Dichte. Die Untersuchungen zur Auswahl geeigneter gut zu strukturierender Maskenmaterialien und zu deren Strukturierung befinden

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup>rms: root mean square, mittlere quadratische Abweichung

sich im Kapitel 4.

Zur Herstellung lateraler Strukturen wurden Argonionen mit Energien von bis zu 700 keV verwendet. Argon bewirkt als Edelgas keine chemische Veränderung des Substratmaterials, und weist ein in der Tiefe breites Schädigungsprofil auf. Die Versetzungsverteilung von Argonionen der Energie 600 keV ist in Abbildung 2.5 in Abhängigkeit der Tiefe dargestellt. Die Schädigung steigt mit steigender Tiefe bis zu ihrem Maxi-



Abbildung 2.5: Simulierte Versetzungsverteilungen von Argonionen verschiedener Energien und angepasster Fluenzen in Abhängigkeit der Tiefe und Summe der Verteilungen

mum bei etwa 400 nm. Danach klingt die Schädigung, bis zur maximalen Tiefe von 650 nm, wieder ab. Um die niedrige Schädigung bei geringen Tiefen anzuheben wird eine Bestrahlung mit Ionen geringerer Energie durchgeführt, welche ihr Maximum der Schädigung bei geringeren Tiefen haben [65]. Abbildung 2.5 zeigt die simulierten Versetzungsverteilungen bei den verwendenden Energien von 60, 150, 350 und 600 keV, und die Summe der Verteilungen. Bei entsprechend angepassten Fluenzen von  $2,3 \cdot 10^{14}$ ,  $2,3 \cdot 10^{14}$  und  $1,2 \cdot 10^{15}$  Ionen/cm<sup>2</sup> wird eine fast gleichmäßige Schicht mit  $n_{dpa} = 1$  dpa erzeugt. Diese Schicht kann im folgenden Ätzschritt entfernt werden, wobei, in Abhängigkeit von der Fluenz, eine Ätztiefe von etwa 550 nm erreicht wird.

### 2.4 Vertikale Strukturierung

Bei der lateralen Strukturierung wird das Substrat von der Oberfläche her strukturiert. Um eine Schädigung in bestimmten Tiefen zu erreichen, verwendet man bei der Bestrahlung leichte Ionen, welche ein schmaleres Schädigungsprofil erzeugen (Abbildung 2.2a). Mit steigender Energie der Ionen konzentriert sich ein Großteil der Schädigung in tieferen Regionen, und die oberflächennahen Bereiche werden weniger stark geschädigt (Abbildung 2.7b). Beispielhaft ist in Abbildung 2.6 die Schädigungsverteilung von Heliumionen mit Energien von 250 keV über der Tiefe dargestellt.



Abbildung 2.6: Normierte Fluenz der simulierten Versetzungsverteilung von Heliumionen der Energie 250 keV über der Tiefe. Der Grenzwert der normierten Fluenz an dem die Ätzung einsetzt liegt bei 0,2 dpa. Bereiche oberhalb dieser Schwelle werden bei der Ätzung entfernt (600-920 nm).

Bei einer Bestrahlung mit Heliumionen, welche alle bei 100 K durchgeführt werden, liegt der Grenzwert der normierten Fluenz, an dem die Ätzung einsetzt, bei  $n_{dpa} = 0,2$  dpa. Bereiche unterhalb dieses Wertes werden nicht angegriffen. Für das konkrete Beispiel bedeutet das, dass von der Oberfläche bis zu einer Tiefe von ca. 600 nm, sowie oberhalb von ca. 920 nm keine Ätzung stattfindet. Der Bereich dazwischen wird bei der Ätzung entfernt und bildet danach einen Luftschlitz. Übrig bleibt eine frei schwebende Membran. Die Dicke der Membran, und die des Schlitzes kann durch die Ionenenergie sowie die Fluenz gesteuert werden. Erhöht man z.B. die Fluenz ergibt sich eine Verschiebung der Grenzen an denen die Fluenz von  $n_{dpa} = 0,2$  dpa, bei der die Ätzung einsetzt, überschritten wird. Die obere Grenze verschiebt sich nach oben und die untere Grenze verschiebt sich nach unten. Abbildung 2.7 zeigt die sich veränderten Membran- und



Abbildung 2.7: Normierte Fluenzen über der Tiefe der simulierten Versetzungsverteilungen von a) Heliumionen 250 keV einfache und 1,5-fache Fluenz und b) Heliumionen mit 250 und 300 keV.

Schlitzbreiten bei Erhöhung der Fluenz (a) sowie bei Erhöhung der Ionenenergie (b). Bei einer Erhöhung der Fluenz um 50 % verschieben sich die Grenzpunkte auf 500 und 940 nm. Verwendet man, bei gleicher Fluenz, Heliumionen mit einer Energie von 300 statt 250 keV ergeben sich Grenzpunkte von 710 nm und 1030 nm.

Die Herstellung dünner Membranen in Lithiumniobat, basierend auf dieser Technologie, wurden ausführlich von Schrempel et al. [58] dargestellt. Um eine Membran von etwa 450 nm Dicke mit darunterliegendem etwa 500 nm breiten Luftspalt zu erzeugen, wurde eine Bestrahlung der auf 100 K Temperatur gekühlten Lithiumniobatproben mit Heliumionen der Energie 285 keV und einer Fluenz von  $5 \cdot 10^{16}$  Ionen/cm<sup>2</sup>, sowie eine thermische Behandlung für 30 min bei 300 °C zwischen der Bestrahlung und der Ätzung durchgeführt. Bei den Untersuchungen zur Membranherstellung zeigte sich, dass die thermische Behandlung notwendig ist, um eine reproduzierbare Dicke der Membran und des Luftspaltes zu erhalten.

Durch die Kombination von lateraler Strukturierung mit Argonionen unter Verwendung einer Maske, und der vertikalen Strukturierung ist es möglich dreidimensionale Elemente in Lithiumniobat herzustellen.

# 2.5 Ausheilung

Das Ziel des Ausheilungsschrittes bei der Herstellung von z.B. Membranen ist es, die Defektkonzentration so zu verändern, dass Bereiche, die nicht vollständig amorph sind, teilweise ausgeheilt werden, bei gleichzeitiger Erhaltung von vollständig amorphen Bereichen. Dadurch erhält man eine schärfere Grenze zwischen Bereichen, die bei der Ätzung entfernt werden, und Bereichen die erhalten bleiben.

Bei kristallinen Materialien, deren Kristallstruktur gestört wurde, kann eine thermische Behandlung zu einer Ausheilung der eingebrachten Defekte führen [66]. Der Grad der Ausheilung ist abhängig von der Temperatur, sowie der Temperzeit. Bei Lithiumniobat tritt bei entsprechend hoher Temperatur (400 °C) sogar eine Rekristallisation von vollständig amorphem Material auf [67]. An der Grenzfläche zwischen amorphem und kristallinem Material tritt ein Kristallwachstum auf, welches zu einer Verschiebung der Grenzfläche führt. Die gewünschte Veränderung der Defektkonzentration wird durch eine thermische Ausheilung bei einer Temperatur von 300 °C für eine Zeit von 30 Minuten erreicht [68]. In Abbildung 2.8 ist der Zusammenhang zwischen der relativen Defektkonzentration vor und nach dem Ausheilungsschritt dargestellt. Um nach der Ausheilung eine relative Defektkonzentration von 0,26, was einer normierten Fluenz von 0,15 dpa bei Argonbestrahlung bei Raumtemperatur entspricht, zu erreichen, muss das Material vor der Ausheilung eine relative Defektkonzentration von 0,55 aufweisen. Alle Bereiche, welche sich vor der Ausheilung unterhalb dieser Schwelle



Abbildung 2.8: Relative Defektkonzentration vor und nach dem Ausheilungsvorgang (30 min bei 300 °C)

befanden, werden nach der Ausheilung nicht mehr geätzt.

### 2.6 Volumenausdehnung und Spannungen

Die Bestrahlung bewirkt die Bildung von Defekten, und dadurch eine Dichteänderung des bestrahlten Materials. Es kommt zu einer Volumenvergrößerung [69, 70, 71], wobei eine Abhängigkeit der Ausdehnung von der Kristallrichtung auftritt. Götz et al. [69] maßen eine Aufwölbung zwischen unbestrahlten und bestrahlten Bereichen, welche in x- und y-Richtung gleich ist. In z-Richtung trat eine geringere Aufwölbung auf. Eigene Messungen zeigten gleich starke Aufwölbungen für unterschiedliche Kristallrichtungen [65], was vermutlich auf verschiedene Messverfahren zurückzuführen ist. Außerdem ist zu beachten, dass man aus der Aufwölbung nicht direkt auf die Volumenausdehnung in eine bestimmte Richtung schließen kann. Bei der teilweisen Bestrahlung unter Verwendung einer Maske wird eine mechanische Spannung zwischen bestrahlten und nicht bestrahlten Bereichen erzeugt. Die Volumenausdehnung beginnt bei einer normierten Fluenz von  $n_{dpa} = 0,1$ , wohingegen die Ätzung erst bei einem Wert von  $n_{dpa} = 0,15$  einsetzt [65]. Das bedeutet, dass an der Oberfläche, der nach der Ätzung verbleibenden Lithiumniobatstruktur, mechanische Spannungen auftreten. In Abbildung 2.9 sind die Auswirkungen dieser Spannungen anhand freistehender Strukturen zu erkennen. An der Unterseite der Strukturen befindet sich schwach geschädigtes, aber nicht geätztes Material. Durch die unterschiedlichen Spannungen in y- und z-Richtung kommt es zu einer Verbiegung der Struktur, welche in x-cut Lithiumniobat hergestellt wurde. Dies weist auf eine höhere Spannung in z-Richtung hin. Die Struktur in z-cut Lithiumniobat



Abbildung 2.9: Freistehende Bauelemente hergestellt in x-cut (links) und z-cut (rechts) Lithiumniobat. Die x-cut Struktur zeigt eine Verbiegung aufgrund verschieden starker Spannungen in y- und z-Richtung. Die z-cut Struktur zeigt keine Verbiegungen da die Spannungen in x- und y-Richtung annähernd gleich sind.

zeigt keine Verbiegung, da die Spannungen in y- und z-Richtung annähernd gleich sind.

Wird die Struktur nur von der Oberfläche aus in die Tiefe geätzt, können diese Spannungen in den Strukturen keine Verbiegungen bewirken, und die Strukturen bleiben intakt. Dieses Verhalten ist zum Beispiel bei den im Abschnitt 7.1 beschriebenen Rippenwellenleitern zu beobachten. Bei freischwebenden Strukturen, wie photonischen Kristallmembranen (Kapitel 6), führen die Spannungen zu Verbiegungen, oder gar zur Zerstörung der Strukturen.

# Kapitel 3

# Experimentelle Bedingungen

In diesem Kapitel werden die experimentellen Verfahren beschrieben, die zur Herstellung der im Verlauf dieser Arbeit hergestellten Bauelemente verwendet wurden. Dies umfasst die Prozessschritte des IBEE-Prozesses, wie Bestrahlung, nasschemisches Ätzen und Ausheilung. Die Verfahren, welche bei der Maskenherstellung verwendet werden, wie Beschichtung, Lithographie und Trockenätzen, werden ebenfalls vorgestellt. Einige dieser Technologien erfordern eine Anpassung ihrer Parameter, um sie zur Realisierung der herzustellenden Maskengeometrie verwenden zu können. Die Untersuchungen dazu finden sich im Kapitel 4. Weiterhin sind andere notwendige Schritte zur Probenpräparation sowie die m-Linien Spektroskopie beschrieben, welche zur Bestimmung der Parameter einer wellenleitenden Zink-ausgetauschten Lithiumniobatschicht benutzt wurde.

# 3.1 Verstärktes Ätzen nach Ionenbestrahlung

#### 3.1.1 Bestrahlung

Die Bestrahlungen wurden am Institut für Festkörperphysik der Universität Jena durchgeführt. Im Prinzip kann jedes Material als Ionenquelle zur Bestrahlung verwendet werden. In dieser Arbeit wurden jedoch ausschließlich Argon und Heliumionen verwendet. Diese Gase wurden ionisiert und in einem Linearbeschleuniger durch eine anliegende Hochspannung in Richtung der Probe beschleunigt. Die Energie der Ionen betrug zwischen 20 und 350 keV. Die Halterung der Proben erfolgt durch Klemmen auf einem drehbar aufgehängten Probenhalter aus Kupfer. Dieser Probenhalter kann durch ein Kühlsystem, welches mit flüssigem Stickstoff arbeitet, gekühlt werden, um Bestrahlungen bei niedrigen Temperaturen zu ermöglichen. Zur Erhöhung des Wärmekontaktes wurde zusätzlich zwischen Probe und Probenhalter eine dünne Schicht Silberleitlack verwendet. Die Bestrahlungen mit Argonionen erfolgten bei Raumtemperatur  $(\approx 300 \text{ K})$ , die Bestrahlungen mit Helium bei etwa 100 K. Die zur Herstellung der in dieser Arbeit beschriebenen Strukturen erforderliche Fluenz betrug bis zu  $10^{17}$  Ionen/cm<sup>2</sup>. Die Bestimmung der Fluenz erfolgt durch eine Ladungsmessung mittels Faraday-Cups.

Die Schädigung der Kristallstruktur wurde mit Hilfe der Rutherford-Rückstreuspektrometrie (RBS) bestimmt.

#### 3.1.2 Nasschemisches Ätzen

Die Ätzung erfolgte in verdünnter Flusssäure der Konzentration 3,7% bei einer Temperatur von 40 °C. Die Flusssäurelösung wurde in einem geschlossenen Gefäß in einem Wasserbad auf Temperatur gehalten. Die Genauigkeit der Temperaturmessung betrug etwa 3 °C. Die Temperatur von 40 °C hat eine erhöhte Verdunstung zur Folge, so dass, trotz geschlossenem Gefäß, eine Konzentrationsänderung zu erwarten ist. Nach dem eigentlichen Ätzvorgang erfolgte ein zweimaliges Spülen der Proben mit deionisiertem Wasser, um restliche Flusssäure zu entfernen. Vor und nach dem Ätzvorgang wurde eine Reinigung der Proben in Aceton und Wasser durchgeführt um bei der Bestrahlung entstehendes  $LiO_2$  und bei der Ätzung entstehendes LiF zu entfernen. Die Vermessung der Ätztiefe geschah mittel eines interferenzoptischen Oberflächenprofilometers oder durch ein mechanisches Profilometer.

#### 3.1.3 Ausheilung

Die Ausheilung erfolgte in einem Temperofen bei Temperaturen von 300 oder 500 °C unter einer Luftatmosphäre. Die Temperung bei 300 °C wird nach der Bestrahlung durchgeführt, um die Schädigungsverteilung zu verändern. Die Temperzeit beträgt 30 Minuten. Die Temperung bei 500 °C dient der kompletten Ausheilung der restlichen Defekte im Lithiumniobat. Diese Temperung wird nach der Ätzung durchgeführt, wobei die Temperzeit 60 Minuten beträgt.

### 3.2 Maskenherstellung

#### 3.2.1 Beschichtung

Als Maskenmaterialien wurden Chrom sowie Quarzglas verwendet. Die Erzeugung der Schichten auf dem Lithiumniobatsubstrat geschieht durch einen Sputterprozess. Dabei werden Argonionen ionisiert und in Richtung des Sputtertargets beschleunigt. Das vom Target abgetragene Material erreicht die Probe und lagert sich dort ab. Die Beschichtungen werden in einer Sputteranlage "LA440S" der Firma Manfred von Ardenne GmbH durchgeführt. Bei Verwendung von Chrom als Maskenmaterial wird eine Schichtdicke von rund 450 nm benutzt. Die Schichtdicke der Quarzglasschicht beträgt rund 1000 nm. Auf die Quarzschicht wird anschließend eine Chromschicht der Dicke 50 nm aufgesputtern, welche später als Maske zur Strukturierung des Quarzglases verwendet wird. Die Kontrolle der Dicke der Quarzglasschicht erfolgte durch eine im Prozess mitbeschichtete Vergleichsprobe. Anhand dieser gemessenen Schichtdicke wurde die Ätzzeit des späteren Quarzätzprozesses (ICP-RIE) angepasst.

#### 3.2.2 Lithographie

Die Erzeugung der lateralen Maskengeometrie wird durch die Verwendung von Photobzw. Elektronenstrahllithographie realisiert. Bei Verwendung von Photolithographie wird eine rund 1000 nm dicke Schicht AZ4562 (Microchemicals) verwendet, welche durch Spin-coating aufgebracht wird. Die Schicht wird unter Verwendung einer mit Elektronenstrahllithographie und RIE-Ätzens in Chrom erzeugten binären Photomaske in einem Mask-Aligner "AL 6" der Firma Electronic Vision Austria belichtet. Nach dem Entwicklungsvorgang (AZ Developer, 1 min) erhält man eine Resiststruktur, welche im anschließenden RIE-Prozess als Maske fungiert. Die Elektronenstrahllithographie erfolgte unter Verwendung eines Elektronenstrahlschreibers SB350OS der Firma Vistec in 300 nm dickem Elektronenstrahlresist ZEP520A (Microchemicals). Nach dem Entwicklungsvorgang (30 s Entwickler, Stopp in Isopropanol) erhält man die Struktur im Resist, welche wiederum als Maske für den folgenden RIE-Prozess dient.

#### 3.2.3 Chromstrukturierung – RIE

Zur Strukturierung von Chrom wurde ein RIE-Prozess (Reaktives Ionenätzen) verwendet [72]. Beim RIE-Prozess wird ein reaktives Ätzgas in den Reaktor eingeleitet und gleichzeitig über den Substrathalter eine hochfrequente Wechselspannung zur Plasmaerzeugung eingekoppelt. Durch die Abfuhr der sich im Wechselfeld schnell bewegenden Elektronen des Plasmas durch die Seitenwände, kommt es zu einer positiven Aufladung gegenüber dem Substrathalter. Dieser Potentialunterschied, die BIAS-Spannung, wird dazu benutzt die im Plasma enthaltenden positiv geladenen reaktiven Ätzpartikel zur Probe hin zu beschleunigen. Die Bias-Spannung beträgt etwa 20 Volt und die daraus gewonnene Energie der Ätzpartikel dient zur Überwindung der Sputterschwelle des Prozesses.

Die Ätzungen werden in einem RIE-Reaktor "SI 591" der Firma Sentech Instruments durchgeführt. Die Standardparameter dieses Prozesses zur Strukturierung einer 80 nm dicken Chromschicht sind in Tabelle 3.1 angegeben. Der hier verwendete RIE-Prozess zur Chromätzung ist ein stark materialselektiver isotroper Prozess, was zu einer Unterätzung unter den Kanten der Maske führt. Dadurch vergrößert sich die Breite unmaskierter Bereiche im Chrom gegenüber der Breite in der Resistmaske. Diese Verbreiterung liegt in der Größenordnung der Chromschichtdicke und muss bei der Maskenherstellung beachtet werden.

Tabelle 3.1: Standardätzbedingungen des RIE-Prozesses zur Strukturierung einer 80 nm dicken Chromschicht. (sccm: Standard Kubikzentimeter pro Minute).

Parameter	Wert
Druck	40 Pa
Tellertemperatur	$45^{\circ}\mathrm{C}$
Gasfluss $Cl_2$	$50\mathrm{sccm}$
Gasfluss $O_2$	$10\mathrm{sccm}$
Leistung	$100\mathrm{W}$
Ätzzeit	$5\mathrm{min}$

#### 3.2.4 Quarzglasstrukturierung – ICP-RIE

Die Strukturierung der Quarzschicht erfolgt unter Verwendung eines ICP-RIE-Prozesses (Inductively-Coupled-Plasma-RIE). Im Vergleich zum RIE-Prozess wird zusätzlich eine weitere hochfrequente Spannung induktiv in die Reaktorkammer eingekoppelt. Dadurch ist es möglich die Plasmadichte und die Bias-Spannung relativ unabhängig voneinander zu steuern, was eine sehr gute Kontrolle des Prozesses ermöglicht. Es wird mit einem sehr viel geringeren Druck gearbeitet, wodurch sich im Vergleich zum RIE-Prozess zusätzlich zu der hohen Materialselektivität ein hoher Grad der Anisotropie ergibt.

Die Ätzungen werden bei den in Tabelle 3.2 angegebenen Parametern in einem ICP-RIE-Reaktor "SI 500" der Firma Sentech Instruments durchgeführt. Diese Parameter

Tabelle 3.2: Standardätzbedingungen des ICP-RIE-Prozesses. (sccm: Standard Kubikzentimeter pro Minute).

Parameter	Wert
Druck	$0,3\mathrm{Pa}$
Tellertemperatur	$5^{\circ}\mathrm{C}$
Ätzgas	$CHF_3$
Gasfluss	$30\mathrm{sccm}$
Bias	$-80\mathrm{V}$
ICP-Leistung	$500\mathrm{W}$

stellen die optimalen Bedingungen dar, welche zur Erzeugung binärer Strukturen, z.B. Beugungsgittern, verwendet werden. Durch die gezielte Variation der Parameter ist die Erzeugung von schrägen Flanken der Strukturen möglich. Untersuchungen dazu wurden im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt und sind im Abschnitt 4.4 zu finden. Zur Wärmeabfuhr wird die Probe durch eine Heliumrückseitenkühlung gekühlt.

# 3.3 Ein- und Auskopplung an Wellenleitern

Um die Eigenschaften einer Wellenleiterstruktur zu bestimmen, ist es notwendig, Licht in den Wellenleiter ein- und wieder auszukoppeln. Bei herkömmlichen Wellenleitern sind dazu im Wesentlichen drei Methoden bekannt [73]: die Stirnflächenkopplung, die Kopplung über evaneszente Felder, darunter die oft benutzte Prismenkopplung, und die Gitterkopplung. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Einkopplung in Wellenleiter und photonische Kristallwellenleiter mittels Stirnflächenkopplung und evaneszenter Kopplung, sowie die Auskopplung mittels Stirnflächenkopplung und Gitterkopplung durchgeführt.

Bei der Stirnflächenkopplung werden die Wellenleiter direkt durch einen fokussierten Laserstrahl oder durch den Ausgang einer Faser angeregt. Grundvoraussetzung hierbei ist das Vorhandensein einer glatten und sauberen Stirnfläche (siehe Abschnitt 3.5). Bei der Kopplung über evaneszente Felder werden die Moden im Wellenleiter durch eben diese Felder mit angepassten Ausbreitungsvektoren angeregt. Dafür wurde eine über dem Wellenleiter platzierte getaperte Faser verwendet. Die getaperte Faser ist eine spezielle Glasfaser, deren Kern freigelegt und soweit abgedünnt wird, dass sich die evaneszenten Anteile der Fasermode neben der Faser in der Luft befinden. Die Methode der Gitterkopplung benutzt die Wirkung eines auf dem Wellenleiter aufgebrachten Gitters. Dieses Gitter führt durch seine Periodizität zu einer Kopplung der Wellenleitermode an eine, ins Substrat oder Superstrat abstrahlende, Gitterordnung. Die Gitterkopplung wurde durch die Strukturierung eines Auskoppelgitters direkt auf die Oberfläche der Wellenleiterstrukturen realisiert. Die Strukturierung des Gitter erfolgte durch die Verwendung zweier FIB<sup>1</sup>-Anlagen der Firma Zeiss "Neon 40" im Zeiss Applikationszentrum in Dresden und "Neon 60" am Institut für Angewandte Physik.

## 3.4 Allgemeine Probenpräparation

Als Substratmaterial wurde x- sowie z-cut Lithiumniobat in Waferform in optischer Qualität verwendet. Die Bezeichnung der cut-Richtung (x,y,z) bezieht sich auf die Richtung des Normalenvektors der Oberfläche des Wafers. Die Wafer wurden durch Sägen auf die Probengrößen 5 × 10, 10 × 10 oder 15 × 15 mm gebracht und je nach Verwendung mit polierten Seitenkanten versehen. Diese Proben wurden vor dem eigentlichen Prozessen zur Strukturerzeugung gereinigt, um eventuelle Rückstände vom Sägen und Polieren zu entfernen. Die Reinigung erfolgte durch das Eintauchen in ein Azeton- sowie in ein Flusssäurebad für jeweils etwa eine Minute. Zusätzlich wurde bei der Reinigung im Flusssäurebad Ultraschall eingesetzt.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>FIB: Focused-Ion-Beam(-Etching), (Ätzen mit) fokussiertem Ionenstrahl

### 3.5 Stirnflächenpräparation

Die Herstellung der optischen Elemente, wie Wellenleiter oder photonischen Kristallen, erfolgt an der Oberfläche der Substrate. Zur optischen Vermessung der Elemente wurde die Methode der Stirnflächenkopplung benutzt. Dazu ist es notwendig, qualitativ hochwertige Endflächen herzustellen, wofür eine spezielle Technik verwendet wird. Beim Polieren von Substratkanten können Abplatzungen bevorzugt an hervorstehenden Strukturen wie z.B. den Wellenleitern auftreten. Um diese Abplatzungen zu vermeiden, werden die fertig geätzten Elemente mit einer mehrere  $\mu$ m dicken Quarzglasschicht überschichtet. Die Überschichtung fungiert als Schutzschicht, so dass die Abplatzungen beim Polieren nicht an den Elementen sondern an der Quarzglasschicht passieren. Nach dem Polierprozess wird das Quarzglas nasschemisch in einem speziellen Quarzätzbad entfernt. Die so präparierten Stirnflächen wurden anschließend direkt (Rippenwellenleiter) oder nach dem Ätzschritt (photonische Kristalle) zur Einkopplung verwendet.

# 3.6 m-Linien-Spektroskopie

Die m-Linien-Spektroskopie [74] dient der Ermittlung der Eigenschaften einer höherbrechenden und somit wellenleitenden Schicht auf einem Substrat. Es wird polarisiertes Licht verschiedener Wellenlängen über ein Prisma in die wellenleitende Schicht ein- und wieder ausgekoppelt. Aus den Winkeln der Ein- und Auskopplung werden die effektiven Indizes der in der Schicht existierenden Moden berechnet. Bei Kenntnis des qualitativen Brechzahlverlaufes (stufenförmig, Fermi-Profil) können aus den effektiven Indizes der Moden, den Brechzahlen von Substrat und Prisma sowie dem Prismenwinkel die Parameter der Schicht, die Dicke und die Brechzahl, bestimmt werden. Eine große Anzahl von geführten Moden erhöht die Genauigkeit der Methode.

Aus der Anzahl der Moden kann auch direkt auf die Modigkeit der Schicht geschlossen werden. Falls zum Beispiel nur von Interesse ist, ob eine Schicht monomodig ist, kann dies mit Hilfe der m-Linien-Spektroskopie überprüft werden, ohne dass der qualitative Verlauf der Brechzahl bekannt ist.

# Kapitel 4

# Maskenherstellung

# 4.1 Maskenmaterial

Als Maskenmaterial kommt prinzipiell jedes Material in Frage, welches auf das Substrat aufgebracht und strukturiert werden kann. Die Materialien werden durch einen Sputterprozess aufgetragen, wobei am Institut Chrom, Gold, Aluminium, Tantal, Titan, Silizium und Quarzglas zur Verfügung standen. Die Eindringtiefe der Ionen steigt mit sinkender Dichte des Maskenmaterials, so dass Stoffe mit hoher Dichte eine stärkere Maskenwirkung haben als Stoffe mit niedriger Dichte. In Abbildung 4.1 sind die mittleren Eindringtiefen von Argonionen dargestellt. Die Dichten der Materialien, die mitt-



Abbildung 4.1: Mittlere Eindringtiefe von Argonionen in verschiedene Maskenmaterialien

leren Eindringtiefen von Argonionen der Energie 600 keV in die Masken und die notwendige Maskendicken zur vollständigen Abbremsung der Ionen sind in Tabelle 4.1 zusammengetragen. Eine Bestrahlung mit Argonionen mit einer Energie von 600 keV bei einer normierten Fluenz von 0,7 dpa ergibt nach der Ätzung eine Tiefe von ca. 550 nm
Material	Dichte	mittlere Eindringtiefe	Maskendicke
	$[g/cm^3]$	[nm]	[nm]
LiNbO <sub>3</sub>	4,644	408	(600)
Chrom	$7,\!14$	285	400
Gold	19,32	185	280
Aluminium	2,70	506	730
Tantal	$16,\!65$	198	300
Titan	4,507	396	560
Silizium	$2,\!33$	602	850
Quarzglas	2,201	671	950

Tabelle 4.1: Dichten von Lithiumniobat und möglichen Maskenmaterialien, mittlere Eindringtiefen von Argonionen der Energie 600 keV und notwendige Maskendicken zu deren vollständiger Abbremsung.

in Lithiumniobat. Eine Erhöhung der Strukturtiefe ist durch die Verwendung leichterer Ionen oder durch eine Erhöhung der Ionenenergie möglich. Dadurch ergibt sich eine höhere Eindringtiefe der Ionen, was wiederum eine dickere Maske zu ihrer Abbremsung notwendig macht. Eine alternative Methode ist die mehrmalige Durchführung des IBEE-Prozesses unter Verwendung der gleichen Maske. Dies funktioniert nur bei Wahl eines Maskenmaterials welches den Ätzprozess in verdünnter Flusssäure unbeschadet übersteht. Dazu durchgeführte Untersuchungen zeigen, dass sich Chrom und mit gewissen Abstrichen Silizium dafür eignen. Die Chrommaske zeigte keinerlei erkennbare Veränderung bei vierfacher Anwendung von IBEE. Bei Silizium konnte nach einer Atzung eine Erhöhung der Oberflächenrauheit der Maske festgestellt werden, was darauf hindeutet, dass die Siliziumschicht dem Ätzbad nicht völlig widersteht. Der Grund für dieses Verhalten ist in den Eigenschaften der Schicht zu suchen. Die Schicht wird durch Sputtern aufgebracht, was zur Bildung von amorphem Silizium führt. Dieses hat auf Grund der fehlenden Kristallstruktur leicht veränderte Eigenschaften zu kristallinen Silizium. Kristallines Silizium zeigt keine Ätzung in Flusssäure, wohingegen amorphes Silizium eine geringe Ätzrate in Flusssäure hat. Dadurch kommt es zu einer Degeneration der Maske.

### 4.2 Verfahren zur Maskenherstellung

Die Auswahl von geeigneten Materialien erfolgte durch Bewertung der Möglichkeit der Strukturierung der Maske unter Berücksichtigung der erforderlichen Maskendicke und -geometrie, insbesondere der Kantensteilheit. Einen ideal stufenförmigen Übergang zwischen einem bestrahlten und unbestrahlten Gebiet erhält man, wenn die Maske alle Ionen über dem nicht zu bestrahlenden Gebiet abfängt. Um diese ideale Maskenwirkung zu erreichen, wäre eine sehr dicke Maske notwendig. Für eine reale Maske mit begrenzter Dicke herrscht eine optimale Abschattung der Ionen bei einem rechteckigen Profil. Um mittels des IBEE-Prozesses Strukturen im Submikrometerbereich herzustellen, ist deshalb bei der Maskenherstellung ein solches Maskenprofil anzustreben.

Die Herstellung der Maske kann prinzipiell auf unterschiedliche Arten erfolgen. Eine etablierte Technologie ist der Lift-Off-Prozess. Zunächst werden durch lithographische Verfahren Resiststrukturen auf dem Substrat erzeugt. Durch Sputtern oder Bedampfen wird das eigentliche Maskenmaterial auf die gesamte Fläche aufgebracht. Anschließend werden die Resiststrukturen mit einem geeigneten Lösungsmittel gelöst und entfernt. Zurück bleibt das Maskenmaterial zwischen den Resiststrukturen auf dem Substrat, da das auf diesen Resiststrukturen liegende Maskenmaterial mit entfernt wird. Die minimale Strukturgröße von Lift-Off Strukturen liegt bei wenigen Nanometern [75]. Das realisierbare Aspektverhältnis<sup>1</sup> der Strukturen ist auf einen Wert von ca. 1 beschränkt. Demzufolge ist für die Realisierung von Strukturen mit Strukturgrößen von 400 nm eine maximale Strukturhöhe von 400 nm möglich. Gleichzeitig steigen bei größeren Strukturhöhen die Anforderungen an die Resistmaske und den Beschichtungsprozess, um eine ausreichende Trennung zwischen dem Material auf und neben den Resiststrukturen zu gewährleisten. Dazu kann eine hinterschnittene Resiststruktur verwendet werden oder ein Beschichtungsprozess, der einen höheren Anisotropiegrad aufweist. Eine höhere Anisotropie der Beschichtung bedeutet einen geringeren Anteil des an den Seitenwänden der Resiststruktur anhaftenden Materials. Ein weiteres Problem von Lift-Off-Strukturen ist deren Geometrie [76]. Der nicht ideale (ideal anisotrope) Beschichtungsvorgang führt zu einer Abrundung der Kanten der Strukturen. Weiterhin neigt der Lift-Off-Prozess zur Erzeugung von "Ohren". Diese "Ohren" sind von den Seitenwänden der Resiststruktur stammende Reste, die an den Rändern der Strukturen verbleiben. Durch die "Ohren" und die, durch die Beschichtung bedingte, Abrundung ist die Erzeugung von rechteckigen Strukturen mit Lift-Off schwierig.

Die alternative Methode zum Lift-Off-Prozess ist das Trockenätzen. Eine Schicht des Maskenmaterials wird auf das Substrat aufgebracht und auf dieser Schicht wird mittels Lithographie eine Resistmaske erzeugt. Beim anschließenden Trockenätzen wird die Maskenschicht an den nicht vom Resist bedeckten Stellen durch Trockenätzverfahren wie RIE, ICP-RIE oder IBE abgetragen. Die Art des zu verwendenden Prozesses ist abhängig vom Material der Maske. Je nach Verfahren sind mit Hilfe des Trockenätzens Strukturen mit rechteckigem Profil und Aspektverhältnissen von 80 und mehr realisierbar.

Für die oben genannten Maskenmaterialien kommen der Lift-Off-Prozess und das Trockenätzen in Frage. Für den Abtrag von Lithiumniobat der Dicke d = 500 nm sind Maskendicken in der gleichen Größenordnung (Chrom: 400 nm, Quarzglas: 950 nm) notwendig. Gegen die Verwendung von Lift-Off spricht neben dem beschränkten Aspekt-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Aspektverhältnis: Verhältnis zwischen Strukturhöhe und Strukturbreite

verhältnis die nicht rechtwinklige Form der damit erzeugbaren Strukturen. Zur Maskenerzeugung wurden deshalb ausschließlich Trockenätzprozesse verwendet. Bei allen Materialien ist IBE einsetzbar, da dieses Verfahren nur eine geringe Materialselektivität zeigt und dadurch alle Materialien ähnlich gut ätzt. Für die Strukturierung von Chrom und Aluminium ist RIE und bei Silizium und Quarzglas ICP-RIE einsetzbar. Mit IBE hergestellte Strukturen weisen einen Flankenwinkel von weniger als 90° auf und machen den IBE-Prozess damit ungeeignet. RIE ist in der Lage nahezu senkrechte Flanken zu realisieren. Allerdings wird dies durch ein Überätzen erreicht, welches zu einem Kantenversatz in der Größenordnung der Schichtdicke führt (siehe Abb. 4.2). Bei



Abbildung 4.2: Schematische Darstellung der Strukturentstehung beim RIE-Prozess. Nahezu senkrechte Chromkanten sind durch ein Überätzen möglich. Der dabei auftretende Kantenversatz liegt in der Größenordnung der Schichtdicke.

Strukturgrößen im Mikrometerbereich wurde RIE zur Maskenherstellung verwendet, da der Kantenversatz bei der Erzeugung der Resiststruktur korrigiert werden kann. Als Maskenmaterialien für RIE stehen Aluminium und Chrom zur Wahl. Aluminium erfordert die 1,8-fache Maskendicke wie Chrom. Des Weiteren ist Chrom ein Standardmaterial zur Maskenherstellung auch für andere Prozesse. Aus diesen Gründen wurde Chrom als Maskenmaterial für Elemente mit Strukturgrößen im Mikrometerbereich und damit geringem Aspektverhältnis verwendet. Bei einem höheren notwendigen Aspektverhältnis (>1) ist RIE in Verbindung mit Chrom nicht mehr einsetzbar, so dass nur noch Silizium und Quarzglas als Maskenmaterialien in Frage kommen. Der zu deren Strukturierung benutzte ICP-RIE-Prozess verwendet ebenfalls Chrom als Maskenmaterial. Dieses Chrom wurde mit RIE in einem Standardprozess strukturiert.

Die Uberlegungen zum Maskenmaterial und zu den Strukturierungsverfahren führte zur Auswahl von Chrom und Quarzglas. Chrom wurde als Maske für die Herstellung von Bauelementen mit Strukturgrößen im Mikrometerbereich benutzt. Die Strukturierung der Chrommaske geschieht durch die Verwendung von RIE mit einer zuvor durch Photolithographie aufgebrachten Resistmaske. Für Strukturgrößen im Submikrometerbereich wurde Quarzglas als Maskenmaterial verwendet. Zu deren Herstellung wurde Elektronenstrahllithographie, RIE und ICP-RIE verwendet.

## 4.3 Strukturierung von Chrommasken

Zunächst wurde die Chromschicht mit Hilfe einer Sputterbeschichtungsanlage aufgebracht. Zur Strukturerzeugung wird auf Grund der großen Strukturgrößen auf Photolithographie zurückgegriffen. Die damit erzeugte Resiststruktur wird mit einem RIE-Prozess in die Chromschicht übertragen. Nach dem Ätzvorgang ist abschließend der Resist zu entfernen, was nasschemisch in einem Azetonbad geschieht. Der vollständige Ablauf der Herstellung einer Chrommaske ist in Abbildung 4.3 dargestellt. Die Chromätzung erfolgt durch einen angepassten Standardprozess. Dieser Standardprozess (vgl. Abschnitt 3.2.3) wird für die Strukturierung von dünnen Chromschichten mit Dicken von bis zu 100 nm benutzt. Die jetzt zu strukturierende Schicht hat eine Dicke von 400 nm. Um diese Schicht zu ätzen, ist eine Erhöhung der Ätzzeit erforderlich. Da der RIE-Prozess auch einen chemischen Ätzvorgang beinhaltet, verändert sich die



Abbildung 4.3: Ablauf der Strukturierung einer Chrommaske

Ätzrate mit dem Öffnungsgrad der Probe, das heißt mit dem Verhältnis der resistfreien Chromfläche zur Gesamtprobenfläche. Um eine gleich bleibende Flankenform der Strukturen zu erhalten, ist deshalb bei variierenden Öffnungsgrad eine unterschiedlich lange Ätzzeit erforderlich. Um eine optimale und gleichbleibende Maskengeometrie zu erzielen, wird der Ätzvorgang visuell beobachtet und der Prozess zu einem bestimmten Zeitpunkt abgebrochen. Als Indikator fungierten große zusammenhängende resistfreie Bereiche, die nach einer bestimmten Zeit chromfrei sind. Sobald dieser Punkt erreicht ist, wird der Ätzvorgang noch für eine Zeitspanne von einer Minute fortgesetzt und dann abgebrochen.

Abbildung 4.4 zeigt REM-Aufnahmen der mit diesem Prozess strukturierten Chrommaske (links) sowie der Struktur nach Anwendung des IBEE-Prozesses. Die Bestrahlung erfolgte mit der in Abschnitt 2.3 beschriebenen Argonenergieserie (60, 150, 350 und 600 keV) bei einer Gesamtfluenz von 0.7 dpa. Die Ätzung wurde bei Standardbedingungen  $(3,7\% \text{ HF}, 40 \,^{\circ}\text{C})$  für 10 Minuten durchgeführt. Es ist deutlich zu erkennen,



Abbildung 4.4: REM-Bilder einer Chrommaske vor dem IBEE-Prozess (links) und danach (rechts)

dass das Profil der Chromkante nicht ideal rechteckig ist, im unteren Bereich zeigt sich eine Abrundung. Inwieweit dies einen Einfluss auf die Geometrie in der Lithiumniobatstruktur hat, wird in Abschnitt 5.1.2 untersucht. Weiterhin ist zu erkennen, dass die Geometrie der Maskenkante, inklusive Überstrukturen wie Rauheiten, durch den Prozess in das Lithiumniobat übertragen wird. Die Rauhheit der Chromstruktur resultiert aus der Geometrie der Resiststruktur. Die Untersuchungen zur Übertragung der Maskengeometrie in das Substrat werden in Kapitel 5 beschrieben.

## 4.4 Strukturierung von Quarzglasmasken

Um Strukturgrößen zu erreichen, welche unterhalb von 1  $\mu$ m liegen, ist es notwendig, Quarzglasmasken sowie Elektronenstrahllithographie, RIE und ICP-RIE zu verwenden. Die Selektivität<sup>2</sup> des verwendeten ICP-RIE-Prozesses (vgl. Abschnitt 3.2.4) liegt bei Standard-Prozessparametern bei etwa 80. Das führt zu einer erforderlichen Chrommaskendicke von lediglich 13 nm bei einer Quarzglasdicke von 1000 nm. Da eine so geringe Dicke technologisch schwierig zu beherrschen ist und die verwendeten Verfahren auf eine Mindestdicke angewiesen sind, wurde eine Chromschicht der Dicke 50 nm verwendet. Der Prozess der Maskenherstellung in Quarzglas, bestehend aus Elektronenstrahllithographie, RIE und ICP-RIE ist in Abbildung 4.5 dargestellt. Man erhält eine Maskenstruktur die aus Quarzglas und der Chromschicht besteht. Auf ein Entfernen der Chromschicht wurde verzichtet, um eine bessere visuelle Sichtbarkeit der Strukturen auf dem Substrat zu erreichen. Abbildung 4.6 zeigt REM-Aufnahmen einer Quarzglasmaske (400 nm Löcher mit 620 nm Periode) und die fertig geätzte Struktur in Lithiumniobat. Die Bestrahlung erfolgte mit der in Abschnitt 2.3 beschriebenen Argonenergieserie (60, 150, 350 und 600 keV) bei einer Gesamtfluenz von 0.7 dpa. Die Ätzung

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>Selektivität: Verhältnis der Ätzraten von zu ätzendem Material und Maskenmaterial



Abbildung 4.5: Ablauf der Strukturierung einer Quarzglasmaske



Abbildung 4.6: REM-Bilder der Quarzglasmaske vor dem IBEE-Prozess (links) und der damit erzeugten Struktur in Lithiumniobat (rechts). Der Durchmesser der Löcher im Lithiumniobat beträgt ca. 400 nm und die Seitenwände sind annähernd senkrecht.

wurde bei Standardbedingungen (3,7 % HF, 40 °C) für 10 Minuten durchgeführt. Die Strukturen zeigen eine hohe Qualität. Insbesondere sind die senkrechten Flanken der Löcher zu erkennen. Am Boden der Strukturen ist eine Abrundung zu beobachten, die auf die Eigenschaften des IBEE-Prozesses zurückzuführen ist (siehe Kapitel 5).

#### 4.4.1 Variation des Flankenwinkels

Das Profil der erzeugten Struktur im Quarzglas ist von den Parametern des Ätzprozesses abhängig. Ändert man die Parameter Druck oder Bias-Spannung, verändern sich die Ätzraten und der Flankenwinkel der Struktur. In Abbildung 4.7 sind die Abhängigkeiten der Ätzrate, der Selektivität und des Flankenwinkels von der Bias-Spannung dargestellt. Während des Ätzprozesses findet auf der Oberfläche eine Polymerisierung



Abbildung 4.7: Ätzraten und Selektivität (a) und Flankenwinkel (b) in Abhängigkeit der Bias-Spannung. Alle anderen Ätzparameter entsprechen den Standardbedingungen. Mit steigender Bias-Spannung erhöhen sich die Quarz- und die Chromätzraten (diese allerdings stärker), die Selektivität hat ihr Maximum bei -50 V Bias. Eine weitere Verringerung der Bias-Spannung hat einen Stopp des Quarzglasätzvorganges zur Folge ( $\approx 20$  V). Mit steigender Bias-Spannung nähert sich der Flankenwinkel dem Idealwert von 90°. c) REM-Bilder von Gitterstukturen geätzt mit verschiedenen Bias-Spannungen.

des Ätzgases statt, dessen Grad mit steigender Ätzgaskonzentration ansteigt. Die Polymerschicht wird gleichzeitig während des Ätzens abgetragen, wobei die Stärke des Abtrages vom physikalischen Ätzanteil, der durch die Bias-Spannung bestimmt wird, abhängt. Dies kann bis zum vollständigen Stopp des Ätzprozesses bei zu geringer Bias-Spannung führen.

#### KAPITEL 4. MASKENHERSTELLUNG

Die Erhöhung des Druckes hat eine Erhöhung der Konzentration des Ätzgases und damit eine Erhöhung der Polymerisierung zur Folge. Gleichzeitig führt die einhergehende Verkürzung der freien Weglänge zu einer stärkeren Streuung der Ätzgase im Reaktor und damit zu einer Verringerung des Anisotropiegrades des Ätzvorganges. Ein kleinerer Anisotropiegrad führt zu einer verstärkten Ätzung der Seitenflanken der Strukturen und damit zu einem verringerten Flankenwinkel. Um die Kantensteilheit zu erhöhen, ist somit ein möglichst kleiner Druck erforderlich. Der Druck in der Reaktorkammer wird im Idealfall nur durch den Gasfluss und die Pumpleistung des Vakuumsystems bestimmt. Eine Absenkung des Gasflusses bewirkt eine Druckabsenkung, wobei der Effekt durch den Gaseintrag von der zur Probenkühlung verwendeten Heliumrückseitenkühlung sehr stark abgeschwächt wird. Als minimaler erreichbarer Wert, ohne Veränderung des Gasflusses des Ätzgases, konnte 0,3 Pa erreicht werden.

Eine Erhöhung der Bias-Spannung vergrößert die Ätzraten von Chrom und Quarzglas. Die erhöhte Chromätzrate, und die dadurch steigende Facettenbildung an den Kanten der Chrommaske, führt zu einem verstärkten Abtrag der Maske. Für die verwendete Chromdicke von 50 nm zeigt sich dieser Effekt durch einen sinkenden Flankenwinkel der Quarzstrukturen ab einer Bias-Spannung unterhalb von -100 V. Die höchste Selektivität des Ätzprozesses wird bei -50 V erreicht. Unterhalb davon steigt die Chromätzrate stärker als die Quarzätzrate, was die Selektivität wieder sinken lässt. Eine Verringerung der Bias-Spannung über -50 V führt zu einer sinkenden Quarzätzrate und damit ebenfalls zu einer Verschlechterung der Selektivität. Um einen maximalen Flankenwinkel zu erhalten, muss ein optimaler Wert der Bias-Spannung gewählt werden, um beide Vorgänge, Maskendegeneration bei hoher und geringe Selektivität bei niedriger Bias-Spannung von -80 V verwendet. Abbildung 4.8 zeigt Gitterstrukturen die bei unterschiedlichen Drücken und Bias-Spannungen hergestellt wurden. Als Arbeits-



Abbildung 4.8: REM-Bilder erzeugter Quarzglasstrukturen, links: 0.3 Pa, -100 V Bias, Mitte: 1.5 Pa, -100 V Bias, rechts: 1.5 Pa, -120 V Bias. Alle anderen Ätzparameter entsprechen den Standardbedingungen. Die Ätzrate sinkt bei Erhöhung des Druckes (0.3 auf 1.5 Pa) auf das 0.63-fache. Als Ausgleich ist eine Ätzzeit- oder Biaserhöhung möglich.

punkt für einen maximalen Flankenwinkel ergibt sich eine Bias-Spannung von -80 V und ein Druck von 0,3 Pa. Bei den mit diesen Parametern erzeugten Strukturen ist der

Kantenwinkel im unteren Bereich (bis ca. 1000 nm) der Strukturen  $90^{\circ}$ . Oberhalb von 1000 nm führt die Facettenbildung zum Einsetzen einer erhöhten Maskendegeneration, die wiederum zu einer Änderung des Flankenwinkels in diesem Bereich führt. Für die Herstellung von Strukturen unter Verwendung der Quarzglasmaske ist eine Maskendicke und damit eine Strukturtiefe von 1000 nm erforderlich. Bei Maskenstrukturen dieser Tiefe ist der Flankenwinkel  $90^{\circ}$ .

Für spezielle Anwendungen (Abschnitt 7.3) ist ein Flankenwinkel kleiner als  $90^{\circ}$  erforderlich. Dies kann durch geeignete Wahl der Parameter Druck und Bias-Spannung erreicht werden. Als kleinster Wert für den Flankenwinkel der Maske wurde  $70^{\circ}$  erreicht (-120 V Bias, 1,5 Pa). Der Flankenwinkel kann in einem Bereich von 70 bis  $90^{\circ}$  durch Wahl der Ätzparameter eingestellt werden.

### 4.5 Rauheit der Maske

Bei der Herstellung von Strukturen mittels lithographischer Verfahren entsteht an den Kanten der Strukturen eine Rauheit, die die optische Funktion der fertigen Bauelemente beeinflusst. Der Hauptteil der Beeinflussung ist die Streuung des in den Bauelementen geführten Lichts, was eine erhöhte Dämpfung bewirkt. Die Rauheit wird durch das verwendete Verfahren und die verwendeten Materialien bestimmt. Bei jedem Prozess der Strukturierung wird die Rauheit verringert oder verstärkt. Die mit Photo- oder Elektronenstrahllithographie erzeugte Resiststrukturen weisen eine charakteristische Rauheit auf, welche hauptsächlich vom verwendeten Resist abhängt. Die anschließenden Ätzvorgänge können eine Verstärkung hervorrufen.

Die Rauheit der Resist- und der Chromstruktur wird mit Hilfe von REM-Aufnahmen bestimmt. Beim verwendeten Photoresist AZ 1505 wurde eine Rauheit (rms) von 10 nm gemessen, beim Elektronenstrahlresist ZEP520A 7 nm. Nach der Ätzung der Chromschicht wurde die Rauheit der Chromkante auf 14 nm bestimmt. Diese Rauheit ist hauptsächlich eine Folge der Körnigkeit der Chromschicht. Die Chromschicht wächst beim Sputterprozess in Clustern auf: Zunächst lagern sich einige Chromatome aneinander und bilden nach weiterem Wachstum dieser Ansammlungen eine geschlossene Chromschicht. Die Clustergröße ist abhängig von den Parametern des Beschichtungsprozesses und schwankt im Bereich von 10 bis 100 nm, so dass die Cluster im Rasterelektronenmikroskop erkennbar sind. Der bei der Herstellung der Quarzglasmaske folgende ICP-RIE-Ätzschritt erzeugt aus der Kantenrauheit der Chromkante eine Rauheit der Seitenwand der Struktur, welche sehr schwierig zu messen ist. Der rms-Wert ändert sich nicht, da die als Maske fungierende Chromschicht bei dem Prozess kaum angegriffen wird.

Die rms-Werte der Rauheiten sind mit bis zu 14 nm sehr niedrig und haben da-

durch nur geringe Auswirkungen auf die optische Funktion der Bauelemente [77]. Eine periodische Rauheit kann bei Wellenleiterstrukturen eine Streuung durch dessen Gitterwirkung erzielen. Da die auftretende Rauheit statistischen Charakter hat, ist damit nicht zu rechnen. Die Rauheit resultiert aus den verwendeten Materialien und Verfahren zur Herstellung der Maske. Deshalb ist eine Reduktion nur in einem sehr begrenzten Maße möglich und daher nicht sinnvoll.

## 4.6 Zusammenfassung

Die Untersuchungen zur Herstellung der Masken ergaben Chrom und Quarzglas als sinnvolle Materialauswahl. Für die Herstellung von Bauelementen mit Strukturgrößen im Mikrometerbereich wurde Chrom verwendet. Dessen Strukturierung erfolgte unter Verwendung von Photolithographie und eines RIE-Ätzprozesses, wobei die Geometrie der Chrommaske ein nicht ideal rechtwinkliges Profil zeigt. Die Chrommaske widersteht dem IBEE-Prozess und kann daher zu dessen mehrmaliger Anwendung verwendet werden. Für Bauelemente mit Strukturgrößen im Submikrometerbereich wurde Quarzglas verwendet. Dessen Strukturierung erfolgte unter Verwendung von Elektronenstrahllithographie, RIE und ICP-RIE. Die Geometrie der Maske ergibt eine ideal rechteckige Maskenform bei geeigneter Wahl der Parameter des ICP-RIE-Prozesses. Der Flankenwinkel kann zusätzlich durch Anpassung der Ätzparameter zwischen 70 und 90° eingestellt werden.

## Kapitel 5

# Simulation der Bestrahlung und des Ätzens

Ziel dieser Arbeit ist die Untersuchung der Herstellung von Bauelementen in Lithiumniobat mittels IBEE. Die Bauelemente müssen, um die gewünschten optischen Funktionen zu haben, bestimmte Anforderungen an die Geometrie erfüllen. So führt beispielsweise bei photonischen Kristallen eine Abweichung des Lochdurchmessers oder eine Veränderung der Lochform zu einer Verschiebung der Bandstruktur oder zu höheren Verlusten. Die verwendete IBEE-Technik arbeitet mit der selektiven Bestrahlung mit hochenergetischen Ionen, welche beim Eindringen in das Lithiumniobat eine Streuung erfahren. Dadurch erfolgt keine 1:1 Übertragung der Maske in das Substrat. Selbst bei einer idealen Maske, die eine scharfe Grenze zwischen bestrahlter und unbestrahlter Oberfläche erzeugt, tritt eine gewisse Verrundung der Geometrie auf. Nach dem Ätzvorgang erhält man Strukturen, deren Form von der Geometrie der Maske, den Parametern der Bestrahlung und der Ätzung abhängen.

Mit Hilfe einer Simulation der am IBEE-Prozess beteiligten Vorgänge ist man in der Lage die Strukturentstehung nachzuvollziehen. Es kann die Veränderung der Form der Bauelemente bei Variation der Parameter des Prozesses untersucht werden. Dadurch ist eine Optimierung der Form der fertigen Bauelemente möglich. Zugleich können die Anforderungen an die Geometrie der Maskenstrukturen ermittelt werden.

## 5.1 Simulation der Bestrahlung

Ein eingeschossenes Ion wird an den Atomen des Kristallgitters gestreut. Das Ion gibt dabei einen Teil seiner Energie an das Gitteratom ab, was zu dessen Versetzung führen kann. Gemäß Energie- und Impulserhaltung ändern sich Geschwindigkeit und Richtung des Ions. Es wird abgebremst und kommt in einer bestimmten Tiefe zur Ruhe. Bei ausreichend großer Energieübertragung an die Gitteratome erzeugen diese sekundäre Stoßkaskaden. Mit Hilfe des Programmes SRIM kann die vollständige Stoßkaskade, welche ein eingestrahltes Ion erzeugt, berechnet und ausgegeben werden. In Abbildung 5.1 ist beispielhaft die Stoßkaskade dargestellt, welche ein Argonion mit einer Ionenenergie von 600 keV in Lithiumniobat erzeugt. Durch die Berechnung mehrerer Ionenbahnen



Abbildung 5.1: Weg eines Argonions mit einer Energie von 600 keV in Lithiumniobat inklusive sekundärer Stoßkaskaden, links: Seitenansicht, rechts: Draufsicht

in einer Monte-Carlo-Simulation erhält man eine räumliche Verteilung der von den eingeschossenen Ionen hervorgerufenen Schädigung durch Versetzungen. Um eine ausreichend große Aussagekraft zu gewährleisten, wurden bei jeder Simulation 10000 Ionen verwendet. Diese Anzahl stellt einen Kompromiss aus erforderlicher Aussagekraft und zu verarbeitender Datenmenge dar, welche sich bei den verwendeten 10000 Ionen im Bereich von mehreren Gigabyte bewegt. Die Anzahl und Position der Versetzungen der Gitteratome aus den Stoßkaskaden wurde mit einer örtlichen Auflösung von 1 nm registriert. Die Zahl der Versetzungen pro Volumeneinheit  $(1 \times 1 \times 1 \text{ nm})$  ist in Abbildung 5.2 mit logarithmischer Skala für die Ionenenergien 60, 150, 350 und 600 keV dargestellt. Es handelt sich dabei um Schnitte durch die dreidimensionalen Verteilungen. Die Einschuss der Ionen erfolgte von oben. Im direkten Umfeld dieser Einschussstelle ist die Anzahl der Versetzungen sehr hoch, so dass eine logarithmische Skala notwendig ist, um die Verteilung gut sichtbar darzustellen. Es ergibt sich grundsätzlich eine Birnenform. Mit steigender Ionenenergie dringen die Ionen tiefer in das Targetmaterial ein und erfahren dabei eine größer werdende seitliche Streuung. Wie in Abschnitt 2.3 beschrieben, ist bei Verwendung von Argonionen der Energie 60, 150, 350 und 600 keV ein Fluenzverhältnis von 0,19:0,19:0,19:1 erforderlich, um eine gleichmäßig geschädigte Schicht zu erzeugen. In den folgenden Betrachtungen wird, wenn nicht anders beschrieben, von diesen Fluenzverhältnissen ausgegangen und nur die Gesamtfluenz der Summenverteilung verändert. Die Gesamtverteilung ist bei einem Abstand von etwa 400 nm von der Einschussstelle vollständig abgeklungen. Das heißt, dass alle Bereiche innerhalb eines Abstandes von 400 nm um die Einschussstelle eine Schädigung erfah-



Abbildung 5.2: Simulierte Anzahl der Versetzungen pro Volumeneinheit  $(1 \times 1 \times 1 \text{ nm})$  und Summe der Verteilungen bei einem Fluenzverhältnis von 0,19:0,19:0,19:1 (60, 150, 350, 600 keV Argonionen) bei Betrachtung einer punktförmigen Bestrahlung in Lithiumniobat, logarithmische Skala.

ren. Gleichzeitig bedeutet dies, dass zur Schädigung eines Punktes alle Ionen beitragen, die im Abstand von maximal 400 nm eingeschossen werden. Die Summenverteilung der Versetzungen bei Einschuss an einer Stelle ist die Verteilungsfunktion  $S_f(x, y, z)$ . Unter Berücksichtigung der Maskengeometrie M(x, y) und unter Einrechnung der Bestrahlungsfluenz kann die Versetzungsverteilung S(x, y, z) berechnet werden. Damit erhält man eine ortsaufgelöste dreidimensionale Verteilung der Versetzungen im Substrat. Aus dieser Verteilung kann die relative Defektkonzentration bestimmt werden. Dazu wird der Zusammenhang zwischen normierter Fluenz und relativer Defektkonzentration benötigt, welcher aus experimentellen Werten ermittelt wurde. Abbildung 5.3a zeigt diesen Zusammenhang für die Bestrahlung mit Argonionen bei Raumtemperatur sowie bei Bestrahlung mit Heliumionen bei etwa 100 K. In Abbildung 5.3b ist die Ätzrate bei Standardbedingungen  $(3.7\% \,\mathrm{HF}, \,40\,^\circ\mathrm{C})$  in Abhängigkeit der Defektkonzentration dargestellt. Aus der Zusammenfassung beider Abhängigkeiten erhält man die Abhängigkeit der Ätzrate von der normierten Fluenz (Abbildung 2.3). Der Punkt des Einsetzens der Ätzung liegt bei Bestrahlung mit Argon bei einer normierten Fluenz von  $n_{dpa} = 0.15$  dpa. Dieser Wert entspricht einer relativen Defektkonzentration von  $n_{da} = 0,26.$ 

Bei der Simulation der Ätzung zeigt sich, dass sich nach einer bestimmten Ätzzeit die Geometrie der Strukturen nur noch wenig verändert. Bei fortschreitender Ätzung werden nur noch Bereiche mit kleiner Defektkonzentration und entsprechend kleiner Ätzrate entfernt, so dass keine signifikante Veränderung der Geometrie mehr auftritt. Die Struktur wird als ausgeätzt bezeichnet. Der Grenzwerte der relativen Defektkonzentration, an der die Ätzung einsetzt ( $n_{da} = 0.26$ ), ist gleichzeitig der Punkt an dem



Abbildung 5.3: a) Zusammenhang zwischen der relativen Defektkonzentration und der normierten Fluenz bei Bestrahlung mit Argonionen, Raumtemperatur und Heliumionen 100 K, b) Abhängigkeit der Ätzrate bei Standardbedingungen von der relativen Defektkonzentration.

die Geometrie ausgeätzt ist. Deshalb kann bei der Berechnung der Geometrie der Strukturen angenommen werden, dass alle Bereiche mit einer relativen Defektkonzentration oberhalb dieser Grenze bei der Ätzung entfernt werden. Somit kann anhand der Simulation der Bestrahlung die Form der Bauelemente auch ohne Ätzsimulation berechnet werden, was in den folgenden Abschnitten so angewendet wurde. Ein durchgeführter Vergleich der berechneten Geometrie mit dieser Methode und unter Anwendung der Ätzsimulation bestätigt, dass diese Vorgehensweise gerechtfertigt ist.

#### 5.1.1 Ideale Maske

Eine ideale Maske hat ein rechteckiges Profil, so dass ihre Maskenfunktion als binär angenommen werden kann. Das heißt, dass dort wo eine Maske vorhanden ist, keine Bestrahlung der Substratoberfläche stattfindet. Unter dieser Annahme kann mit der Verteilungsfunktion  $S_f(x, y, z)$  unter Berücksichtigung der Maskenfunktion M(x, y) die Versetzungsverteilung S(x, y, z) durch eine Faltung berechnet werden.

$$S(x,y,z) = \int_{D} S_f(\widehat{x},\widehat{y},z) \cdot M(x-\widehat{x},y-\widehat{y}), \quad S_f,M:D$$
(5.1)

D ist der Bereich in dem die Funktionen  $S_f$  und M definiert sind. Bei der numerischen Simulation wird daraus eine Summe:

$$S(x, y, z) = \sum_{\widehat{x}, \widehat{y}} S_f(\widehat{x}, \widehat{y}, z) \cdot M(x - \widehat{x}, y - \widehat{y})$$
(5.2)

Anschließend wird unter Einbeziehung der Fluenz der Bestrahlung die relative Defektkonzentration berechnet.

#### 5.1.1.1 Simulation einer zweidimensionalen Geometrie

Für die Herstellung von z.B. Wellenleitern ist es ausreichend, die zweidimensionale Defektkonzentration zu berechnen, da sich die Geometrie in der dritten Dimension nicht ändert. Zunächst wird das Verhalten bei einer Bestrahlung mit Argonionen an einer idealen Maskenkante bei Variation der Gesamtfluenz der Bestrahlung betrachtet. Abbildung 5.4 zeigt die Defektkonzentration einer idealen Maskenkante bei Argonbestrahlung mit einer Energieserie und variierender Gesamtfluenz. Die Gesamtfluenz



Abbildung 5.4: Relative Defektkonzentration  $n_{da}$  (oben) sowie ausgeätzte Geometrie (unten) für die Bestrahlung einer idealen Maskenkante mit Argonionen bei verschiedenen Gesamtfluenzen. Die Dicke der Maske ist nicht maßstäblich.

wurde zwischen 0,2 dpa und 0,7 dpa gewählt. Mit steigender Fluenz kommt es zu einer Unterätzung der Maskenkante. Die Tiefe des Maximums der Unterätzung im Substrat entspricht der Tiefe der maximalen Ausdehnung der Verteilungsfunktion  $S_f(x, y, z)$ . Die maximale Unterätzung wird bei einer Tiefe von etwa 440 nm erreicht. Die Unterätzung selber hat bei einer Gesamtfluenz von 0,7 dpa eine Breite von ca. 70 nm. Im unteren Bereich der Strukturen tritt eine Abrundung auf. Diese Abrundung hat einen Radius von etwa 200 nm. Bei Verringerung der Ionenenergie verkleinert sich der Streuungsbereich der Ionen und damit auch die Abrundung (vgl. Abb. 5.2). Die Flankensteilheit ist bei einer Fluenz von 0,3 dpa am größten, man kann sagen, dass die Geometrie bei dieser Fluenz am besten übertragen wird. Des Weiteren ist zu beobachten, dass die Gesamttiefe der Struktur mit steigender Fluenz ansteigt. Dies resultiert aus der in der Tiefe ebenfalls abklingenden Schädigungsverteilung (vgl. Abb. 2.5).

Wie in Abschnitt 5.1 dargestellt, ist die Betrachtung einer Kante der Maske auf die vorgestellte Weise nur zulässig, wenn sich in einem Abstand von mindestens 400 nm

keine weitere Kante befindet. Unterschreiten die bestrahlten Bereiche diese Breite, sind diese Schlitze in der Maske nicht als zwei Kanten, sondern als Gesamtstruktur zu betrachten. Abbildung 5.5 zeigt die simulierte Geometrie für Schlitze in der Maske mit Breiten von 50 bis 400 nm. Die Gesamtfluenz betrug 0,3 und 0,7 dpa. Die Geometrie



Abbildung 5.5: Simulierte Geometrie bei Bestrahlung verschieden breiter Schlitze in der Maske, Argonionen, 0,3 und 0,7 dpa Gesamtfluenz. Die Dicke der Maske ist nicht maßstäblich.

verändert sich bei variierender Schlitzbreite. Bei der 400 nm breiten Struktur entspricht die Form der Struktur der zweier gegenüberliegender Kanten (vgl. Abb. 5.4). Mit sinkender Schlitzbreite nimmt die Unterätzung ab und die Gesamttiefe verringert sich. Diese Effekte wirken sich bei geringerer Fluenz sowie unterhalb einer Schlitzbreite von 100 nm stärker aus. Es ergibt sich eine große Veränderung der Form der Struktur. In den Bereichen nahe der Oberfläche tritt so gut wie keine Veränderung auf, weil dort hauptsächlich die niedrigen Ionenenergien mit ihrer geringeren Streuung wirken. Es bleibt festzuhalten, dass bei der Herstellung von Strukturen mit Schlitzbreiten unterhalb 400 nm die Geometrie von der Schlitzbreite abhängig ist. Diese Erkenntnis ist insbesondere bei der Herstellung von Gitterstrukturen mit Perioden im Submikrometerbereich zu beachten.

#### 5.1.1.2 Simulation einer dreidimensionalen Geometrie

Bei der dreidimensionalen Simulation der Bestrahlung (und der Ätzung) wurde eine Verringerung der Auflösung der Simulation auf 10 nm vorgenommen. Die Verringerung der Auflösung ist notwendig, um die Datenmengen auf eine handhabbare und in akzeptablen Zeiten zu verarbeitende Größe zu beschränken. Gleichzeitig ist noch eine ausreichend hohe Genauigkeit vorhanden, um die Geometrie der Strukturen zu beschreiben.

Die Eigenschaften der Übertragung dreidimensionaler Strukturen wurde anhand von quadratischen und runden Löchern untersucht. Die minimale Strukturgröße wurde zunächst auf 400 nm festgelegt. Abbildung 5.6 zeigt die simulierte Geometrie der Strukturen, welche bei Bestrahlung und Ätzung von quadratischen und runden Löcher der Breite bzw. des Durchmessers 400 nm in der Maske entstehen. Die Gesamtfluenz beträgt dabei 0,3, 0,4 und 0,7 dpa.



Abbildung 5.6: Simulierte Geometrie der Löcher, die bei Bestrahlung einer quadratischen (oben) und einer runden (unten) 400 nm Lochstruktur in der Maske entstehen, Argonionen, 0,3, 0,4 und 0,7 dpa Gesamtfluenz. Dargestellt sind jeweils Schnitte durch die Strukturen bei einer Tiefe von 400 nm (jeweils obere Reihe) sowie vertikale Schnitte (jeweils untere Reihe). Die Dicke der Maske ist nicht maßstäblich.

Bei der quadratischen Lochstruktur ist eine Verrundung der Ecken zu verzeichnen. Der Radius der Verrundung beträgt bei der Fluenz 0,3 dpa in einer Tiefe von 400 nm etwa 120 nm. Steigt die Fluenz, wird auch der Radius der Verrundung größer (ca. 160 nm bei 0,7 dpa). Der Radius steigt außerdem mit steigender Tiefe. Die Lochform an der Oberfläche ist quadratisch und verändert sich mit steigender Tiefe zu einem verrundeten Quadrat. Eine nahezu senkrechte Flanke der Löcher wird bei einer Fluenz von 0,3 dpa erreicht und liegt damit bei der gleichen Fluenz, wie für den zweidimensionalen Fall. Höhere Fluenzen führen wie im zweidimensionalen Fall zu einer Unterätzung der Maskenkante.

Bei der Bestrahlung der runden Lochstrukturen gibt es wegen der Abwesenheit von Ecken keine Verrundung. Es ergibt sich lediglich eine Vergrößerung des Lochdurchmessers mit steigender Fluenz. Anders als bei den quadratischen Löchern wird jetzt eine senkrechte Flanke bei einer Fluenz von 0,4 dpa erreicht. Der Grund dafür ist, dass zur Schädigung eines Punktes am Rand des Loches nur Bestrahlungen an Punkten innerhalb der Lochstruktur beitragen können. Ein rundes Loch hat jedoch eine geringere Fläche als ein quadratische Loch gleicher Breite, was zu einer effektiven Verringerung der Fluenz führt. Abbildung 5.7 zeigt die simulierte Geometrie bei Bestrahlung von run-



Abbildung 5.7: Simulierte Geometrie bei Bestrahlung verschieden großer Löcher in der Maske, Argonionen, 0,4 und 0,7 dpa Gesamtfluenz. Die Dicke der Maske ist nicht maßstäblich.

den Löchern verschiedener Durchmesser in der Maske mit Gesamtfluenzen von 0,4 und 0,7 dpa. Bei Verringerung des Lochdurchmesser unterhalb von 300 nm tritt eine starke

Abweichung der Lochgeometrie auf. Es gibt eine Verringerung der Tiefe der Strukturen und zusätzlich bei der Gesamtfluenz 0,7 dpa eine Verringerung der Unterätzung. Der Effekt der sich verändernden Form der Löcher ist bei runden Lochstrukturen wegen des oben genannten Grundes (Verringerung der effektiven Fluenz durch die runde Form) stärker als bei quadratischen Löchern oder bei Schlitzen in der Maske.

#### 5.1.2 Reale Maske

Reale Masken weisen verschiedene von der idealen rechteckigen Form abweichende Flankenformen auf und können deshalb nicht mehr als ideal angenommen werden. In diesem Fall kann die Versetzungsverteilung nicht durch eine einfache Faltung berechnet werden. Es muss ein Verfahren verwendet werden, welches die unterschiedlich starke Abbremsung der Ionen bei unterschiedlichen Maskendicken berücksichtigt. Die Schädigungsverteilungen der Ionen in verschiedenen Materialien weisen grundsätzlich die gleiche Form auf. Einen Unterschied gibt es in der Tiefe und der Breite der Verteilung. Durch die Simulation der Bestrahlung in verschiedenen Materialien konnte nachgewiesen werden, dass sich bei Änderung des Substratmaterials die Breite und Tiefe der Verteilung gleich stark ändern. Der Faktor der Änderung wurde beim Übergang von Lithiumniobat zu Chrom bzw. Quarzglas zu 0,61 bzw. 1,38 bestimmt. Das bedeutet, dass zum Beispiel eine Schädungsverteilung in Quarzglas 1,38 mal so breit und tief ist wie in Lithiumniobat. An einem Punkt wo die Maske dünner als die zur vollständigen Abbremsung benötigte Dicke ist, werden die Ionen, die die Maske durchdringen, in das Substratmaterial eingebracht. Die Ionen werden beim Durchgang durch die Maske gestreut, wodurch sich ihre Energie verringert. Es wird nur ein Teil der Verteilung in das Substrat eingebracht, wobei dieser Anteil von der Maskendicke an dieser Stelle abhängt. Damit kann die Versetzungsverteilung bei nahezu beliebiger Maskengeometrie berechnet werden. Bei der durchgeführten Simulation wurde nur die Änderung der Tiefe der Verteilung erfasst, aber nicht die Anderung der Breite. Die zur Berechnung benutzte Methode ist immer noch eine Art Faltung, welche die Eigenschaft hat, auf eine Breitenänderung der Schädigungsverteilung nur gering zu reagieren. Deshalb verschiebt sich die Grenze zwischen geätzten und erhaltenen Bereichen nur gering.

Betrachtet wurde zunächst eine Maske mit schrägen Flanken. Der Flankenwinkel kann bei Verwendung einer Quarzglasmaske durch Variation der Parameter des Ätzprozesses im Bereich von 70 bis 90° eingestellt werden. Abbildung 5.8 zeigt die simulierte Geometrie der Struktur bei Variation des Flankenwinkels der Maske. Die Maske hat eine Dicke von 1000 nm. Es zeigt sich, dass eine ideale (senkrechte) Flankenform der fertigen Struktur einen Flankenwinkel der Maske von mindestens 85° erfordert. Unterhalb von 85° bildet sich in der Struktur ebenfalls eine schräge Flankenform. Dies kann zur Erzeugung von Bauelementen mit schrägen Kanten verwendet werden.



Abbildung 5.8: Simulierte Geometrie bei Bestrahlung von Masken mit verschiedenen Flankenwinkeln, Argonionen, 0,3 dpa Gesamtfluenz. Die Maske besteht aus Quarzglas und hat eine Dicke von 1000 nm.

Bei der Herstellung einer Chrommaske mittels RIE bildet sich eine spezielle Flankenform. Im oberen Bereich ist die Flanke senkrecht und im unteren Bereich bildet sich eine Art Fuß mit einer Rundung (siehe Abb. 4.4). An diesen Verlauf wurde für die Maskendicke eine Funktion der Form

$$M(x) = \frac{(x - \hat{x})}{A + B(x - \hat{x}) + C\sqrt{x - \hat{x}}}$$
(5.3)

angepasst. Mit Hilfe dieser Funktion konnte analog dem Vorgehen im vorherigen Abschnitt die Geometrie an solch einer Maskenkante berechnet werden (Abb. 5.9). Im



Abbildung 5.9: Simulierte Geometrie bei Bestrahlung einer Chrommaske mit idealer und realer Geometrie, Argonionen, 0,3 dpa Gesamtfluenz. Die Chrommaske hat eine Dicke von 400 nm.

Vergleich mit einer idealen Maske ist nur eine sehr geringe Abweichung erkennbar. Im unteren Bereich der Struktur wird aufgrund der Streuung der Ionen die Schädigung von Ionen erzeugt, die in einem weiten Bereich (400 nm) eingeschossen werden. Der Beitrag der Ionen, die den Fuß der Maske durchdringen und dadurch eine zusätzliche Abbremsung erfahren, ist gering.

## 5.2 Simulation des Ätzvorganges

Eine Möglichkeit aus der Schädigungsverteilung die Geometrie der fertigen Strukturen zu bestimmen ist der schon erwähnte Ansatz, dass alle Bereiche, die über der Schwelle für eine Ätzung liegen, bei der Ätzung entfernt werden. Da sich die Schädigung im Substrat jedoch nicht schlagartig sondern stetig ändert, ergeben sich in schwach geschädigten Bereich kleine Ätzraten. Somit ändert sich die Strukturgeometrie der Elemente weiter, nachdem sich die Grundform schon ausgebildet hat. Um dies zu untersuchen, wurde der Ätzvorgang simuliert. Dieser Ätzvorgang verläuft nach dem gleichen Prinzip wie der Vorgang der Resistentwicklung in der Lithographie, so dass die gleichen Methoden angewandt werden können. In der Literatur finden sich verschiedene Ansätze wie das Membran-Modell [78] das Ray-Tracing- und das String-Modell [79] und verschiedene Zellenmodelle [80, 81]. Aus der Simulation der Bestrahlung erhält man die Ätzrate mit einer Ortsauflösung von 1 nm (10 nm bei 3D). Als Entwicklungsmodell wurde das Zellenmodell gewählt, da es einfach zu implementieren ist und die dafür notwendig Ätzrate (Entwicklungsrate) pro Zelle (Volumenelement) direkt durch die ortsaufgelöste Ätzrate gegeben ist. Beginnend an der Oberfläche des Substrates wird in diskreten Zeitabschnitten der durch die Ätzrate vorgegebene Ätzabtrag entfernt. Sobald ein Bereich vollständig entfernt wurde, werden die umgebenden Bereiche abgetragen. Bei einem Ätzvorgang tritt der Effekt auf, dass sich die lokale Ätzrate eines Bereiches ändert, je nachdem wie viele der umgebenden Bereiche noch vorhanden sind. Bereiche, welche von vielen Seiten frei zugänglich sind, werden schneller geätzt, als Bereiche welche nur von wenigen Seiten zugänglich sind. Bei Nichtbeachtung dieses Effektes bilden sich bei der Simulation Facetten in der Geometrie, die beim realen (isotropen) Ätzvorgang nicht entstehen können. Die Ätzratenänderung durch die Geometrie wurde deshalb bei der Simulation berücksichtigt. Die Ätzsimulation wurde analog zur Simulation der Bestrahlung zwei- und dreidimensional durchgeführt. Die zweidimensionale Simulation ist bei einer Pixelgröße von 1 nm auch bei großen Datenfeldern ( $2000 \times 1000$  Pixel) mit einer kurzen Berechnungszeit durchführbar. Für dreidimensionale Simulationen wurde, wie bei der Simulation der Bestrahlung, die Größe der Pixel auf 10 nm vergrößert, um die Berechnungszeit zu begrenzen.

#### 5.2.1 Zweidimensionale Ätzsimulation

Als Beispiel für die zweidimensionale Betrachtung wurde die Herstellung einer Gitterstruktur gewählt. Es wurde die Bestrahlung eines 350 nm breiten Schlitzes in einer idealen Maske simuliert. Verwendet wurden Argonionen der Energien 60, 150, 350 und 600 keV mit einem Fluenzverhältnis von 0,19:0,19:0,19:1 und einer Gesamtfluenz von 0,7 dpa. Abbildung 5.10 zeigt den Verlauf des Ätzvorganges der Struktur für fortschreitende Ätzzeit. Zu Beginn (1-5 min) ist die Ätzung in die Tiefe der entscheidende Pro-



Abbildung 5.10: Simulierte Geometrie eines Grabens der Breite 350 nm mit fortschreitender Ätzzeit. Die simulierte Bestrahlung erfolgte mit Argonionen der Gesamtfluenz 0,7 dpa.

zess. Bei einer Ätzzeit von 6 Minuten hat sich die Grundgeometrie des Grabens – die Birnenform – vollständig ausgebildet. Die Tiefe und die Breite des Grabens vergrößern sich mit fortschreitender Ätzung immer weniger. Der Verlauf der Ätztiefe in Abhängigkeit der Ätzzeit ist in Abbildung 5.11 dargestellt. Ab einer Ätzzeit von 6 Minuten



Abbildung 5.11: Simulierte Ätztiefe in der Mitte des Grabens (aus Abb. 5.10) in Abhängigkeit der Ätzzeit.

vergrößert sich die Tiefe nur noch wenig, die Ätzrate sinkt stark und der Ätzvorgang kommt zum Stillstand. Der gezeigt Verlauf der Ätztiefe über der Zeit kann bei Anpassung der Bestrahlungsparameter für die Herstellung von Strukturen mit einer genauen Tiefe verwendet werden.

### 5.2.2 Dreidimensionale Ätzsimulation

Für die Herstellung komplexer Strukturen muss die Simulation dreidimensional durchgeführt werden. Als Beispiel wurde eine photonische Kristallmembran berechnet. Diese besteht aus einer 450 nm dicken freischwebenden Membran in die runde Löcher mit einem Durchmesser von 350 nm und einer Periode von 620 nm eingebracht werden. Die Bestrahlung erfolgte mit Argonionen (60, 150, 350 und 600 keV, Fluenzverhältniss 0,19:0,19:0,19:1) einer Gesamtfluenz von 0,7 dpa und Heliumionen der Energie 285 keV bei einer Fluenz von 1,5 dpa. Die Argonbestrahlung wurde unter Verwendung einer Lochmaske durchgeführt und die Heliumbestrahlung ganzflächig. Nach der Bestrahlung erfolgte eine Ausheilung (30 min bei 300 °C). Dabei wird die Defektkonzentration entsprechend Abschnitt 2.5 verändert. Abbildung 5.12 zeigt die Geometrie der Struktur mit fortschreitender Ätzzeit. Die Ausbildung der Form der Löcher ist wiederum nach



Abbildung 5.12: Simulierte Geometrie von Lochstrukturen mit fortschreitender Ätzzeit. Gezeigt ist ein Schnitt durch die Struktur an der in der Maskengeometrie eingezeichneten Linie. Die Bestrahlung erfolgte mit Argonionen der Gesamtfluenz 0,7 dpa und Heliumionen der Fluenz 1,5 dpa. Danach wurde eine Ausheilung durchgeführt (30 min bei 300 °C).

etwa 6 Minuten abgeschlossen. Danach bildet sich der Luftspalt unterhalb der Membran. Die volle Dicke des Luftspaltes wird bei einer Ätzzeit von 20 Minuten erreicht. Ab diesem Punkt ändert sich auch die Dicke der Membran kaum noch. Der Luftspalt wird mit den Löchern als Ausgangspunkt zu den Seiten hin geätzt. Vergrößert sich der Abstand der Löcher, ist für die Ausbildung glatter Flächen an der Ober- und Unterseite der Membran zwischen den Löchern eine höhere Ätzzeit als 20 Minuten erforderlich.

## 5.3 Mehrfachbestrahlung und Ätzung

Bei Verwendung eines Maskenmaterials, das den Ätzvorgang unbeschadet übersteht, kann eine Mehrfachbestrahlung und Ätzung durchgeführt werden. Für die Simulation des Vorganges wurde Chrom als Material angenommen. Es wurde die ideale (rechteckige) und die reale Flankenform simuliert. Nach der ersten Anwendung des Vorganges entsteht eine Geometrie mit abgerundeten Kante im unteren Bereich der Struktur. Bei der nun folgenden zweiten Bestrahlung treffen die Ionen nicht mehr auf eine glatte Substratoberfläche, wie bei der ersten Bestrahlung. Dies wurde bei der Simulation der zweiten Bestrahlung durch eine vertikale Verschiebung beachtet. Abbildung 5.13 zeigt die simulierten Geometrien nach der zweimaligen Durchführung des IBEE-Prozesses bei Verwendung einer idealen sowie einer realen Geometrie der Chrommaske. Die Bestrahlung erfolgte mit Argonionen der Energien 60, 150, 350 und 600 keV mit einem Fluenzverhältnis 0,19:0,19:0,19:1 und einer Gesamtfluenz von 0,3 und 0,7 dpa. Durch



Abbildung 5.13: Simulierte Geometrie einer Maskenkante in Chrom mit idealer sowie realer Geometrie der Maske bei zweimaliger Anwendung des IBEE-Prozesses. Die Bestrahlung erfolgte jeweils mit Argonionen der Gesamtfluenz 0,3 und 0,7 dpa. Die Ätzung erfolgte für je 10 Minuten bei 3,7% HF, 40 °C.

die Unterätzung der Maske ergibt sich eine wellenförmige Seitenwand der Struktur. Bei der Fluenz von 0,7 dpa ist die Wellenhöhe in der Größenordnung der Unterätzung (70 nm). Bei einer Fluenz von 0,3 dpa verschwindet die Wellenform fast vollständig. Bei beiden Maskengeometrien ergibt sich eine leichte Verbreiterung der verbleibenden Struktur mit jedem IBEE-Schritt. Die Verbreiterung hat bei zweimaliger Durchführung des IBEE-Prozesses (0,3 dpa) einen Wert von 22 nm. Bei weiterer Anwendung verringert sich dieser Wert durch die nachfolgenden Ätzschritte auf 10 nm. Dies ergibt bei einer Ätztiefe von 550 nm pro Schritt einen maximal erreichbaren Flankenwinkel der Lithiumniobatstruktur von 89 °.

## 5.4 Zusammenfassung

Die Simulation der Bestrahlung zeigt, dass selbst bei idealer Maskenwirkung das Streuverhalten der Ionen zu einer Verrundung der Strukturen führt. Es tritt sowohl eine laterale Verrundung bei Ecken in der Maske als auch eine Verrundung des Profils der Strukturen auf. Bei Verwendung von 600 keV Argonionen und einer Gesamtfluenz von 0,7 dpa ist der Radius der Verrundung 160 nm bzw. 200 nm in lateraler Richtung bzw. der Profilform. Das Profil der Maske hat nur geringen Einfluss auf die Verrundung. Eine reale Chrommaske erzeugt ein nahezu gleiches Profil der Strukturen wie eine ideale Maske. Unterschreitet der Flankenwinkel einer schrägen Maske 85°, entsteht im Lithiumniobat ebenfalls ein schräges Profil.

Die Simulation des Ätzvorganges zeigt, dass der Prozess nach etwa sechs Minuten zum Erliegen kommt und sich danach die Geometrie nur noch wenig ändert. Die Ätzzeit, bei der die Strukturen ausgeätzt sind, wurde auf einen Wert von zehn Minuten festgesetzt. Für die Ätzung komplexer, z.B freistehender, Strukturen ist eine höhere Ätzzeit notwendig, die von der zu unterätzenden Breite abhängt.

Für die mehrfache Anwendung der IBEE-Technik ist die Bildung einer Wellenform an der Flanke der Strukturen zu erwarten.

## Kapitel 6

## Photonische Kristalle

Photonische Kristalle sind eine periodische Anordnung von Dielektrika mit unterschiedlicher Brechzahl. Diese Anordnung kann ein-, zwei oder dreidimensional erfolgen. Ein photonischer Kristall erzeugt ein optische Bandlücke und ermöglicht die Kontrolle der Lichtausbreitung in ein, zwei oder drei Dimensionen [82].

Die Rahmenbedingungen der Fertigungstechnologie führen zur Fokussierung der Untersuchungen von zweidimensionalen photonischen Kristallen. Das System ist eine dreidimensionale Struktur, welche allerdings eine zweidimensionale Bandstruktur besitzt. Deshalb wird es auch als 2,5D-photonischer Kristall bezeichnet. Die Lichtführung in der dritten Dimension erfolgt dabei durch die Verwendung eines Schichtwellenleiters, einer hochbrechenden Schicht. Dieses System eines photonischen-Kristall-Schichtwellenleiters (photonic crystal slab) ist die am weitesten verbreitete Realisierung einer photonischen Kristallstruktur. Es besteht aus einem Schichtwellenleiter, in dem Löcher strukturiert sind. Zahlreiche Beispiele dieses Systems gibt es in Materialien wie Galliumarsenid [83], Siliziumnitrid und Niobpentoxid [84]. Die Lochgeometrie sollte dabei idealerweise zylindrisch sein, da es sonst zu Polarisationüberkopplungen und damit zu Verlusten kommt [85, 86]. Die Herstellung einer photonischen Kristallstruktur in einem nichtlinearen Material wie Lithiumniobat führt zu neuartigen Anwendungen wie z.B. der Ausnutzung der Bandstruktur zur effizienten Erzeugung einer zweiten Harmonischen [87].

In der Literatur finden sich verschiedene Ansätze zur Herstellung eines photonischen-Kristall-Schichtwellenleiters in Lithiumniobat. Die Realisierung der vertikalen Lichtführung geschieht durch die Verwendung des Protonenaustausches, wie er für die Herstellung von Wellenleitern benutzt wird. Die Löcher in der Schicht werden auf unterschiedliche Art erzeugt. Hu et al. [9] und Ulliac et al. [10] benutzen ICP-RIE beziehungsweise RIE nach Protonenaustausch, Lacour et al. [11] und Nellen et al. [36] benutzen FIB. Alle Methoden zeigen verschiedene Schwächen, die sich auf die optische Funktion der Strukturen auswirken. Das Hauptproblem ist die Lochform, welche bei allen Methoden konisch, mit in der Tiefe kleiner werdenden Lochdurchmesser, ist. Dadurch kommt es auch zu einer Begrenzung der maximalen Tiefe der Löcher. Zusammen mit dem geringen Brechzahlsprung, der daraus resultierenden schwachen Führung und der dadurch großen Ausdehnung des Intensitätsprofils in vertikaler Richtung entstehen relativ hohe Abstrahlungsverluste in das Substrat [13]. Die schwache vertikale Führung hat gleichzeitig den Effekt, dass ein Großteil der Bandstruktur sich oberhalb der Lichtlinie befindet. Die Lichtlinie stellt die Grenze der Führung des Schichtwellenleiters dar. Oberhalb der Lichtlinie haben die Ausbreitungsvektoren der Moden einen so großen Winkel zur Ebene des Schichtwellenleiters, dass die Bedingung der Totalreflexion nicht mehr erfüllt ist. Moden welche sich in diesem Bereich befinden, koppeln an Moden welche sich im Substrat ausbreiten und werden dadurch abgestrahlt, was zu einer erhöhten Dämpfung führt.

Als Hauptprobleme sind also die Erhöhung des Brechzahlsprunges des Schichtwellenleiters sowie die Optimierung der Lochform zu lösen. Da eine Brechzahlerhöhung in Lithiumniobat größer als 0,12 durch herkömmliche Methoden nicht erzeugt werden kann, bleibt nur der entgegengesetzte Weg der Brechzahlabsenkung unterhalb des Schichtwellenleiters durch Entfernen oder Ersetzen des Materials. Der maximale Brechzahlsprung wird durch die Realisierung eines in Luft schwebenden Schichtwellenleiters erreicht. Ziel der Untersuchungen ist deshalb die Herstellung einer frei schwebenden Membran, in der sich periodisch Löcher befinden.

Die Ergebnisse zur Herstellung von photonischen Kristallmembranen wurden teilweise in [88] veröffentlicht.

## 6.1 Design

Die typischen Anwendungen von photonischen Kristallen arbeiten gewöhnlich bei Wellenlängen von  $\lambda = 1500$  nm, also im nahen Infraroten. Der Schichtwellenleiter in dem die photonische Kristallmembran erzeugt werden soll, muss in vertikaler Richtung monomodig sein, da es ansonsten zu einer Überlagerung der Bandstruktur mit der Bandstruktur der zweiten Mode kommt. Eine Überlagerung kann die Bildung einer Bandlücke verhindern [89]. Lithiumniobat hat bei der Wellenlänge 1500 nm die Brechzahlen  $n_o = 2,2130$  und  $n_e = 2,1395$  [24]. Dies ergibt bei Betrachtung eines von Luft umgebenen Schichtwellenleiters eine maximale Schichtdicke von etwa 400 nm für monomodige Wellenleitung. Um eine Überkopplung des Lichtes in das Substrat zu vermeiden, muss die Breite des Luftspaltes ausreichend groß sein. Dafür wurde ein System betrachtet, das aus dem Substrat und einem über diesem Substrat schwebenden Wellenleiter (Dicke: 440 nm) besteht. Die Lichtausbreitung in dem schwebenden Wellenleiter wurde für Breiten von 400 bis 800 nm des Luftspaltes simuliert. Abbildung 6.1 zeigt das verwendete System, die Ergebnisse der Simulation sowie die zugehörigen Dämpfungswerte bei einer Wellenlänge von 1550 nm. Die Dämpfung steigt mit sinkender Spaltbreite. Für Breiten oberhalb von 500 nm ist die Dämpfung gering, ab einer Breite von 500 nm ist ein starker Abstieg zu verzeichnen. Bei einer Membrandicke von 440 nm ist eine Breite von 500 nm technologisch sehr gut beherrschbar und hat gleichzeitig eine hinreichend kleine Dämpfung zur Folge.



Abbildung 6.1: Links: Modell eines über dem Substrat schwebenden Schichtwellenleiters. Rechts: Verlauf der relative Intensität sowie Dämpfungswerte des sich in diesem Schichtwellenleiter ausbreitenden Lichtes in Abhängigkeit der Luftspaltbreite. Die Dicke der Membran beträgt 440 nm, die Lichtwellenlänge 1550 nm.

Die in die Membran zu strukturierenden Löcher können auf unterschiedliche Weise, z.B. quadratisch oder hexagonal, angeordnet sein. Es wurde die hexagonale Anordnung gewählt, da diese eine vollständige Bandlücke aufweist. Als Ziel des Designs der photonischen Kristallmembran gilt die Erzeugung einer Bandlücke um den Bereich 1550 nm, da für diesen Wellenlängenbereich Lichtquellen und Messtechnik vorhanden sind. Die Bandstruktur sowie Position und Breite der Bandlücke sind abhängig von der Membrandicke, der Periode und dem Durchmesser der Löcher. In Abbildung 6.2 ist die herzustellende Struktur dargestellt. Es wurden Werte für Periode und Lochdurchmesser gewählt, deren Herstellung mit der vorhandenen Technologie durchführbar ist. Die Periode beträgt 620 nm bei einem Lochdurchmesser von 350 nm. Die Bandstruktur dieser Geometrie ist in Abbildung 6.3 dargestellt. Der Graph zeigt die auf die Periode *a* normierte reziproke Frequenz der Mode über der Richtung des Ausbreitungsvektors der Mode. Für TE-Polarisation entsteht eine vollständige Bandlücke, die sich über einen Wellenlängenbereich von 1515 nm bis 1675 nm erstreckt. Für TM-Polarisation existiert keine vollständige Bandlücke.



Abbildung 6.2: Herzustellende Struktur einer photonischen Kristallmembran in Lithiumniobat zur Erzeugung einer Bandlücke um 1550 nm Wellenlänge



Abbildung 6.3: Bandstruktur der in Abbildung 6.2 dargestellten Struktur. Es entsteht in TE-Polarisation eine vollständige Bandlücke.

#### 6.1.1 Betrachtungen zur Kristallausrichtung

Bei der Verwendung von Lithiumniobat für photonische Kristalle ist zu beachten, dass Lithiumniobat ein doppelbrechendes Material ist (siehe Abschnitt 1.1). In dieser Arbeit wurden x- und z-cut Proben strukturiert. Abbildung 6.4 zeigt die möglichen Ausrichtungen von Wellenleiterstrukturen in photonischen Kristallmembranen für z- und x-cut. Bei z-cut Proben zeigt die Kristallachse in Richtung des Normalenvektors der Oberfläche und der Membran. Bei x-cut Proben liegt die Kristallachse parallel zur Oberfläche und der Membran. Die Ausbreitungrichtung des Lichtes in photonischen Kristallmembranen erfolgt in der Membranebene und erlaubt die Unterscheidung in TE- und TM-Polarisation (siehe Abb. 6.4). Das bedeutet, dass bei Ausbreitung von



Abbildung 6.4: Mögliche Anordnung von Wellenleiterstrukturen in einer photonischen Kristallmembran in z- und x-cut Lithiumniobat.

TM-polarisiertem Licht bei z-cut immer die außerordentliche Brechzahl wirkt und bei TE-polarisiertem immer die ordentliche Brechzahl. Bei x-cut Proben breitet sich TMpolarisiertes Licht immer mit der ordentlichen Brechzahl aus. Für TE-Polarisation tritt der Effekt auf, dass die Brechzahl von der Ausbreitungsrichtung des Lichtes abhängt. Eine Ausbreitung in Richtung der Kristallachse geschieht mit der ordentlichen Brechzahl und eine Ausbreitung senkrecht zur Kristallachse mit der außerordentlichen Brechzahl. Wie in Abschnitt 1.1 nachzulesen ist, treten bei Lithiumniobat die höchsten Koeffizienten der Nichtlinearität und des elektrooptischen Effektes für Licht auf, welches in Richtung die entsprechende Kristallrichtung und die Richtung der darin zu erzeugenden Struktur aufeinander abzustimmen.

Die beschriebene photonische Kristallmembran hat für TM keine Bandlücke, was diese Polarisation weitestgehend uninteressant macht. Dadurch wird z-cut ungeeignet für photonische Kristalle, da das Licht nicht in Kristallrichtung polarisiert ist. Bei x-cut müsste die Wellenleiterrichtung senkrecht zur Kristallachse zeigen, um bei TE die hohen Koeffizienten nutzen zu können. Wie in Abschnitt 2.6 beschrieben, erzeugt die Anwendung der IBEE-Technik mechanischen Spannungen, die in z-Richtung stärker sind als in x-Richtung. Diese Spannungen führen dazu, dass bei Verwendung von x-cut Proben nur Wellenleiterstrukturen in Richtung der Kristallachse erfolgreich hergestellt werden konnten. Diese Problematik wird in Abschnitt 6.2.2 untersucht. Breitet sich Licht in diesen Wellenleiterstrukturen aus, geschieht dies, egal ob TE- oder TM-Polarisation, immer mit der ordentlichen Brechzahl von Lithiumniobat. Deshalb braucht bei der Berechnung von Bandstrukturen nur die ordentliche Brechzahl verwendet zu werden.

## 6.2 Herstellung

Zur Herstellung einer photonischen Kristallmembran sind zwei Bestrahlungsschritte notwendig. Der erste Schritt erzeugt die Löcher und der zweite Schritt dient der Herstellung der freischwebenden Membran. Abbildung 6.5 zeigt den Gesamtprozesses, der für die Herstellung der Struktur entwickelt wurde. Zuerst wurde mit Elektronenstrahl-



Abbildung 6.5: Schematische Darstellung des Prozessablaufs zur Herstellung photonischer Kristalle in Lithiumniobat

lithographie, RIE und ICP-RIE eine Quarzglasmaske hergestellt. Die erste Bestrahlung erfolgte bei Raumtemperatur unter Verwendung von Argonionen der Energien 60, 150, 350 und 600 keV bei einer Gesamtfluenz von 0,7 dpa. Anschließend wurde die Maske entfernt und die zweite Bestrahlung folgte. Diese wurde bei einer Temperatur von 100 K mit Heliumionen der Energie 285 keV und einer Fluenz von 1,5 dpa durchgeführt, was  $5 \cdot 10^{16}$  Ionen/cm<sup>2</sup> entspricht. Er folgte die thermische Ausheilung für 30 Minuten bei 300 °C. Nach dem Ausheilungsschritt könnte die Ätzung der Strukturen durchgeführt werden. Da jedoch für die anschließende Vermessung eine hochwertige Stirnfläche notwendig ist, wurde die Methode des Überschichtens und Anpolierens angewandt (Abschnitt 3.5). Die Ätzung erfolgte nach der Entfernung der Überschichtung

bei Standardbedingungen (3,7 % HF, 40 °C) bei einer Ätzzeit von 60 Minuten. Aus der Simulation des Ätzvorgangens (Abschnitt 5.2) lässt sich ableiten, dass zur Unterätzung der bis zu 4 µm breiten Wellenleiterstrukturen eine Ätzzeit von mehr als 40 Minuten notwendig ist, um eine vollständige Unterätzung zu erreichen. Die Ätzzeit wurde auf 60 Minuten festgelegt, um sicherzustellen, dass alle Strukturen vollständig unterätzt und freistehend sind. Abbildung 6.6 zeigt eine REM-Aufnahme der Stirnfläche einer hergestellten photonischen Kristallmembran mit einen W1-Defektwellenleiter. Die Dicke der Membran beträgt rund 440 nm und der Luftspalt unter der Membran etwa 500 nm.



Abbildung 6.6: REM-Aufnahme der Stirnfläche eines W1-Defektwellenleiters.

#### 6.2.1 Optimierung der Elementgeometrie

In Abbildung 6.6 ist zu erkennen, dass die hergestellten Löcher nicht die ideal zylindrische Form aufweisen. Die hergestellten Löcher weisen eine Konizität auf, wobei der Lochdurchmesser mit der Tiefe zunimmt. Bei alleiniger Bestrahlung mit Argonionen der Fluenz 0,7 dpa konnte eine fast senkrechte Lochform beobachtet werden (vgl. Abb. 4.6). Bei der jetzt folgenden Bestrahlung mit Heliumionen kommt es zu einer Aufweitung der unteren Bereiche der Löcher. In Abbildung 6.7 ist die simulierte Form eines Loches bei alleiniger Argonbestrahlung (hellrot) und bei beiden Bestrahlungen (dunkelrot) dargestellt. Die Maske wurde als ideal angenommen. Bei alleiniger Argonbestrahlung bildet sich die bekannte birnenförmige Lochform. Kommt eine Heliumbestrahlung hinzu, erfolgt eine Überlagerung der Schädigungen. In den unteren Bereichen des Loches steigt die Defektkonzentration, so dass die Bereiche bei der Ätzung entfernt werden.



Abbildung 6.7: Simulierte Geometrien eines Loches bei alleiniger ersten Bestrahlung (hellrot) und bei beiden Bestrahlungen (dunkelrot). Es kommt zu einer Aufweitung am Boden des Loches.

Die Form des unteren Teils des Loches ist von der Fluenz der Argon-Bestrahlung bei der höchsten Energie von 600 keV abhängig, da in dieser Tiefenregion nur eine Schädigung durch Ionen dieser Energie stattfindet. Verändert man diese, verändert sich die Lochform. In Abbildung 6.8 ist die simulierte Geometrie bei variierender Fluenz der 600 keV Bestrahlung dargestellt. Es zeigt sich, dass die Aufweitung mit der Reduktion



Abbildung 6.8: Simulierte Geometrien eines Loches bei Variation der Fluenz der 600 keV Argon-Bestrahlung.

der Fluenz abnimmt. Eine ideale zylindrische Form der Löcher ist nicht erreichbar, jedoch zeigt sich bei einer Fluenz von 0,4 dpa eine Geometrie, die der idealen Geometrie sehr nahe kommt. In Abbildung 6.9 ist der Vergleich der Form der hergestellten Löcher mit der simulierten Form dargestellt. Die Bestrahlung erfolgte jeweils mit einer Fluenz von 0,7 oder 0,4 dpa Argon sowie 1,5 dpa Helium.

#### 6.2.2 Mechanische Spannung

Die zur Vermessung herzustellenden Strukturen sind freischwebende Wellenleiterstrukturen. Diese sind in Wellenleiterrichtung sehr ausgedehnt (min. 1 mm). Quer zur Wellenleiterrichtung ist die Ausdehnung dagegen vergleichsweise gering (max. 20  $\mu$ m). Abbildung 6.10 zeigt einen in Richtung (a, b) und einen senkrecht (c) zu der Kristallrichtung angeordneten Defektwellenleiter, der in *x*-cut Lithiumniobat hergestellt



Abbildung 6.9: Simulierte Geometrien (oben) und REM-Aufnahmen (unten) zweier Löcher bei Bestrahlung mit 0,7/0,4 dpa Argon und 1,5 dpa Helium. Die Form der Löcher bei 0,4 dpa Argon-Bestrahlung ist näher an der Zylinderform. Am Fuß der Löcher ist immer noch eine Abrundung zu beobachten.



Abbildung 6.10: W1-Defektwellenleiter hergestellt in *x*-cut Lithiumniobat. REM (a) und Mikroskopaufnahme (b) eines in Kristallrichtung ausgerichteten Wellenleiters. Die vordere Kante wurde durch Anpolieren erzeugt, die hintere Kante nicht. Der Wellenleiter endet dort in Luft. c) REM-Bild eines senkrecht zur Kristallrichtung ausgerichteten Wellenleiters.

wurde. Bei dem in Kristallrichtung ausgerichteten Wellenleiter (a) ist eine Wellenbildung in Wellenleiterrichtung erkennbar. Der senkrecht zur Kristallachse ausgerichtete Wellenleiter (c) wird durch die Spannungen zerstört. Am oberen Ende des Wellenleiters (Abb. 6.10a) zeigt sich eine weitere Auswirkung der Spannungen in der Membran. Es bildet sich eine Aufwölbung am Ende der freischwebenden Struktur. Diese Aufwölbung ist so stark, dass es zu einem Riss in der Membran und damit zu ihrer Zerstörung kommt. Die Periode der Wellen ist abhängig von der Breite der freischwebenden Struktur und bewegt sich in Bereich von 20 bis 50  $\mu$ m. Die vertikale Variation der Strukturhöhe beträgt bei den breitesten Wellenleitern bis zu 950 nm. Die Wellenform hat natürlich Auswirkungen auf die optische Funktion, insbesondere auf das Abstrahlverhalten in das Substrat. Die Simulation der Lichtausbreitung in einem solchen wellenförmigen Schichtwellenleiters (Abb. 6.11) zeigt, dass ab einer Höhenvariation größer als 200 nm eine starke Erhöhung der Dämpfung auftritt. Unabhängig von



Abbildung 6.11: Simulation der Lichtausbreitung in einem wellenförmigen Schichtwellenleiter mit variierender Höhenvariation. Links: Geometrie der simulierten Wellenleiterstruktur, die Membrandicke sowie der mittlere Abstand der Membran vom Substrat sind fest. Rechts: Relative Intensität des Lichtes bei Ausbreitung entlang des Wellenleiters sowie daraus resultierende Dämpfungswerte.

der erhöhten Dämpfung bedeuten Spannungen in den Strukturen eine erhöhte Empfindlichkeit gegenüber äußeren Einflüssen. Deshalb ist eine Reduktion oder Beseitigung der Spannungen erforderlich. Der bei der Membranherstellung eingesetzte Ausheilungsschritt (vgl. Abschnitt 2.5) führt zu einer Reduktion der Schädigung. Eine Temperung der fertig geätzten Strukturen bei 300 °C bei einer Temperzeit von 3 Stunden bewirkt eine Reduktion der Höhenvariation auf durchschnittlich 70-80 %. Aus der Literatur ist bekannt, dass höhere Temperaturen den Ausheilungseffekt beschleunigen. Bei einer Temperatur von mehr als 400 °C tritt eine vollständige Ausheilung der Defekte auf: aus vollständig amorphen Material wird wieder kristallines. Ausheilversuche bei 500 °C und einer Stunde Ausheilzeit führten zu einer fast vollständigen Reduktion der Höhe der Wellen (siehe Abb. 6.12). Durch die vollständige Ausheilung werden die Eigenschaften von kristallinem Lithiumniobat wiederhergestellt.



Abbildung 6.12: Mikroskopaufnahme der gleichen Defektwellenleiter vor und nach der Ausheilung für eine Stunde bei 500 °C. Die Höhe der Wellen reduziert sich auf wenige Nanometer.

## 6.3 Optische Messungen

#### 6.3.1 Defektwellenleiter

Die Charakterisierung von photonischen Kristallen kann auf unterschiedliche Art und Weise erfolgen. Ein Ansatz ist die Verwendung eines, zum Beispiel durch Protonenaustausch, hergestellten Wellenleiters der quer durch die photonische Kristallstruktur verläuft. Diese Methode wurde von Roussey et al. [90] zur Charakterisierung verwendet. Ein anderer Ansatz beruht auf der Entstehung von resonanten Effekten bei der Einstrahlung von kollimiertem Licht [91, 92]. Dabei wird quasi die Transmission der photonischen Kristallmembran bestimmt und daraus auf ihre Geometrieparameter geschlossen.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde das Konzept des Defektwellenleiters benutzt. Ein Defektwellenleiter entsteht, wenn man in einer photonischen Kristallmembran Löcher in einer Reihe weglässt. In dieser weggelassenen Lochreihe kann sich Licht wellenleiterähnlich ausbreiten. Die Anzahl der weggelassenen Lochreihen führt zur Namensgebung des Defektwellenleiters. Eine Lochreihe bildet einen W1-Defektwellenleiter, drei Lochreihen einen W3-Defektwellenleiter und so weiter. Ein Defektwellenleiter hat eine wellenlängenabhängige Transmission, die von seiner Bandstruktur bestimmt wird.
#### 6.3.2 Bandstruktur und Transmission

In Abbildung 6.13a ist die berechnete Bandstruktur eines W1-Defektwellenleiters dargestellt. Die zur Beschreibung des photonischen Kristalls und zur Berechnung der Bandstruktur verwendeten Methoden sind in Abschnitt 9.1 beschrieben. Wird in den Wel-



Abbildung 6.13: a) Bandstruktur eines W1-Defektwellenleiters. Es treten ungerade (rote) und gerade (grüne) Moden in der Bandlücke sowie eine ungerade indexgeführte Mode (magenta) auf. b) Modenprofile der ersten und zweiten Mode bei 1550 nm Wellenlänge ( $a/\lambda = 0.4$ ).

lenleiter Licht einer bestimmten Wellenlänge eingekoppelt, werden die zu dieser Wellenlänge passenden Moden angeregt. Als Beispiel wird eine Wellenlänge von 1550 nm betrachtet, die umgerechnet in eine Frequenz dem Wert 0.4 entspricht (a = 620 nm). Auf dieser Frequenz existieren 3 laterale Moden des Wellenleiters (siehe Abb. 6.13). In der Bandstruktur ist zu erkennen, dass zwei dieser Moden (2 und  $2^*$ ) zu der gleichen Mode des Defektwellenleiters gehören. Die Moden innerhalb des Defektwellenleiters bilden sich ähnlich den Moden in einem normalen Wellenleiter. Die erste Mode ist die Grundmode (im Bild rot) und daher eine ungerade Mode. Die zweite Mode (im Bild grün) ist eine gerade Mode. Weiterhin existieren je nach Geometrie noch eine oder mehrere indexgeführte Moden (im Bild magenta). Diese Moden haben eine niedrige Frequenz was einer hohen Wellenlänge entspricht. Für Licht dieser Wellenlänge stellt der photonische Kristall ein Medium mit einem effektiven Index dar. Je breiter der Defektwellenleiter ist, desto mehr laterale Moden enthält er. Abbildung 6.14 zeigt die berechneten Bandstrukturen eines W3, eines W5 und eines W7-Defektwellenleiters. In einem W3-Defektwellenleiter existieren bei einer Wellenlänge von 1550 nm 3 Moden. Im W5- bzw. W7-Defektwellenleiter existieren 5 bzw. 7 Moden.

Die Transmissionseigenschaften der Defektwellenleiter wurden durch eine FDTD-Simulation<sup>1</sup> bestimmt (siehe Abschnitt 9.1). In Abbildung 6.15 ist beispielhaft ein Ausschnitt aus der Bandstruktur eines W5-Defektwellenleiters, sowie die berechnete Dämpfung der Grundmode in diesem Wellenlängenbereich dargestellt. Befindet sich die Wellenlänge in einem Ministoppband kann sich das Licht bei dieser Wellenlänge

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>FDTD: Finite-Difference Time-Domain



Abbildung 6.14: Bandstrukturen verschieden breiter Defektwellenleiter: a) W3, b) W5 und c) W7. Mit steigender Wellenleiterbreite bilden sich mehr Moden in der Bandlücke und mehr indexgeführte Moden. Die indexgeführten Moden lassen sich ebenfalls in ungerade (magenta) und gerade (cyan) unterteilen



Abbildung 6.15: Ausschnitt der Bandstruktur eines W5-Defektwellenleiters (a) und berechnete Dämpfungswerte der Grundmode dieses Wellenleiters (b). Das Ministoppband in der Bandstruktur führt zu einer Spitze in der Dämpfung. Mit sinkender Wellenlänge (steigender Frequenz) geht die Grundmode in den Bereich der Blochmoden über.

nicht ausbreiten (siehe Abschnitt 9.1). Es zeigt sich eine extrem erhöhte Dämpfung, wie sie in dem Diagramm als Spitze sichtbar wird (Abb. 6.15b). In Abbildung 6.16 sind die berechneten Dämpfungswerte der Grundmoden für die Defektwellenleiter W1, W3, W5 und W7 aufgetragen. Außerhalb der Ministoppbänder beträgt die Dämpfung



Abbildung 6.16: Dämpfungswerte der Grundmode eines W1, W3, W5 und W7-Defektwellenleiters bei einem Lochdurchmesser von 350 nm. Die periodischen Fluktuationen sind ein Effekt der Berechnungsmethode.

etwa 60-70, 20, 10 bzw. 6 dB/mm jeweils für W1, W3, W5 und W7. Es befinden sich Ministoppbänder bei 1388 nm (W1), 1470 nm (W3), 1552 nm (W5) und 1582 nm (W7) Wellenlänge.

Abweichungen in der Geometrie der Strukturen führt zu einer Verschiebung der Bandstruktur. Eine Variation des Lochdurchmessers resultiert in einer Verschiebung der Frequenz. Tritt bei den Löchern eine Abweichung von der Zylinderform auf, kommt es zu einem Verschmieren der Bänder und die Ministoppbänder werden unscharf, was zu einer Absenkung der Dämpfungsspitze bei der Wellenlänge des Ministoppbandes führt. In Abbildung 6.17 ist die Transmission eines W5-Defektwellenleiters für eine Variation des Lochdurchmessers und für konische Löcher dargestellt. Eine Variation des Lochdurchmessers um  $\pm 30$  nm führt zu einer Verschiebung des Ministoppbandes, von seiner ursprünglichen Position bei  $1552 \,\mathrm{nm}$ , um etwa  $\pm 11 \,\mathrm{nm}$ , wobei Form und Höhe der Dämpfungsspitzen annähernd gleich bleiben. Konische Löcher mit einem oberen Lochdurchmesser von 350 nm und einem Flankenwinkel von 100° senken die Dämpfungsspitze des Ministoppbandes von 340 auf 124 dB/mm, bei einer Verschiebung von 35 nm. In einem W3-Defektwellenleiter tritt das Ministoppband bei einer Wellenlänge von 1470 nm auf. Beim Übergang von zylindrischen zu konischen Löchern gibt es eine Verschiebung um 70 nm und eine Absenkung der Dämpfungspitze von 567 dB/mm auf  $121 \, \mathrm{dB/mm}$ .

Alle hier genannten berechneten Werte stellen den Fall einer idealen Struktur dar.



Abbildung 6.17: Berechnete Dämpfungswerte der Grundmode eines W5-Defektwellenleiters für verschiedene Lochdurchmesser d und konische Löcher. Die Winkelabweichung der Seitenflanken zur Senkrechten beträgt  $10^{\circ}$  bei einem oberen Lochdurchmesser von 350 nm.

Jegliche Art von Abweichungen von der idealen Geometrie wie Lochdurchmesser-, Membran- und Luftspaltdickenvariationen, sowie Rauheiten an den Grenzflächen der Wellenleiter oder des darunterliegenden Substrates führen zu Streuungen, welche die Dämpfung, teilweise erheblich, steigern können.

Zur Vermessung der Dämpfung der Defektwellenleiter wurden Versuche mit evaneszenter Kopplung, Kopplung mittels Wellenleitern, Stirnflächen- und Gitterkopplung durchgeführt. Die Prismenkopplung scheidet von vornherein aus, da die schwebenden Membranen der mechanische Belastung nicht standhalten würden.

#### 6.3.3 Evaneszente Kopplung

Die evaneszente Kopplung wurde durch das Auflegen einer getaperten Glasfaser auf den Defektwellenleiter durchgeführt. Die Faser besteht aus Quarzglas und hat einen Durchmesser von etwa 1  $\mu$ m. Der effektive Index der Mode der Faser liegt im Bereich der Brechzahl der Faser von rund 1,5. Die effektiven Indizes der Defektwellenleitermoden bewegen sich in einem weiten Bereich, so dass eine Übereinstimmung relativ selten ist. In Abbildung 6.18 ist ein Bild des auf dem Defektwellenleiter liegenden Fasertapers sowie ein Infrarotbild des Streulichtes dargestellt. Die Einkopplung und die Lichtausbreitung in dem Defektwellenleiter ist deutlich zu erkennen. Der Fasertaper ist in Form einer Faserschleife mit einem Durchmesser von rund 1 mm ausgebildet und liegt auf dem Defektwellenleiter auf. Die Länge der Auflagefläche und damit die Koppellänge ist jedoch relativ schwer zu bestimmen. Diese Konfiguration ergibt eine wellenlängenabhängige Ein- und wieder Auskopplung. Somit ergibt sich bei dieser



Abbildung 6.18: Kopplung in einen Defektwellenleiter mittels Fasertaper. Links: Mikroskopbild des Wellenleiters und der darauf liegenden Faser, rechts: Infrarotbild des Streulichtes.

Methode ein Zusammenwirken verschiedener Effekte wie variierender Koppeleffizienz, meist nicht angepasster effektiver Indizes und unsicherer Zurückkopplung in die Faser. Ein weitere Nachteil dieser Methode ist die Unsicherheit des Polarisationszustandes des Lichtes. Daher konnten auf diese Art keine zuverlässigen Messungen durchgeführt werden.

### 6.3.4 Einkopplung durch Wellenleiter

Eine bei der Vermessung von photonischen Kristallen übliche Methode ist, das Licht durch einen Wellenleiter an den Defektwellenleiter heranzuführen. Dieser Wellenleiter hat eine geringe Dämpfung, so dass die Einkopplung des Lichtes in die Probe weit von der eigentlichen photonischen Kristallstruktur entfernt stattfinden kann. Auch sind hierdurch Messungen an kurzen Defektwellenleitern möglich. Die Intensitätsverteilung der Wellenleitermode kann über die Breite und Höhe des Wellenleiters so an die im Defektwellenleiter verlaufende Mode angepasst werden, dass sehr geringe Verluste an der Koppelstelle auftreten. Im Fall der photonischen Kristallmembran ist es notwendig, an den schwebenden Defektwellenleiter einen schwebenden Wellenleiter anzubringen. Der Übergang zwischen Wellenleiter und Defektwellenleiter stellt einen außerordentlich guten Angriffspunkt für die in der Struktur auftretenden mechanischen Spannungen dar. Genau an diesem Übergang führen die Spannungen zu einem Reißen der Struktur (siehe Abb. 6.19). An dem Riss tritt eine starke Streuung auf, die exakte Messungen verhindert. Gleichzeitig zeigt der Wellenleiter nach dem Abreißen Verbiegungen oder Verschiebungen durch die Spannungen. Diese Probleme verhindern die Nutzung dieser Methode zur Einkopplung in den Defektwellenleiter.

### 6.3.5 Stirnflächenkopplung

Die Stirnflächenkopplung wurde mit zwei Methoden durchgeführt. Es wurde ein Objektiv mit hoher numerischer Apertur sowie eine belinste Faser verwendet. Bei Verwendung



Abbildung 6.19: REM-Bild eines Übergangen von einem Defektwellenleiter zu einem schwebenden Wellenleiter. Der Übergang wird durch mechanische Spannungen zerstört.

des Objektives wird ein Laserfokus der Breite b erzeugt. Bei maximaler Ausleuchtung des Objektives mit einem Gauß-formigen Strahl ist diese Breite gegeben durch

$$b = 0, 6\frac{\lambda}{NA} \tag{6.1}$$

Zur Einkopplung wurde ein Objektiv mit einer numerischen Apertur von NA = 0.85 verwendet. Bei einer Wellenlänge von rund 1550 nm ergibt das einen Fokusdurchmesser von etwa 1100 nm. Die Dicke der Lithiumniobatmembran beträgt rund 440 nm. Die Ausdehnung der Moden in vertikaler Richtung entspricht etwa diesem Wert. Die Ausdehnung in lateraler Richtung ist abhängig von der Wellenleiterbreite. Die erste Mode des W1-Defektwellenleiters hat eine Breite von etwa 400 nm (siehe Abb. 6.13b). Die Moden des höheren Defektwellenleiters sind entsprechend breiter. Die Moden des etwa 3,5 µm breiten W5-Defektwellenleiters haben eine laterale Ausdehnung von etwa 1,7 µm. In Abbildung 6.20 sind die Moden dieses W5-Defektwellenleiters für eine Wellenlänge von 1580 nm dargestellt. Die vierte Mode befindet sich in einem Ministoppband.

Für die Grundmode von einem W1 bzw. einem W5-Defektwellenleiter ergeben sich Modengrößen von  $0,4\times0,4$  bzw.  $0,4\times1,7$  µm. Der Fokus hat eine Größe von  $1,1\times1,1$  µm. Die Einkopplung in die Wellenleiter ist sehr ineffizient, was sich in einem hohen Streulichtanteil an der Einkoppelstelle widerspiegelt. Durch die Verwendung einer Zylinderoptik könnte zumindest bei dem W5-Defektwellenleiter die Breite angepasst werden. Die erforderliche Höhe von 0,4 µm kann jedoch nicht erreicht werden, da eine Verkleinerung des Fokus nicht möglich ist. Die durch die Breitenanpassung gewonnene Einkoppeleffizienz ist in Vergleich zu der durch die unmögliche Höhenanpassung verursachte



Abbildung 6.20: Modenfelder des W5-Defektwellenleiters bei einer Anregung bei 1550 nm. Mode 4 befindet sich in einem Ministoppband.

Verschlechterung unerheblich. Deshalb wurde auf die Breitenanpassung verzichtet.

Die belinste Faser erzeugt einen ähnlich großen Fokus, hat jedoch den Vorteil, dass sich dieser Fokus wenige Mikrometer hinter der Spitze der Faser befindet. Dadurch ist die Spitze der Faser ist in der Draufsicht auf die Einkoppelstelle gut zu erkennen, was die Einkopplung wesentlich vereinfacht. Als Nachteil ergibt sich lediglich, dass, anders als bei Einkopplung mittels Objektiv, der Polarisationszustand des Lichtes nicht direkt durch eine Polarisationskontrolle eingestellt werden kann, sondern vor der eigentlichen Messung eingestellt und kontrolliert werden muss.

### 6.3.6 Auskopplung

Bei Ausbreitung des Lichtes im Defektwellenleiter wird Streulicht erzeugt. Aus diesem Streulicht kann die Dämpfung der Lichtausbreitung im Wellenleiter direkt bestimmt werden. Abbildung 6.21 zeigt eine Aufnahme des Streulichtes bei Einkopplung von Licht der Wellenlänge 1490 nm mit TE-Polarisation. Der dazu verwendete Aufbau ist in Abschnitt 9.4 beschrieben. Aus diesen Aufnahmen kann durch die Anpassung ei-



Abbildung 6.21: Infrarotbild des Streulichtes eines W5-Defektwellenleiter bei Einkopplung von TEpolarisierten Licht der Wellenlänge 1490 nm über ein Mikroskopobjektiv. Der helle Fleck auf der linken Seite ist das Streulicht der Einkoppelstelle.

ner Exponentialfunktion die Dämpfung bestimmt werden. Da die Dämpfung hoch ist, ergibt sich direkt hinter der stark streuenden Einkoppelstelle ein schneller Abfall des Streulichtes des Wellenleiters. Außerdem zeigten die Defektwellenleiter je nach Wellenlänge ein sehr stark schwankendes Streuverhalten. Die Bestimmung der Dämpfung aus den aufgenommenen Bildern, auf denen sich die Einkoppelstelle als sehr heller Fleck befindet, ist somit mit einem großen Fehler verbunden. Diese Methode führte aus diesem Grund zu sehr stark schwankenden, fehlerbehafteten Messwerten.

Mittels einer Transmissionsmessung kann die Dämpfung genauer bestimmt werden. Da Defektwellenleiter in photonischen Kristallen eine wesentlich höhere Dämpfung als konventionelle Wellenleiter aufweisen, ist man bei der Transmissionsmessung bestrebt, die Wellenleiterlänge möglichst klein zu wählen. Wird die Auskopplung durch eine zweite Stirnfläche realisiert, benötigt man deshalb eine geringe Probenlänge. Die minimale, vernünftig zu handhabende, Probenlänge ist 1 mm. Unterhalb dieser Länge sind die Proben zu klein, um die Prozessschritte des Sägens und Anpolierens durchführen zu können. Bei Experimenten mit diesen 1 mm langen Proben konnte an der zweiten Stirnfläche der Defektwellenleiter mit einer hoch empfindlichen Kamera kein Licht beobachtet werden. Dies deutet auf eine sehr hohe Dämpfung hin. Zur Bestimmung der Transmission und der Dämpfung wurde deshalb auf die Verwendung eines Gitters zur Auskopplung zurückgegriffen. Da ein Gitter ein dispersives Bauelement ist, führt die Veränderung der Wellenlänge zu einer Veränderung des Auskoppelwinkels, der aber innerhalb der numerischen Apertur des zum Einfangen des Lichtes verwendeten Objektives liegt (NA = 0.5). Das Gitter wurde mittels einer Ionenfeinstrahl-Ätzanlage (FIB) direkt in die Oberfläche der Defektwellenleiter geätzt. In Abbildung 6.22a ist ein REM-Bild eines Gitters zu sehen. Zur Transmissionsmessung wurden zwei dieser Gitter in



Abbildung 6.22: a) REM-Bild eines mit einer FIB in einen W5-Defektwellenleiter geätzten Gitters und b) Infrarotbild des Defektwellenleiters, die Einkoppelstelle ist rechts außerhalb des Bildbereiches.

bekanntem Abstand in den Wellenleiter geätzt und aus dem Vergleich der augeskoppelten Leistung die Transmission bestimmt. Abbildung 6.22b zeigt eine Infrarotaufnahme des Wellenleiters von oben. Die beiden markierten Punkte sind die Orte der Gitter und damit der Auskopplung. Der dritte Fleck wird durch Reflexionen verursacht. Aus dem Verhältnis der Leistungen kann die spektrale Transmission bestimmt werden. Bei genauer Kenntnis des Anteil des durch die Gitter ausgekoppelten Lichtes ist unter Berücksichtigung des Abstandes zwischen den Gitter eine Berechnung der Dämpfung möglich. Da die Tiefe der Gitter, und damit die Auskopplung, nicht genau bekannt ist, kann nur eine Abschätzung der Werte erfolgen.

#### 6.3.7 Ergebnisse der Transmissionsmessung

In Abbildung 6.23 sind die gemessene Transmissionen von verschiedenen Defektwellenleitern dargestellt. Die Strukturen wurden durch Bestrahlung mit Argonionen der Gesamt-Fluenz 0,4 dpa und Heliumionen der Energie 285 keV der Fluenz 1,5 dpa mit anschließender Ausheilung und 60-minütiger Ätzung hergestellt. Nach dem Prozess wurde eine einstündige Temperung zur Beseitigung der mechanischen Spannungen durchgeführt und anschließend die Auskoppelgitter geätzt. Als Maske wurde Quarzglas verwendet. Die Vermessung der Durchmesser der Lochstrukturen ergab einen Wert von 300 nm.



Abbildung 6.23: Transmission von Defektwellenleitern verschiedener Breite. a) W1, W3 und W5, b) W7, bei einer Wellenlänge um 1562 nm findet ein Einbruch der Transmission statt.

Die Messkurve des W1-Defektwellenleiters weist eine große Streuung auf. Die hohe Dämpfung des Wellenleiters führt zu einer äußerst schwachen Transmission des zweiten Auskoppelgitters. Dieses schwache Signal hat einen großen Rauschanteil zur Folge.

Es ist der Trend zu erkennen, dass die Transmission mit steigender Wellenleiterbreite zunimmt. Dies steht in Übereinstimmung mit den Vorhersagen der Simulation. Beim W3 und W5-Defektwellenleiter sind keine ausgeprägten Einbrüche in der Transmission zu beobachten. Lediglich bei dem W7-Defektwellenleiter ist ein Einbruch in der Transmission zu verzeichnen. Der Einbruch findet in einem Bereich um 1562 nm statt. Die Simulation der Bandstruktur und der Dämpfung sagt für einen Lochdurchmesser von 350 nm ein Ministoppband bei 1582 nm voraus. Rechnet man die Verschiebung mit ein, die die Verringerung des Lochdurchmessers bewirkt, ergibt sich eine zu erwartende Wellenlänge des Ministoppbandes von etwa 1565 nm. Der Einbruch der Transmission ist auf das Ministoppband zurückzuführen. Das Ausbleiben des Einbruches bei den W3- und W5-Wellenleitern kann verschiedene Ursachen haben. Die Einkopplung erfolgt mit einer Intensitätsverteilung, die je nach Wellenleiterbreite mehrere Moden anregen kann. Das Ministoppband kann in einem Frequenzbereich liegen, in dem sich eine Reihe von Bloch-Moden befinden. Dies ist beim W3-Defektwellenleiter der Fall und bewirkt vermutlich das Fehlen des Einbruches der Transmission. Eine im Frequenzbereich des Ministoppbandes existierende dritte Mode führt zur Überkopplung des Lichtes der Grundmode in diese Mode oder direkt zur Kopplung des eingekoppelten Lichtes in diese dritte Mode. Dieses Verhalten tritt vermutlich beim W5-Defektwellenleiter auf.

# Kapitel 7

# Wellenleiter und diffraktive Bauelemente

Neben den photonischen Kristallen wurden mittels der IBEE-Technik noch eine Reihe weiterer optischer Bauelemente in Lithiumniobat realisiert. Zur besseren Übersichtlichkeit werden zunächst Wellenleiterstrukturen und anschließend diffraktive Bauelemente behandelt. Die Ergebnisse der Herstellung der Rippenwellenleiter wurden in [93] veröffentlicht.

### 7.1 Rippenwellenleiter

Wellenleiter sind ein bevorzugtes Anwendungsgebiet von Lithiumniobat. Durch den großen Transparenzbereich sowie den hohen elektrooptischen Koeffizienten stellt es ein ideales Material dar, um Bauelemente wie Phasenschieber oder Intensitätsmodulatoren zu realisieren. Die Erzeugung einer Brechzahländerung und damit des Wellenleiters erfolgt zumeist durch das Einbringen von Fremdatomen mittels Diffussion oder Implantation. Dazu ist in der Literatur eine große Anzahl von Untersuchungen zu finden. Die beim Protonenaustausch erzeugten typische Brechzahlveränderung liegt bei  $n_e = 0.02$ , wobei die endgültige Verteilung und Höhe der Brechzahländerung von den Ausheilbedingungen abhängt [12]. Ein typischer Wert für die bei Titaneindiffusion erzeugte Brechzahlerhöhung ist 0,015. Titaneindiffusion und Protonenaustausch werden zur Herstellung von Schichtwellenleitern oder Streifenwellenleitern verwendet. Bei der Herstellung der Streifenwellenleiter wird durch eine Maskierung die Ausbildung einer streifenförmigen Brechzahländerung erreicht. Da die Prozesse Diffusionsprozesse sind, erhält man mitunter sehr ausgedehnte Wellenleiter mit Breiten von mehreren Mikrometern.

Die vorgestellten Diffusionsverfahren erzeugen nur einen geringen Brechzahlsprung und damit auch nur eine schwache Führung des Lichtes. Bei Wellenleiterkrümmungen ergeben sich dadurch schon bei großen Radien Verluste aufgrund von Abstrahlung. Ein alternativer Ansatz ist der des Rippenwellenleiters (siehe Abb. 7.1). Durch den großen seitlichen Brechzahlkontrast zu der Umgebung, i.a. Luft, ergibt sich eine wesentlich stärkere seitliche Führung, die kleinere Krümmungsradien der Wellenleiter erlaubt. Die vertikale Führung erfolgt durch die Brechzahlerhöhung, welche z.B. durch einen Diffusionsprozess oder eine höherbrechende Schicht bereitgestellt wird. Ein wesentli-



Abbildung 7.1: Grundsätzliche Geometrie eines Rippenwellenleiters. Ist die Höhe des Wellenleiters größer als die Schichtdicke verbessern sich die Führungseigenschaften.

cher Punkt bei Wellenleitern ist die möglichst verlustarme Führung des Lichtes. In Wellenleitern, die mehrere Moden führen, kommt es zu Modenkopplung, das heißt zum Überkoppeln des Lichtes zwischen den Moden. Da höhere Moden eine höhere Dämpfung haben, bewirkt dieser Effekt eine erhöhte Dämpfung. Die Modigkeit der Wellenleiter in vertikaler Richtung wird durch die Eigenschaften der wellenleitenden Schicht, Brechzahldifferenz und Dicke, bestimmt. In lateraler Richtung wird die Anzahl der geführten Moden durch die Breite der Wellenleiter bestimmt. Um monomodige Wellenleiter zu erhalten, wurden verschieden breite Wellenleiter hergestellt und anschließend deren Modenfelder aufgenommen.

#### 7.1.1 Schichtcharakterisierung und Wellenleiterdesign

Die Herstellung der Rippenwellenleiter erfolgte in einer Zink-dotierten Lithiumniobatschicht, welche gegenüber dem undotierten Lithiumniobatsubstrat eine erhöhte Brechzahl aufweist und zusätzlich eine geringere Photorefraktivität hat [94]. Die Schicht wurde durch Flüssigphasenepitaxie (LPE) erzeugt [95]. Aus einer Schmelze aus 20 mol- $\% LiNbO_3$ , 80 mol- $\% LiVO_3$  und ZnO wächst bei einer Prozesstemperatur von rund 830 °C eine Zink-dotierte Lithiumniobatschicht. Eine umfassende Untersuchung des Wachstumsprozesses und der Eigenschaften dieser LPE-Schichten kann bei Dubs et al. [96] nachgelesen werden. Die Schicht wurde mit Hilfe der m-Linien-Spektroskopie (siehe Abschnitt3.6) vermessen, um die Dicke der Schicht und deren Brechzahl zu ermitteln. Bei einer Wellenlänge von 514,5 nm konnte mit der Methode eine Brechzahlerhöhung von 0,0055 und 0,0037 für die ordentliche und die außerordentliche Brechzahl bestimmt werden. Für die Schichtdicke ergab sich ein Wert von  $3,6 \,\mu\text{m}$ . Bei 1064 nm Wellenlänge konnte nur eine Mode beobachtet werden, was bedeutet, dass die Schicht für diese Wellenlänge monomodig ist. Da der Brechzahlverlauf des mit einer Zink-dotierten Schicht versehenen Lithiumniobatsubstrates nicht genau bekannt ist (vgl.[96]) und nur eine Mode beobachtet wurde, konnte mit der m-Linien-Spektroskopie nur die Monomodig-keit nachgewiesen, aber kein Wert für den Brechzahlsprung bei 1064 nm Wellenlänge ermittelt werden.

#### 7.1.2 Herstellung

Die Herstellung von Rippenwellenleitern in der 3,6 µm dicken Schicht erfolgte durch die Verwendung der Mehrfachbestrahlung und Ätzung. Mit einem Schritt wird eine Tiefe der Struktur von ca. 550 nm erreicht. Somit ist für eine Gesamttiefe die siebenbis achtfache Durchführung des IBEE-Prozesses erforderlich. Als Maskenmaterial wurde Chrom verwendet. Der schematische Ablauf ist in Abbildung 7.2 dargestellt. Ausgangspunkt sind die im LPE-Prozess beschichteten Substrate. Darauf wurden mittels Sputtern und Aufschleudern  $450 \,\mathrm{nm}$  Chrom und  $1 \,\mu\mathrm{m}$  Photoresist aufgebracht. Darauf folgte Photolithographie mit einer Maske mit verschieden breiten Wellenleitern. Die Richtung der Wellenleiter zeigt in z-Richtung des Lithiumniobates, so dass die Ausbreitung beider Polarisationrichtungen bei ordentlicher Brechzahl erfolgt. Nach der Entwicklung wurde die Chromschicht mittels RIE strukturiert und anschließend der verbleibende Photoresist abgelöst. Mit den so vorbereiteten Substraten wurde der IBEE-Prozess durchgeführt. Nach jedem Ätzschritt wurde die Tiefe vermessen. Die Bestrahlung erfolgte mit der zuvor beschriebenen Argon-Energieserie (60, 150, 350, 600 keV) bei angepassten Fluenzen (siehe Abschnitt 2.3). Die Gesamtfluenz betrug 0,7 dpa. Die Ätzzeit in 3,7 % iger Flusssäurelösung betrug 10 Minuten bei einer Temperatur von 40°C. Nach achtmaliger Durchführung betrug die Tiefe der Strukturen  $3.7 \,\mu\text{m}$ , das heißt die Zink-dotierte Schicht neben den Wellenleitern wurde komplett weggeätzt. Abschließend wurde die Chrommaske nasschemisch entfernt. Die Präparation der Stirnfläche erfolgte mit der in Abschnitt 3.5 beschriebenen Technik.

### 7.1.3 Wellenleitercharakterisierung

In Abbildung 7.3a ist die Stirnfläche eines hergestellten Wellenleiters zu sehen. Die Kantensteilheit beträgt nahezu 90°. Bei genauerer Betrachtung ist zu erkennen, dass die Seitenkante der Wellenleiter einen leicht wellenförmigen Verlauf aufweist. Dieser Verlauf entsteht durch die mehrmalige Anwendung der IBEE-Technik und wurde bei der Simulation vorhergesagt (siehe Abschnitt 5.3). Die Berechnung der Modenfelder von ideal rechteckigen Wellenleitern und Wellenleitern mit diesen gewellten Kanten



Abbildung 7.2: Schematischer Ablauf der Wellenleiterherstellung durch mehrmalige Anwendung der IBEE-Technik.



Abbildung 7.3: a) REM-Aufnahme der Stirnfläche der hergestellten Wellenleiter und b) simulierte Kantengeometrie bei 4-facher IBEE-Anwendung (Argon-Energieserie, 0,7 dpa, 10 min Ätzzeit bei 40 °C, 3,7 % HF)

ergab, dass sie sich nur minimal unterscheiden. Deshalb wurde die Abweichung der Form vom ideal rechteckigen Profil bei der Simulation vernachlässigt. In Abbildung 7.4 sind die, mit dem Programm Comsol berechneten, Modenfelder für verschiedene Wellenleiterbreiten von 4 bis 8  $\mu$ m dargestellt. Die Brechzahldifferenz zwischen Schicht und Substrat konnte aus der Schichtcharakterisierung nicht ermittelt werden und muss deshalb geschätzt werden. Es wurde ein Wert von 0,006 angenommen. Ab einer Wel-



Abbildung 7.4: Simulierte Modenfelder für einen Brechzahlsprung von 0,006 für Wellenleiterbreiten von 4 bis  $8\,\mu{\rm m}$ 

lenleiterbreite von  $6\,\mu$ m treten für beide Polarisationen höhere Wellenleitermoden auf. Die Moden der TM-Polarisation sind im Vergleich zur TE-Polarisation leicht in Richtung des Substrates verschoben und haben ein weniger starkes Abfallen der Intensität in Richtung des Substrates.

Abbildung 7.5 zeigt die, mittels des in Abschnitt 9.3 beschriebenen Messaufbaus, aufgenommenen Modenfelder für TE- und TM-Polarisation. In TM-Polarisation gibt



Abbildung 7.5: Aufgenommene Modenfelder von Wellenleitern verschieder Breite.

es, in Ubereinstimmung mit der Simulation, eine in Richtung des Substrates weni-

ger starkes Abfallen der Intensität der Mode. Die Modenfelder der Wellenleiter zeigen unabhängig von ihrer Breite monomodiges Verhalten. Laut Simulation sollte in den Wellenleitern mit größeren Breiten als 5  $\mu$ m höhere Moden auftreten. Der Grund für die Monomodigkeit der aufgenommenen Modenfelder ist die erhöhte Dämpfung höherer Moden. Werden mehrere Moden angeregt, propagieren diese durch den Wellenleiter, werden aber unterschiedlich stark gedämpft. Nach genügend großer Ausbreitungslänge bleibt nur noch die Mode mit der niedrigsten Dämpfung, die Grundmode, übrig. Ein weiterer Grund ist die schlechte Anregung der höheren Moden durch die Gauß-förmige Einkoppelverteilung, welche nur mit der Grundmode der Wellenleiter eine gute Übereinstimmung der Intensitätsverteilung hat.

Tabelle 7.1: Dämpfungswerte und Breiten der Modenfelder für verschiedene Wellenleiterbreiten. Die Höhe der Mode ist gleich bleibend bei  $2,5\,\mu{\rm m}.$ 

Wellenleiterbreite	Dämpfung [dB/cm]		Modenbreite
$[\mu m]$	TE-Pol.	TM-Pol.	$[\mu m]$
$5,\!3$	3,2	2,3	4,7
$5,\!8$	$2,\!0$	1,2	$^{5,2}$
$^{6,2}$	$1,\!0$	1,5	$6,\!0$
6,7	0,9	0,9	$^{5,6}$
$^{8,0}$	1,7	1,7	6,3

Die Dämpfungswerte wurden durch den Vergleich der ein- und ausgekoppelten Leistung berechnet, wobei die Fresnel-Verluste durch die Ein- und Auskopplung an den Stirnflächen sowie das Überlappintegral zwischen Wellenleiter- und Fasermode mit beachtet wurden. Die niedrigsten Dämpfungswerte zeigt der Wellenleiter der Breite  $6,7 \,\mu\text{m}$  für TE- und TM-Polarisation. Die steigenden Dämpfungswerte bei höheren Wellenleiterbreiten sind auf die Existenz höherer Moden zurückzuführen. Die niedrigsten Verluste eines Wellenleiters sind bei einer Breite zu erwarten, bei der sich die zweite Mode gerade noch nicht bildet. Die Simulationen liefern dafür einen Wert von 5 bis  $6 \,\mu\text{m}$ . Bei den hergestellten Wellenleitern liegt dieser Punkt bei  $6,7 \,\mu\text{m}$ . Die Abweichung zwischen Simulation und Messung resultiert vermutlich aus der Schätzung der Brechzahldifferenz. Bei einer geringeren angenommenen Brechzahldifferenz (<0,006) treten höheren Moden erst bei größeren Wellenleiterbreiten auf. Dadurch verschiebt sich die optimale Breite der Wellenleiter zu höheren Werten.

### 7.2 Freitragende Wellenleiter

Eine typische Anwendung des nichtlinearen Effektes von Lithiumniobat ist die Erzeugung der zweiten Harmonischen. Dazu muss zwischen der Grundwelle und der zweiten Harmonischen Phasenanpassung hergestellt werden (siehe Abschnitt 1.1.2), was im Allgemeinen auf Grund der Materialdispersion schwierig ist. Bewegt sich das Licht in einem Wellenleiter, wird der effektive Index der Wellenleitermoden durch die Geometrie des Wellenleiters bestimmt. Bei angepasster Geometrie des Wellenleiters ist die Bedingung der Phasenanpassung erfüllt [97]. Gleichzeitig erreicht man bei kleinem Querschnitt eine hohe Leistungsdichte, welche den SHG-Prozess zusätzlich verstärkt. Die Abmessungen solcher Wellenleiter bewegen sich im Bereich der Wellenlänge des verwendeten Lichtes und darunter. Man spricht dann von "photonic nano wires". Eine besonders starke Führung wird bei großen Brechzahldifferenzen zur Umgebung erreicht. Dies führt zu der Idee eines freischwebenden Wellenleiters. Da der Wellenleiter nicht komplett freischwebend sein kann, müssen in bestimmten Abständen seitliche Stützstrukturen angeordnet werden.

Mit Hilfe der der IBEE-Technik konnten solche "photonic nano wires" realisiert werden. Der Herstellungsprozess entspricht dem Prozess der Herstellung photonischer Kristalle mit angepasster Maskengeometrie (Abbildung 6.5). Abbildung 7.6 zeigt REM-Bilder der Stirnflächen hergestellter Wellenleiter verschiedener Breite. Die Dicke der Wellenleiter beträgt ca. 440 nm. Die Stützstrukturen sind im Abstand von 50  $\mu$ m angeordnet.



Abbildung 7.6: REM Bilder der Stirnfläche von freitragenden Wellenleiter verschiedener Breite, die Dicke der Wellenleiter beträgt ca. 440 nm

### 7.3 "V-Groove"-Wellenleiter

An Grenzflächen zwischen dielektrischen und metallischen Materialien treten Plasmonen auf [98]. Das sind an der Grenzfläche geführten Moden, die durch die Kopplung zwischen dem Licht und den freien Elektronen im Metall entstehen. An V-förmigen Strukturen entstehen sogenannte "Wedge"- und "Groove"-Plasmonen [99, 100]. Diese Plasmonen breiten sich entlang der V-Struktur aus und haben spezielle Eigenschaften. Sie zeigen z. B. eine von der Wellenlänge abhängige Modenfläche, die in der V-Form mit größer werdenden Wellenlänge in Richtung der größeren Breite wandert. Solche Plasmonen wurden bisher nur in linearen Materialien beobachtet. Hier können wiederum durch die Kombination dieser V-förmigen plasmonischen Wellenleiter und eines nichtlinearen Materials neue Effekte erzeugt werden.

Mit der IBEE-Technik ist es möglich, unter Verwendung einer schrägen Maske Vförmige Strukturen in Lithiumniobat herzustellen. Als Maskenmaterial wurde Quarzglas verwendet. Mit Hilfe eines angepassten Ätzprozesses wurden V-förmige Strukturen mit einem Flankenwinkel von 70° hergestellt (siehe Abschnitt 4.4). Die Bestrahlung wurden mit 60, 150, 350 und 600 keV Argon bei einer Fluenz von 0,7 dpa durchgeführt. Abbildung 7.7 zeigt die simulierte (a) und die hergestellte (b) Struktur eines oben pyramidenförmigen Profils. Die Struktur wurde mit einer 50 nm dicken Aluminiumschicht sowie einer dicken Quarzglasschicht versehen, um die Präparation einer Stirnfläche zur Überprüfung der Geometrie und zur Einkopplung zu ermöglichen.



Abbildung 7.7: Simulierte (a) und die hergestellte (b) Struktur eines pyramidenförmigen Profils. Die Maske wies auf Grund des Herstellungsprozesses eine Asymmetrie auf, die sich in die Lithiumniobatstruktur übertragen hat.

## 7.4 Beugungsgitter

Beugungsgitter für optische Wellenlängen haben zumeist eine Periode im Bereich der verwendeten Beleuchtungswellenlänge. Die zu strukturierende Tiefe liegt ebenfalls in der Größenordnung der Wellenlänge, also mehrere hundert Nanometer. Als herzustellende Struktur wurde ein hocheffizientes Beugungsgitter gewählt, welches bei senkrechter Beleuchtung eine hohe Effizienz in der ersten und minus ersten transmittierten Beugungsordnung ausweisen soll. Die Arbeitswellenlänge beträgt 720 nm, die Periode 1080 nm. Durch eine rigorose Berechnung der Beugungseffizienz wurden als optimale Werte der Tiefe und des Füllfaktors 325 nm und 0,56 ermittelt.

Die Herstellung erfolgte unter Verwendung einer Quarzglasmaske, welche mittels Elektronenstrahllithographie, RIE und ICP-RIE hergestellt wurde (siehe Abschnitt 4.4). Die Effizienz des Gitters ist stark von der Tiefe und dem Füllfaktor abhängig. Der Füllfaktor an der oberen Kante des Gitters ist durch den Füllfaktor der Maske bestimmt, welcher durch Variation der Belichtungsparameter der Elektronenstrahllithographie angepasst wurde. Die Tiefe wurde durch die Anpassung der Bestrahlungsparameter realisiert. Die Bestrahlung wurde mit Argonionen der Energien 60 und 150 keV bei einer Fluenz von  $1, 7 \cdot 10^{14} \text{ Ionen/cm}^2$  sowie 350 keV bei einer Fluenz von  $2, 3 \cdot 10^{14}$  Ionen/cm<sup>2</sup> durchgeführt. Bei diesen Bestrahlungsparametern ist ein Abflachen der Ätzkurve bei einer Tiefe von 310 nm zu erwarten (siehe Abschnitt 5.2). Durch eine Fortsetzung der Ätzung wurde die Tiefe des Gitters erhöht, bis die gewünschte Tiefe erreicht war. Abbildung 7.8a zeigt eine REM-Aufnahme des hergestellte Gitters. Die Tiefe wurde bei zwei Gittern mit  $(318 \pm 4)$  bzw.  $(322 \pm 4)$  nm gemessen, was einer Tiefenabweichung gegenüber der Solltiefe (325 nm) von weniger als 3% entspricht. Um die optische Funktion der Gitter zu überprüfen, wurde die Effizienz der ersten transmittierten Beugungsordnungen vermessen. Die Messung erfolgte bei einer Wellenlänge von 674 nm, da ein Laser mit der eigentlichen Arbeitswellenlänge nicht zur Verfügung stand. In Abbildung 7.8b sind die gemessenen Effizienzen für verschiedene Füllfaktoren und die berechnete Effizienzen unter Annahme eines ideal rechteckigen Gitters sowie des aus der Simulation gewonnenen Gitterprofils dargestellt. Die mit dem realen Git-



Abbildung 7.8: Beugungseffizienzen der ersten transmittierten Ordnung für TE (a) und TM (b). Die durchgezogenen Kurven gelten für die Annahme eines ideal rechteckigen Gitters, die blauen Quadrate unter Annahme des aus der Simulation gewonnenen Gitterprofils. Die roten Quadrate sind die gemessenen Werte.

terprofil berechneten, korrigierten, Werte sind gegenüber den, unter Annahme eines rechteckigen Profils berechnete Werten, verschoben. Für die TM-Polarisation stimmen die Messwerte gut mit den korrigierten Werten überein. Bei TE-Polarisation ergibt sich keine gute Übereinstimmung.

### 7.5 Hologramme

Weitere Strukturen, welche mittels des in dieser Arbeit entwickelten IBEE-Verfahrens realisiert wurden, sind computergenerierte Hologramme. Computergenerierte Hologramme sind diffraktive optische Elemente, die durch ihr Höhenprofil der Beleuchtungswelle eine Phasenfunktion aufprägen. Bei Ausbreitung dieser Welle entsteht die gewünschte Intensitätsverteilung auf einem Schirm. Der einfachste Fall ist das binäre Hologramm. Dabei besteht die Struktur nur aus zwei Höhenstufen, die der ebenen Beleuchtungswelle entweder einen Phasenwert von 0 oder  $\pi$  hinzufügen. Die Höhe h der Stufe ergibt sich aus:

$$h = \frac{\lambda}{2(n-1)} \tag{7.1}$$

Hierbei ist  $\lambda$  die Wellenlänge des verwendeten Lichtes und *n* die Brechzahl des Substratmaterials. Die Rechenvorschrift gilt unter der Annahme der Dünne-Elemente-Aproximation (Thin-Element-Approximation), was bei den verwendeten Pixelgrößen legitim ist [101]. Für eine Beleuchtungswellenlänge von 532 nm ergibt sich eine erforderliche Strukturhöhe von 201 oder 216 nm, je nachdem ob die Beleuchtungswelle in ordentlicher oder in außerordentlicher Richtung in Bezug zum Lithiumniobatkristall polarisiert ist. Als Pixelgrößen wurden 500 und 1000 nm verwendet. Aus der Pixelgröße ergibt sich die Divergenz der erzeugten Signalwelle und damit die Größe des Bildes.

Die Herstellung der Hologramme wurde unter Verwendung einer Quarzglasmaske in x-cut Lithiumniobat durchgeführt. Die Bestrahlung wurde mit Argonionen der Energien 60 und 150 keV bei einer Fluenz von  $1, 7 \cdot 10^{14}$  Ionen/cm<sup>2</sup> sowie 220 keV bei einer Fluenz von  $2, 3 \cdot 10^{14}$  Ionen/cm<sup>2</sup> durchgeführt. Bei diesen Parametern ergibt sich ein Abflachen der Ätzkurve kurz vor der zu erreichenden Tiefe von 201 nm (siehe Abschnitt 5.2). Abbildung 7.9 zeigt die simuliert Ätzkurve sowie die gemessene Ätzkurve. Die Verläufe stimmen sehr gut überein. Die Ätzung wurde so lange durchgeführt, bis die Tiefe in den Sättigungsbereich der Ätzkurve übergeht. Dadurch ist die Tiefe der Strukturen sehr genau einstellbar. Die Tiefe des geätzten Hologrammes wurde zu (199±4) nm bestimmt. Abbildung 7.10 zeigt einen Ausschnitt des hergestellten Hologrammes und das mit diesem Hologramm erzeugte Bild.



Abbildung 7.9: Simulierter und gemessener Verlauf der Ätztiefe über der Ätzzeit.



Abbildung 7.10: REM Bild eines Ausschnittes des hergestellten computergenerierten Hologrammes und mit diesem Hologramm erzeugtes Bild.

# Kapitel 8

# Zusammenfassung und Ausblick

Ziel dieser Arbeit war die Entwicklung und Umsetzung eines geeigneten Herstellungsverfahrens zur Realisierung von mikro- und nanooptischen Bauelementen in Lithiumniobat. Dazu wurde die Technik des verstärkten Ätzens nach Ionenbestrahlung (IBEE) verwendet. Diese Technik beruht auf der Schädigung der Kristallstruktur durch die Bestrahlung mit hochenergetischen Ionen und der anschließenden nasschemischen Entfernung der geschädigten Bereiche in einem Ätzbad. Der Verlauf der Schädigung über der Substrattiefe kann durch die Wahl der Parameter des Prozesses bestimmt werden. So ist bei Verwendung leichter Heliumionen und einer thermischen Ausheilung (30 min bei 300 °C) die Erzeugung einer vergrabenen Schicht und damit die Herstellung von freischwebenden Membranen möglich. Für eine Strukturierung an der Oberfläche des Lithiumniobates wurden Bestrahlungen mit schwereren Argonionen durchgeführt. Eine laterale Strukturierung erfordert die Herstellung einer Maske, die gewisse Anforderungen an die Maskengeometrie, wie Dicke und Flankenwinkel, oder an die Beständigkeit bei wiederholter Anwendung des IBEE-Prozesses erfüllen muss. Ein wesentlicher Teil der Arbeit beschäftigt sich deshalb mit der Auswahl eines geeigneten Maskenmaterials sowie der Entwicklung einer dazu passenden Herstellungsmethode.

Als Maskenmaterialien haben sich Chrom und Quarzglas als geeignet erwiesen. Die Strukturierung der Chrommaske erfolgt durch die Verwendung von Photolithographie und eines angepassten RIE-Prozesses. Eine Chrommaske der Dicke 450 nm wurde mit der entwickelten Technologie realisiert. Man erhält eine Chrommaske deren minimale Strukturgröße im Bereich weniger Mikrometer liegt und die zur mehrmaligen IBEE-Anwendung geeignet ist, da sie den Ätzvorgang in Flusssäure unbeschadet übersteht. Die Form der Kante der Chrommaske ist nicht ideal rechteckig, sondern weist im unteren Bereich eine Verbreiterung in Form eines Fußes auf. Diese Maske wurde bei einmaliger Bestrahlung, mit Argonionen der Energien 60, 150, 350 und 600 keV und Fluenzen von  $1,6 \cdot 10^{14}$ ,  $1,6 \cdot 10^{14}$ ,  $1,6 \cdot 10^{14}$  und  $8,4 \cdot 10^{14}$  Ionen/cm<sup>2</sup> zur Herstellung von etwa 550 nm tiefen Strukturen verwendet. Bei gleichen Bestrahlungsbedingungen und Verwendung einer Quarzglasmaske erfolgte mit dem dafür entwickelten Prozess, Elektronenstrahllithographie, RIE und ICP-RIE, die Herstellung von etwa 550 nm tiefen Strukturen mit Strukturgrößen im Submikrometer-Bereich. Durch die Variation der Parameter Druck und Bias-Spannung des ICP-RIE-Prozesses bei der Maskenherstellung ist eine Variation der Flankenwinkels der Quarzglasmaske in einem Bereich von 70 bis 90° möglich.

Es wurde eine Simulation der Bestrahlung, der Ausheilung und des Ätzens, für ideale Masken und für die sich aus der Maskentechnologie ergebenden realen Masken, durchgeführt. Durch die Simulation ist die Vorhersage der Geometrie der fertigen Strukturen aus den Bestrahlungs-, Ausheilungs- und Ätzparametern unter Berücksichtigung der Maskengeometrie möglich. Umgekehrt ist es ebenso möglich, für eine gewünschte vorgegebene Geometrie einen Satz von Parametern aus der Simulation zu gewinnen, mit denen eine optimale Strukturqualität erzielt werden kann. Zur optimalen Übertragung einer rechtwinkligen Kante wurde aus der Simulation ein Fluenz von 0,4 dpa ermittelt. Beim der Herstellung kleiner Strukturen, wie z.B. Löchern, tritt durch das Streuverhalten der Ionen eine Verrundung der Strukturen auf. Unterhalb eines Lochdurchmessers von 300 nm tritt eine Veränderung der Geometrie ein, die durch die Erhöhung der Fluenz in begrenzten Maße ausgeglichen werden kann.

Geschädigtes Lithiumniobat weist gegenüber ungeschädigten Lithiumniobat eine verringerte Atomdichte auf. Dies führt zu Volumenausdehnung und anisotropen Spannungen in den Strukturen, wobei der Betrag in z-Richtung am größten ist. Die Spannungen führen in Abhängigkeit der Geometrie zu Verbiegungen oder zur Zerstörung der Strukturen. Durch eine geeignete Ausrichtung der Bauelemente zur der Kristallrichtung kann die Auswirkung der Spannungen minimiert werden. Freischwebende Welenleiterbauelemente konnten nur mit Wellenleiterrichtung in z-Richtung des Kristalls zerstörungsfrei hergestellt werden. Die Spannungen äußern sich bei diesen Strukturen in einer Wellenbildung entlang der Richtung der Wellenleiter. Die Untersuchung der thermischen Ausheilung der Kristalldefekte ergab eine vollständige Ausheilung von Lithiumniobat bei einer thermischen Behandlung bei 500 °C für eine Zeit von 1 h. Nach dieser Behandlung zeigte sich ein fast vollständiges Verschwinden der Wellenbildung.

Die Herstellung von photonischen Kristallmembranen wurde durch die Kombination von vertikaler und lateraler Strukturierung, unter Verwendung einer Quarzglasmaske, durchgeführt. In diesen photonischen Kristallmembranen wurden Defektwellenleiter erzeugt und in dieses Wellenleitereigenschaften nachgewiesen. Mit Hilfe des Simulation des IBEE-Prozesses konnte die Geometrie der Löcher so optimiert werden, dass die fast ideale zylindrische Form erreicht wurde. Es gelang in einem W7-Defektwellenleiter der Nachweis der Existenz eines Ministoppbandes bei einer Wellenlänge von 1562 nm. Die Position diese Ministoppbandes ist in Einklang mit der aus der Simulation der Lichtausbreitung erhaltenen Position.

Durch Mehrfachanwendung der IBEE-Technik wurden Rippenwellenleiter in einer Zink ausgetauschten Schicht mit einer nahezu idealen rechteckigen Geometrie realisiert. Die Führungseigenschaften dieser Wellenleiter, insbesondere die niedrige Dämpfung von 0,9 dB/cm bei einer Wellenlänge von 1064 nm, stellen einen sehr guten Wert für Rippenwellenleiter in Lithiumniobat dar. Die rechtwinklige Form der Wellenleiter führt zu einem sehr symmetrischen Modenprofil, was z.B. die Nutzung des elektrooptischen Effektes zur Phasenmodulation begünstigt.

Weiterhin wurden mit Hilfe der IBEE-Technik eine Reihe weiterer optischer Elemente im Lithiumniobat realisiert. Die sehr gute Steuerbarkeit der Elementtiefe über die Bestrahlungsparameter wurde bei der Herstellung von computergenerierten Hologrammen und Beugungsgittern benutzt. Es konnte eine Tiefenabweichung von der Solltiefe von weniger als 2 % erreicht werden. Die Technik der Herstellung photonischer Kristalle konnte für die Realisierung von photonic-nano-wires adaptiert werden. Mit Hilfe der Übertragbarkeit schräger Flanken in der Maske wurde die Herstellung von V-förmigen Wellenleiterstrukturen realisiert.

Die in dieser Arbeit entwickelte Technologie zur Strukturierung von Lithiumniobat stellt nach aktuellem Kenntnisstand die Technik mit der besten erreichbaren Strukturqualität dar. Vergleichbare Rippenwellenleiter weisen nicht die Rechteckigkeit der mit IBEE hergestellten Strukturen auf. Mögliche Anwendungen solcher Rippenwellenleiter sind die Realisierung von Mach-Zehnder Interferometern oder Wellenleiterlasern. Die IBEE-Technik kann auch zur Einbringung eines Bragg-Gitters in den Wellenleiter oder zur periodischen Amorphisierung und damit zur Zerstörung der Nichtlinearität genutzt werden. Solch ein Wellenleiter mit periodischer Nichtlinearität ermöglicht die effiziente Erzeugung der zweiten Harmonischen. Die nahezu ideale zylindrische Form der photonischen Kristalle wurde mit alternativen Methoden nicht erreicht. Mit der nun existierenden Technologie zur Herstellung von photonischen Kristallmembranen in Lithiumniobat ist, durch die lokale Variation des Lochdurchmessers oder der Lochperiode, der Bau eines eines optischen Resonators hoher Güte und damit die Realisierung eines optisch parametrischen Oszillators greifbar.

Die IBEE-Technik ist im Prinzip auf andere kristalline Materialien übertragbar. Dazu ist lediglich eine Untersuchung des Schädigungsverhaltens und das Finden eines geeigneten Ätzmittels notwendig.

# Literaturverzeichnis

- Sajeev John. Strong Localization of Photons in Certain Disordered Dielectric Superlattices. *Phys. Rev. Lett.*, 58(23):2486–2489, Jun 1987.
- [2] Eli Yablonovitch. Inhibited Spontaneous Emission in Solid-State Physics and Electronics. Phys. Rev. Lett., 58(20):2059–2062, May 1987.
- [3] D.S. Hines and K.E. Williams. Patterning of wave guides in LiNbO<sub>3</sub> using ion beam etching and reactive ion beam etching. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 20:1072, 2002.
- [4] Congxin Ren, Jie Yang, Yanfang Zheng, Lizhi Chen, Guoliang Chen, and Shichang Tsou. Reactive ion beam etching characteristics of LiNbO<sub>3</sub>. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 19-20(Part 2):1018–1021, 1987.
- [5] C.L. Lee and C.L. Lu. CF<sub>4</sub> plasma etching on LiNbO<sub>3</sub>. Applied Physics Letters, 35:756, 1979.
- [6] Z. Ren, P.J. Heard, J.M. Marshall, P.A. Thomas, and S. Yu. Etching characteristics of LiNbO<sub>3</sub> in reactive ion etching and inductively coupled plasma. *Journal* of Applied Physics, 103(3):034109, Feb 2008.
- [7] Tzyy-Jiann Wang, Chih-Feng Huang, Way-Seen Wang, and Pei-Kuen Wei. A Novel Wet-Etching Method Using Electric-Field-Assisted Proton Exchange in LiNbO<sub>3</sub>. Journal of Lightwave Technology, 22(7):1764–1771, 2004.
- [8] M. Kawabe, S. Hirata, and S. Namba. Ridge waveguides and electro-optical switches in LiNbO<sub>3</sub> fabricated by ion-bombardment-enhanced etching. *IEEE Transactions on Circuits and Systems*, 26(12):1109–1113, 1979.
- [9] H. Hu, A.P. Milenin, R.B. Wehrspohn, H. Hermann, and W. Sohler. Plasma etching of proton-exchanged lithium niobate. *Journal of Vacuum Science & Tech*nology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 24:1012, 2006.
- [10] G. Ulliac, N. Courjal, H.M.H Chong, and R.M. De La Rue. Batch process for the fabrication of LiNbO<sub>3</sub> photonic crystals using proton exchange followed by CHF<sub>3</sub> reactive ion etching. *Optical Materials*, 31(2):196–200, 2008.
- [11] F. Lacour, N. Courjal, M.-P. Bernal, A. Sabac, C. Bainier, and M. Spajer. Nanostructuring lithium niobate substrates by focused ion beam milling. *Optical Materials*, 27(8):1421–1425, 2005.

- [12] M. Rottschalk, T. Bachmann, and A. Witzmann. Investigation of proton exchanged optical waveguides in LiNbO<sub>3</sub> using elastic recoil detection. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 61(1), 1991.
- [13] G.W. Burr, S. Diziain, and M.-P. Bernal. The impact of finite-depth cylindrical and conical holes in lithium niobate photonic crystals. *Optics Express*, 16(9):6302–6316, 2008.
- [14] M. Levy, R.M. Osgood Jr, R. Liu, L.E. Cross, G.S. Cargill III, A. Kumar, and H. Bakhru. Fabrication of single-crystal lithium niobate films by crystal ion slicing. *Applied Physics Letters*, 73:2293, 1998.
- [15] A.M. Radojevic, R.M. Osgood Jr, N.A. Roy, and H. Bakhru. Prepatterned Optical Circuits in Thin Ion-Sliced Single-Crystal Films of LiNbO<sub>3</sub>. *Photonics Technology Letters, IEEE*, 14(3):322–324, 2002.
- [16] P. Rabiei and P. Gunter. Optical and electro-optical properties of submicrometer lithium niobate slab waveguides prepared by crystal ion slicing and wafer bonding. *Applied Physics Letters*, 85:4603, 2004.
- [17] M. Kawabe, M. Kubota, K. Masuda, and S. Namba. Microfabrication in LiNbO<sub>3</sub> by ion-bombardment-enhanced etching. *Journal of Vacuum Science and Technology*, 15:1096, 1978.
- [18] B. T. Matthias and J. P. Remeika. Ferroelectricity in the Ilmenite Structure. *Phys. Rev.*, 76(12):1886–1887, Dec 1949.
- [19] R.G. Smith, K. Nassau, and M.F. Galvin. Efficient continuous optical secondharmonic generation. Applied Physics Letters, 7:256–258, 1965.
- [20] R.S. Weis and T.K. Gaylord. Lithium Niobate: Summary of Physical Properties and Crystal Structure. Applied Physics A: Materials Science & Processing, 37(4):191–203, 1985.
- [21] A.A. Ballman. Growth of Piezoelectric and Ferroelectric Materials by the Czochralski Technique. J. Am. Ceram. Soc, 1965.
- [22] J. R. Carruthers, G. E. Peterson, M. Grasso, and P. M. Bridenbaugh. Nonstoichiometry and Crystal Growth of Lithium Niobate. *Journal of Applied Physics*, 42(5):1846–1851, 1971.
- [23] G.D. Boyd, R.C. Miller, K. Nassau, W.L. Bond, and A. Savage. LiNbO<sub>3</sub>: An efficient phase matchable nonlinear optical material. *Applied Physics Letters*, 5:234, 1964.
- [24] M.V. Hobden and J. Warner. The temperature dependence of the refractive indices of pure lithium niobate. *Phys. Lett*, 22(3), 1966.
- [25] P. D. Maker, R. W. Terhune, M. Nisenoff, and C. M. Savage. Effects of dispersion and focusing on the production of optical harmonics. *Phys. Rev. Lett.*, 8(1):21–22, Jan 1962.

- [26] D. Feng, N.B. Ming, J.F. Hong, Y.S. Yang, J.S. Zhu, Z. Yang, and Y.N. Wang. Enhancement of second-harmonic generation in LiNbO<sub>3</sub> crystals with periodic laminar ferroelectric domains. *Applied Physics Letters*, 37:607, 1980.
- [27] X. Li, K. Terabe, H. Hatano, and K. Kitamura. Domain patterning in LiNbO<sub>3</sub> and LiTaO<sub>3</sub> by focused electron beam. *Journal of Crystal Growth*, 292(2):324– 327, 2006.
- [28] C.L. Sones, C.E. Valdivia, J.G. Scott, S. Mailis, R.W. Eason, D.A. Scrymgeour, V. Gopalan, T. Jungk, and E. Soergel. Ultraviolet laser-induced sub-micron periodic domain formation in congruent undoped lithium niobate crystals. *Applied Physics B: Lasers and Optics*, 80(3):341–344, 2005.
- [29] C.E. Valdivia, C.L. Sones, S. Mailis, and R.W. Eason. Ultrashort-pulse lightassisted periodic poling of lithium niobate and lithium tantalate. *CLEO*, 2006.
- [30] S. Grilli, P. Ferraro, S. De Nicola, A. Finizio, G. Pierattini, P. De Natale, and M. Chiarini. Investigation on reversed domain structures in lithium niobate crystals patterned by interference lithography. *Optics Express*, 11(4):392–405, 2003.
- [31] Patrick W. Leech and Mark C. Ridgway. Enhancement of the etch rate of LiNbO<sub>3</sub> by prior bombardment with MeV O<sup>2+</sup> ions. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 17(6):3358–3361, 1999.
- [32] S. Winnall and S. Winderbaum. Lithium Niobate Reactive Ion Etching. Defence Science and Technology Organization Salisbury (Australia), 2000.
- [33] W.S. Yang, H.-Y. Lee, W.K. Kim, and D.H. Yoon. Asymmetry ridge structure fabrication and reactive ion etching of LiNbO<sub>3</sub>. Optical Materials, 27(10):1642– 1646, 2005.
- [34] W.J. Park, W.S. Yang, W.K. Kim, H.Y. Lee, J.-W. Lim, M. Isshiki, and D.H. Yoon. Ridge structure etching of LiNbO<sub>3</sub> crystal for optical waveguide applications. *Optical Materials*, 28(3):216–220, 2006.
- [35] Sarah Benchabane, Laurent Robert, Jean-Yves Rauch, Abdelkrim Khelif, and Vincent Laude. Highly selective electroplated nickel mask for lithium niobate dry etching. *Journal of Applied Physics*, 105(9):094109, 2009.
- [36] P.M. Nellen, V. Callegari, and R. Brönnimann. FIB-milling of photonic structures and sputtering simulation. *Microelectronic Engineering*, 83(4-9):1805–1808, 2006.
- [37] A. Alcázar deV, J. Rams, J.M. Cabrera, and F. Agulló-López. Proton exchange of quasistoichiometric LiNbO<sub>3</sub>. Journal of Applied Physics, 82:4752, 1997.
- [38] W.C. Chang, C.Y. Sue, H.C. Hou, S.J. Chang, and P.K. Wei. A Novel Self-Aligned Fabrication Process for Nickel-Indiffused Lithium Niobate Ridge Optical Waveguides. *Lightwave Technology, Journal of*, 17(4):613–620, 1999.

- [39] K. Nassau, H. J. Levinstein, and G. M. Loiacono. The domain structure and etching of ferroelectric lithium niobate. *Applied Physics Letters*, 6(11):228–229, 1965.
- [40] Simonetta Grilli, Pietro Ferraro, Paolo De Natale, Bruno Tiribilli, and Massimo Vassalli. Surface nanoscale periodic structures in congruent lithium niobate by domain reversal patterning and differential etching. *Applied Physics Letters*, 87:233106, 2005.
- [41] M. Fujimura, M. Sudoh, K. Kintaka, T. Suhara, and H. Nishihara. Resonant Waveguide Quasi-Phase-Matched SHG Devices with Electrooptic Phase-Modulator for Tuning. *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics*, 2(2):396–400, 1996.
- [42] M.R. Beghoul, B. Fougere, A. Boudrioua, C. Darraud, S. Latreche, R. Kremer, P. Moretti, and J.C. Vareille. Photonic band gap grating in He<sup>+</sup>-implanted lithium niobate waveguides. *Optical and Quantum Electronics*, 39(4):333–340, 2007.
- [43] B. Herreros, G. Lifante, A. Kling, J. C. Soares, M. F. da Silva, P. D. Townsend, P. J Chandler, J. Olivares, and J. M. Cabrera. RBS/channelling study of ionimplanted and proton-exchanged LiNbO<sub>3</sub>:Nd<sup>3+</sup>:MgO planar waveguides. *Optical Materials*, 6(4):281–286, November 1996.
- [44] Annarita Di Lallo, Claudio Conti, Alfonso Cino, and Gaetano Assanto. Efficient Frequency Doubling in Reverse Proton Exchanged Lithium Niobate Waveguides. *Photonics Technology Letters, IEEE*, 13(4):323–325, 2001.
- [45] C. Deng, J.W. Haus, A. Sarangan, A. Mahfoud, C. Sibilia, M. Scalora, and A. Zheltikov. Photonic Band-Gap Enhanced Second-Harmonic Generation in a Planar Lithium Niobate Waveguide. *Laser Physics*, 16(6):927–947, 2006.
- [46] O. Caballero-Calero, M. Kösters, T. Woike, K. Buse, A. García-Cabañes, and M. Carrascosa. Electric field periodical poling of lithium niobate crystals after soft-proton-exchanged waveguide fabrication. *Applied Physics B: Lasers and Optics*, 88(1):75–78, 2007.
- [47] J. Carnicero, M. Carrascosa, A. Mendez, A. García-Cabañes, and J.M. Cabrera. Optical damage control via the Fe<sup>2+</sup>/Fe<sup>3+</sup> ratio in proton-exchanged LiNbO<sub>3</sub> waveguides. *Optics Letters*, 32(16):2294–2296, 2007.
- [48] G Bou. Abboud, B-N Benkelfat, N Grossard, and Q Zou. A novel approach for the analysis of distributed partially proton-exchanged Ti:LiNbO<sub>3</sub> waveguides. *Journal of Optics A: Pure and Applied Optics*, 10(5):55306, 2008.
- [49] C.I.H. Ashby, G.W. Arnold, and P.J. Brannon. Ion-bombardment-enhanced etching of LiNbO<sub>3</sub> using damage profile tailoring. *Journal of Applied Physics*, 65(1):93–97, 1989.
- [50] D.M. Gill, D. Jacobson, C.A. White, C.D.W. Jones, Y. Shi, W.J. Minford, and A. Harris. Ridged LiNbO<sub>3</sub> Modulators Fabricated by a Novel Oxygen-Ion Implant/Wet-Etch Technique. J. Lightwave Technol., 22(3):887, 2004.

- [51] Lei Wang, Ke-Ming Wang, Xue-Lin Wang, Feng Chen, Yi Jiang, Chuan-Lei Jia, Yang Jiao, Fei Lu, Ding-Yu Shen, Hong-Ji Ma, and Rui Nie. Selective etching in LiNbO<sub>3</sub> combined of MeV O and Si ion implantation with wet-etch technique. Surface & Coatings Technology, 201(9-11):5081–5084, 2007.
- [52] Thomas Gischkat. Untersuchung zur Beeinflussung des chemischen Ätzverhaltens von LiNbO<sub>3</sub> durch Ionenbestrahlung. Dissertation, Universität Jena, 2006.
- [53] B. Aspar, H. Moriceau, E. Jalaguier, C. Lagahe, A. Soubie, B. Biasse, AM Papon, A. Claverie, J. Grisolia, G. Benassayag, et al. The Generic Nature of the Smart-Cut<sup>®</sup> Process for Thin Film Transfer. *Journal of Electronic Materials*, 30(7):834– 840, 2001.
- [54] J. Burghoff, H. Hartung, S. Nolte, and A. Tünnermann. Structural properties of femtosecond laser-induced modifications in LiNbO<sub>3</sub>. Applied Physics A: Materials Science & Processing, 86(2):165–170, 2007.
- [55] Masashi Ishikawa and Masanobu Iwanaga. In-Plane Second Harmonic Generations in Photonic Crystal Slabs of LiNbO<sub>3</sub>. Applied Physics Express, 1(8):082101, 2008.
- [56] A. Ródenas, G. Zhou, D. Jaque, and M. Gu. Rare-Earth Spontaneous Emission Control in Three-Dimensional Lithium Niobate Photonic Crystals. Advanced Functional Materials, 18:23, 2009.
- [57] Guangyong Zhou and Min Gu. Direct optical fabrication of three-dimensional photonic crystals in a high refractive index LiNbO<sub>3</sub> crystal. *Optics Letters*, 31(18):2783-2785, 2006.
- [58] Frank Schrempel, Thomas Gischkat, Holger Hartung, Thomas Höche, Ernst-Bernhard Kley, Andreas Tünnermann, and Werner Wesch. Ultrathin membranes in x-cut lithium niobate. *Opt. Lett.*, 34(9):1426–1428, 2009.
- [59] M. Bianconi, N. Argiolas, M. Bazzan, GG Bentini, M. Chiarini, A. Cerutti, P. Mazzoldi, G. Pennestri, and C. Sada. Nuclear and electronic energy loss synergy in the process of damage growth in ion implanted LiNbO<sub>3</sub>. Nuclear Inst. and Methods in Physics Research, B, 249(1-2):122–125, 2006.
- [60] J. F. Ziegler, U. Littmark, and J. P. Biersack. The stopping and range of ions in solids. New York, 1985.
- [61] I. Szafraniak, I. Radu, R. Scholz, M. Alexe, and U. Gosele. Single-crystalline ferroelectric thin films by ion implantation and direct wafer bonding. *Integrated Ferroelectrics*, 55(1):983–990, 2003.
- [62] R.M. Roth, D. Djukic, Y.S. Lee, R.M. Osgood Jr, S. Bakhru, B. Laulicht, K. Dunn, H. Bakhru, L. Wu, and M. Huang. Compositional and structural changes in LiNbO<sub>3</sub> following deep He<sup>+</sup> ion implantation for film exfoliation. *Applied Physics Letters*, 89:112906, 2006.

- [63] F. Schrempel, T. Gischkat, H. Hartung, E.-B. Kley, and W. Wesch. Ion beam enhanced etching of LiNbO<sub>3</sub>. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 250(1-2), 2006.
- [64] Jakob Reinisch, Frank Schrempel, Thomas Gischkat, and Werner Wesch. Etching of Ion Irradiated LiNbO<sub>3</sub> in Aqueous Hydrofluoric Solutions. *Journal of The Electrochemical Society*, 155(4):D298–D301, 2008.
- [65] Frank Schrempel, Thomas Gischkat, Holger Hartung, Ernst-Bernhard Kley, Werner Wesch, and Andreas Tünnermann. High Aspect Ratio Microstructures in LiNbO<sub>3</sub> Produced by Ion Beam Enhanced Etching. *Mater. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 908E*, 2006.
- [66] P.D. Townsend, PJ Chandler, and L. Zhang. Optical effects of ion implantation. Cambridge Univ Pr, 1994.
- [67] F. Lu, F.X. Wang, W. Li, J.H. Zhang, and K.M. Wang. Annealing behavior of barriers in ion-implanted LiNbO<sub>3</sub> and LiTaO<sub>3</sub> planar waveguides. *Appl. Opt*, 38:5122–5126, 1999.
- [68] Th. Gischkat, F. Schrempel, Th. Höche, and W. Wesch. Annealing behavior of lithium niobate irradiated with He-ions at 100 K. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 267(8-9):1492 – 1495, 2009.
- [69] G. Götz and H. Karge. Ion implantation into LiNbO<sub>3</sub>. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, 209:1079–1088, 1983.
- [70] S. Jetschke, H. Karge, and K. Hehl. Anisotropic Effects in N<sup>+</sup>-Implanted LiNbO<sub>3</sub>. *Physica Status Solidi* (a), 77(1), 1983.
- [71] B. Canut, R. Brenier, A. Meftah, P. Moretti, S. Ould Salem, SMM Ramos, P. Thevenard, and M. Toulemonde. Damage induced in LiNbO<sub>3</sub> single crystals by GeV gadolinium ions. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section* B, 91(1-4), 1994.
- [72] J.M. Köhler and A. Wiegand. *Etching in microsystem technology*. Vch Verlagsgesellschaft Mbh, 1999.
- [73] P. K. Tien. Light Waves in Thin Films and Integrated Optics. Appl. Opt., 10(11):2395–2413, 1971.
- [74] W. Karthe and R. Müller. *Integrierte Optik.* Geest & Portig, 1991.
- [75] V. Auzelyte, HH Solak, Y. Ekinci, R. MacKenzie, J. Vörös, S. Olliges, and R. Spolenak. Large area arrays of metal nanowires. *Microelectronic Engineering*, 2008.
- [76] L. Magdenko, F. Gaucher, A. Aassime, M. Vanwolleghem, P. Lecoeur, and B. Dagens. Sputtered metal lift-off for grating fabrication on InP based optical devices. *Microelectronic Engineering*, 86(11):2251–2254, 2009.

- [77] S.G. Johnson, M.L. Povinelli, M. Soljačić, A. Karalis, S. Jacobs, and J.D. Joannopoulos. Roughness losses and volume-current methods in photonic-crystal waveguides. *Applied Physics B: Lasers and Optics*, 81(2):283–293, 2005.
- [78] R. A. Arcus. A membrane model for positive photoresist development. SPIE Vol.631 Advances in Resist Technology and Processing III, 631:124–131, 1986.
- [79] C. Lee, Y.M. Ham, S.H. Kim, and K. Chun. Electron-beam lithography resist profile simulation for highly sensitive resist. *Microelectronic Engineering*, 35(1):125–128, 1997.
- [80] A. L. Bogdanov, A. A. Polyakov, K. A. Valiev, L. V. Velikov, and D. Y. Zaroslov. Computer Simulation of the percolational development and pattern formation in pulsed laser exposed positive photoresists. SPIE Vol.771 Advances in Resist Technology and Processing IV, 771:167–171, 1987.
- [81] W. Pyka, H. Kirchauer, and S. Selberherr. Three-Dimensional Resist Development Simulation - Benchmarks and Integration with Lithography. *Microelectronic Engineering*, 53(1-4):449–452, 2000.
- [82] J.D. Joannopoulos, S.G. Johnson, and J.N. Winn. Photonic Crystals: Molding the Flow of Light. Princeton university press, 1995.
- [83] Edmond Chow, S.Y. Lin, S.G. Johnson, P.R. Villeneuve, J.D. Joannopoulos, J.R. Wendt, G.A. Vawter, W. Zubrzycki, H. Hou, and A. Alleman. Three-dimensional control of light in a two-dimensional photonic crystal slab. *Nature*, 2000.
- [84] Markus Augustin. Optik in photonischen Kristallen mit niedrigem Brechzahlkontrast. Dissertation, Universität Jena, 2005.
- [85] Yoshinori Tanaka, Takashi Asano, Yoshihiro Akahane, Bong-Shik Song, and Susumu Noda. Theoretical investigation of a two-dimensional photonic crystal slab with truncated cone air holes. *Applied Physics Letters*, 82(11):1661–1663, 2003.
- [86] R. Ferrini, B. Lombardet, B. Wild, R. Houdre, and G.-H. Duan. Hole depthand shape-induced radiation losses in two-dimensional photonic crystals. *Applied Physics Letters*, 82(7):1009–1011, 2003.
- [87] Rumen Iliew, Christoph Etrich, Thomas Pertsch, and Falk Lederer. Slow-light enhanced collinear second-harmonic generation in two-dimensional photonic crystals. *Physical Review B*, 77(11):115124, 2008.
- [88] H. Hartung, R. Geiss, T. Gischkat, F. Schrempel, R. Iliew, T. Pertsch, F. Lederer, W. Wesch, E.B. Kley, and A. Tunnermann. Photonic crystals in lithium niobate by ion-beam enhanced etching. *IEEE/LEOS Winter Topicals Meeting Series*, pages 64–65, 2009.
- [89] T. Ochiai and K. Sakoda. Dispersion relation and optical transmittance of a hexagonal photonic crystal slab. *Physical Review B*, 63(12):125107, 2001.

- [90] Matthieu Roussey, Maria-Pilar Bernal, Nadège Courjal, and Fadi I. Baida. Experimental and theoretical characterization of a lithium niobate photonic crystal. *Applied Physics Letters*, 87:241101, 2005.
- [91] Shanhui Fan and J.D. Joannopoulos. Analysis of guided resonances in photonic crystal slabs. *Physical Review B*, 65(23):235112, 2002.
- [92] Yousef Nazirizadeh, Uli Lemmer, and Martina Gerken. Experimental quality factor determination of guided-mode resonances in photonic crystal slabs. *Applied Physics Letters*, 93(26):261110, 2008.
- [93] H. Hartung, E.B. Kley, A. Tünnermann, T. Gischkat, F. Schrempel, and W. Wesch. Fabrication of ridge waveguides in zinc-substituted lithium niobate by means of ion-beam enhanced etching. *Optics Letters*, 33(20):2320–2322, 2008.
- [94] T.R. Volk, V.I. Pryalkin, and N.M. Rubinina. Optical-damage-resistant LiNbO<sub>3</sub>:Zn crystal. Opt. Lett, 15(18):996–998, 1990.
- [95] T. Kawaguchi, K. Mizuuchi, T. Yoshino, M. Imaeda, K. Yamamoto, and T. Fukuda. Liquid-phase epitaxial growth of Zn-doped LiNbO<sub>3</sub> thin films and optical damage resistance for second-harmonic generation. *Journal of crystal growth*, 203(1-2):173–178, 1999.
- [96] Carsten Dubs, Jens-Peter Ruske, Jürgen Kräußlich, and Andreas Tünnermann. Rib waveguides based on Zn-substituted LiNbO<sub>3</sub> films grown by liquid phase epitaxy. Optical Materials, Article in Press, 2009.
- [97] A. Chowdhury and L. McCaughan. Continuously Phase-Matched M-Waveguides for Second-Order Nonlinear Upconversion. *Photonics Technology Letters*, *IEEE*, 12(5):486–488, May 2000.
- [98] William L Barnes. Surface plasmon-polariton length scales: a route to subwavelength optics. Journal of Optics A: Pure and Applied Optics, 8(4):S87–S93, 2006.
- [99] Alexandra Boltasseva, Valentyn S. Volkov, Rasmus B. Nielsen, Esteban Moreno, Sergio G. Rodrigo, and Sergey I. Bozhevolnyi. Triangular metal wedges for subwavelength plasmon-polariton guiding at telecom wavelengths. *Opt. Express*, 16(8):5252–5260, 2008.
- [100] S.I. Bozhevolnyi, V.S. Volkov, E. Devaux, J.Y. Laluet, and T.W. Ebbesen. Channel plasmon subwavelength waveguide components including interferometers and ring resonators. *Nature*, 440:508–511, 2006.
- [101] Thomas Kämpfe. Farbbilderzeugung mittels computergenerierter Hologramme. Dissertation, Universität Jena, 2009.
- [102] B.E.A. Saleh and M.C. Teich. Fundamentals of Photonics, volume 13. John Wiley & Sons, 1991.

- [103] Steven Johnson and John Joannopoulos. Block-iterative frequency-domain methods for Maxwell's equations in a planewave basis. Opt. Express, 8(3):173–190, 2001.
- [104] S. Olivier, H. Benisty, C. Weisbuch, C.J.M. Smith, T.F. Krauss, and R. Houdre. Coupled-mode theory and propagation losses in photonic crystal waveguides. *Opt. Express*, 11(13):1490–1496, 2003.
- [105] Alongkarn Chutinan and Susumu Noda. Waveguides and waveguide bends in two-dimensional photonic crystal slabs. *Phys. Rev. B*, 62(7):4488–4492, Aug 2000.

# Kapitel 9

# Anhang

# 9.1 Theoretische Beschreibung photonischer Kristalle und Bandstruktur

Bei der Beschreibung eines photonischen Kristalls wird eine Elementarzelle der Struktur betrachtet. Abbildung 9.1 zeigt beispielhaft die Elementarzelle eines zweidimensionalen photonischen Kristalls mit hexagonal angeordneten Löchern. Da die Elementarzelle



Abbildung 9.1: Elementarzelle eines zweidimensionalen hexagonalen photonischen Kristalls.

der photonischen Kristall-Struktur verschiedene Symmetrien aufweist, ist es nur notwendig, die Bandstruktur innerhalb der ausgezeichneten Punkte  $\Gamma$ , M und K – der reduzierten Brillouin-Zone – zu betrachten. Diese Punkte bilden gleichzeitig die Extremwerte der Bandstruktur. Das heißt, dass im Bereich innerhalb der Punkte keine höheren oder niedrigeren Moden auftreten als auf den Verbindungslinien der Punkte. Deshalb wird die Bandstruktur zumeist nur auf der Linie von  $\Gamma$  zu M zu K und zurück zu  $\Gamma$  dargestellt.

Die Berechnung der Bandstruktur von photonischen Kristallen erfolgt durch die numerische Lösung eines, aus den Maxwellgleichungen hergeleiteten, Eigenwertproblems [102, 82]. Die in dieser Arbeit dazu verwendete Software Bandsolve aus dem Softwarepaket RSOFT benutzt einen Ebene-Wellen-Ansatz [103].

Die Berechnung der Bandstruktur eines Defektwellenleiters erfolgt auf ähnliche Weise wie bei der photonischen Kristallmembran. Die Form der Elementarzelle ist leicht anders, es ist jetzt ein quer zum Defektwellenleiter verlaufender Quader. Außerdem interessiert nur die Lichtausbreitung und damit die Bandstruktur in Richtung des Defektwellenleiters, also in  $\Gamma$ -K-Richtung. Wird in den Wellenleiter Licht einer bestimmten Wellenlänge eingekoppelt, entspricht dies einer gedachten waagerechten Linie im Banddiagramm. Es bilden sich Schnittpunkten dieser Linie mit den Moden des Defektwellenleiters. Die an diesen Schnittpunkten existierenden Moden werden durch die Einkopplung angeregt und propagieren entlang des Defektwellenleiters. Die Anzahl der Moden ist abhängig von der Breite des Defektwellenleiters. Wenn zwei Moden gleicher Symmetrie (beide gerade oder beide ungerade) sich überkreuzen, kommt es zu einem Ministoppband. Es entsteht durch die Kopplung von vorwärts und rückwärts laufenden Wellen [104]. In diesem Fall existiert für diese Frequenz die Mode nicht, das Licht kann sich in dem Wellenleiter nicht ausbreiten und es kommt zu einem Einbruch in der Transmission.

Zur Berechnung der Dämpfungswerte der Defektwellenleiter wurde die Finite-Difference Time-Domain Methode (FDTD) verwendet [105, 89]. Hierbei wird die Propagation einer Startfeldverteilung durch die Struktur berechnet. Die Startverteilung wird entsprechend den in der Struktur existierenden Wellenleitermoden ausgewählt. Aus den am Ende des Wellenleiters ankommenden Feldverteilungen kann auf die Dämpfung der Moden geschlossen werden. Eine FDTD-Rechnung wird gewöhnlich bei einer festen Wellenlänge durchgeführt. Durch die Propagation eines Lichtpulses, der mit einer zeitlichen auch eine spektrale Breite hat, kann die Transmission in diesem Spektralbereich bestimmt werden. Die FDTD-Rechnungen wurden am Institut für Festkörpertheorie und -optik (IFTO) der Universität Jena durchgeführt.

# 9.2 Bestimmung der optimalen Parameter des Auskoppelgitters

Das Prinzip der Gitterkopplung ist in Abbildung 9.2 dargestellt. Die Gitterparameter



Abbildung 9.2: Prinzip der Auskopplung einer Wellenleitermode mittels eines Gitters auf dem Wellenleiter. Der effektive Index der Mode entspricht einem Winkel  $\alpha_1$ . Die Auskopplung erfolgt senkrecht zur Oberfläche ( $\alpha_2 = 0$ ).

ergeben sich durch die Wellenlänge des Lichtes sowie den effektiven Index der Grundmode. Bei 1540 nm beträgt der effektive Index des Grundmodes des W5-Defektwellenleiters rund 1,84. Aus diesem Wert lässt sich die Richtung des Ausbreitungsvektors der Wellenleitermode bestimmen. Aus der Gittergleichung

$$n_1 \sin \alpha_1 = n_2 \sin \alpha_2 + \frac{l\lambda}{p} \tag{9.1}$$

ergibt sich die Periode p des Gitters, die notwendig ist, um das Licht in senkrechter Richtung zur Oberfläche auszukoppeln. In der Gleichung sind  $n_1$  und  $n_2$  die Brechzahlen von Lithiumniobat und Luft und l ist die Gitterordnung. Die Periode des Gitter ist 800 nm. Durch eine rigorose Berechnung der Beugungseffizienz wurde der Füllfaktor sowie die Gittertiefe bestimmt, die zu einer effektiven Auskopplung bei einem theoretisch unendlich ausgedehnten Gitter führen. Der optimale Füllfaktor beträgt 0,44, was einer Grabenbreite von 450 nm entspricht, und die optimale Tiefe ist 370 nm. Um eine Transmission zu messen, ist nur eine geringe Auskopplung notwendig, so dass eine Gittertiefe von 50 bis 100 nm ausreichend ist. Gleichzeitig ist nur eine geringe Anzahl von Gittergräben notwendig. Die Simulation des Auskoppleverhaltens zeigt, dass 13 Gittergräben der Tiefe 50 nm zu einer Auskopplung von etwa 10 % führt. Die Parameter des Auskoppelgitters sind in Tabelle 9.1 zusammengestellt.
Joine	J.I. I arameter ut	5 Hushoppeig	1000
	Parameter	Wert	
	Periode	800 nm	
	Füllfaktor	$0,\!44$	
	Grabenbreite	$450\mathrm{nm}$	
	Gittertiefe	$50\mathrm{nm}$	
	Auskopplung	10%	

Tabelle 9.1: Parameter des Auskoppelgitters.

### 9.3 Messaufbau Rippenwellenleiter

Die Aufnahme der Modenform sowie die Vermessung der Dämpfung für die hergestellten Rippenwellenleiter (Abschnitt 7.1) wurde mit dem in Abbildung 9.3 dargestellten Aufbau durchgeführt. Das polarisierte Licht wurde in eine polarisationserhaltende Faser eingekoppelt und von dieser mittels Stirnflächenkopplung in den zu vermessenden Wellenleiter gekoppelt. Am Ende des Wellenleiters wurde die Wellenleitermode mittels eines Mikroskopobjektives auf eine CCD<sup>1</sup>-Kamera abgebildet oder auf ein Leistungsmessgerät geleitet. Zur Dämpfungsbestimmung wurde zusätzlich der Ausgang der Faser abgebildet und vermessen.



Abbildung 9.3: Aufbau zur Vermessung der Modenform sowie der Wellenleiterdämpfung von Rippenwellenleitern.

<sup>1</sup>CCD: Charge-Coupled Device

### 9.4 Messaufbau Defektwellenleiter

Der Aufbau zur Vermessung der Transmission der Defektwellenleiter in photonischen Kristallen ist in Abbildung 9.4 dargestellt. Die Einkopplung des Laserlichtes erfolgt



Abbildung 9.4: Zur Messung der Transmission von Defektwellenleitern in photonischen Kristallen benutzter Messaufbau.

durch eine Stirnflächenkopplung über eine belinste Faser. Die Probe mit den Wellenleitern liegt auf einem rotier-, kipp- und in der Höhe verstellbaren Tisch. Die Justage der belinsten Faser dazu erfolgt durch einen piezogesteuerten Drei-Achsen-Tisch. Oberhalb der Probe ist ein Spiegelobjektiv angebracht, um das durch die Gitter ausgekoppelte Licht aufzufangen. Das zusätzlich durch einen in der Vergrößerung verstellbaren Teleskopaufbau geleitete Licht wird durch einen Strahlteiler auf eine CCD und eine Infrarot-Kamera geleitet. Die CCD-Kamera dient der visuellen Beurteilung der Strukturen sowie der Justage der Einkopplung. Der zweite Ausgang wird über einen weiteren Teleskopaufbau wahlweise auf die Infrarotkamera oder einen Leistungsdetektor geleitet. Zur Transmissionsmessung wurde die Wellenlänge des Lasers durchgestimmt und dabei die Leistung des durch die Gitter ausgekoppelten Lichtes gemessen. Die Polarisation des Lichtes wird vor der eigentlichen Messung mit den in der Faserstrecke befindlichen Polarisationsstellern eingestellt und danach nochmals kontrolliert. Dazu wurde das aus der belinsten Faser austretende Licht mittels eines Mikroskopobjektives (im Bild rot) eingefangen und durch einen Polarisator hindurch auf einen Leistungsdetektor geleitet.

# 9.5 Abkürzungsverzeichnis

UV	Ultraviolett	
MIR	Mittleres Infrarot	
IR	Infrarot	
VIS	Sichtbarer Wellenlängenbereich	
LN	Lithiumniobat	
LT	Lithiumtantalat	
КТР	Kaliumtitanylphosphat	
SHG	Second Harmonic Generation, Prozess der Erzeugung der zweiten	
	Harmonischen	
RIE	Reactive-Ion-Etching, Reaktives Ionenätzen	
RIBE	Reactive-Ion-Beam-Etching, Reaktives Ionenstrahlätzen	
ICP-R	IE Inductively-Coupled-Plasma-RIE, Induktiv gekoppeltes Plasma-RIE	
IBE	Ion-Beam-Etching, Ionenstrahlätzen	
IBEE	Ion-Beam-Enhanced-Etching, Verstärktes Ätzen nach Ionenbestrahlung	
FIB	Focused-Ion-Beam(-Etching), (Ätzen mit) fokussiertem Ionenstrahl	
CIS	Crystal-Ion-Slicing, "Kristall-Zuschneiden mittels Ionen"	
sccm	Standard-Kubikzentimeter pro Minute	
rms	root mean square, mittlere quadratische Abweichung	
nda	number of displaced atoms, Anzahl der versetzten Atome	
ndpa	number of displacments per atom, Anzahl der versetzten Atome pro	
	(eingestrahltem) Atom, normierte Fluenz	
dpa	displacements per atom, Einheit der normierten Fluenz	
REM	Rasterelektronenmikroskop	
AFM	Atomic Force Microskope, Rasterkraftmikroskop	
RBS	Rutherford-Rückstreuspektrometrie	
LPE	Liquid-Phase-Epitaxy, Flüssigphasenepitaxie	
FDTD	• Finite-Difference Time-Domain, Finite-Differenzen-Methode im Zeitbereich	
NA	Numerische Apertur	
CCD	Charge-Coupled Device, "ladungsgekoppeltes Bauteil"	

# Danksagung

An erster Stelle möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr. Andreas Tünnermann für die Vergabe des Themas und die Möglichkeit, die Arbeit am Institut für Angewandte Physik durchführen zu können, bedanken.

Besonderer Dank geht an Dr. Ernst-Bernhard Kley für die Unterstützung bei der Bearbeitung des Themas und viele hilfreiche und erhellende Diskussionen.

Allen weiteren Mitarbeitern des Institutes für Angewandte Physik sei gedankt, insbesondere der Arbeitsgruppe Mikrostrukturtechnik und Mikrooptik. Entscheidenden Anteil am Gelingen der Arbeit hatten Waltraud Gräf, Holger Schmidt, Detlef Schelle, Werner Rockstroh, Dr. Hans-Jörg Fuchs, Thomas Käsebier, Reinhard Geiß, Michael Steinert, Michael Banasch, Jörg Reinhold, Joachim Schuster und Bodo Martin.

Großer Dank gilt den Mitarbeitern der Arbeitsgruppe Ionenstrahlphysik des Institutes für Festkörperphysik der FSU Jena für die fruchtbare Zusammenarbeit. Besonders hervorheben möchte ich vor allem (Dr.) Thomas Gischkat, Dr. Frank Schrempel, Gerald Lenk und Prof. Dr. Werner Wesch.

Weiterhin möchte ich mich ganz herzlich bei Dr. Rumen Iliew und Dr. Christoph Etrich (IFTO) für die Durchführung der Rechnungen und Beantwortung meiner Fragen, Dr. Carsten Dubs (Innovent e.V.) für die Bereitstellung der LPE-Schichten, Heiko Stegmann (Zeiss) für die FIB-Ätzungen und Maria Oliva (IOF) für die AFM-Messungen bedanken.

Den Geldgebern (Deutsche Forschungsgemeinschaft mit dem Projekt 1199/2-1 und dem Gottfried-Wilhelm Leibniz-Programm) sei für die finanzielle Unterstützung natürlich auch gedankt.

Außerdem sei Dr. Tina Clausnitzer, Dr. Thomas Kämpfe, "Dr. Motte" Marcel Schulze, Christian Helgert, Dr. Elodie Wikszak und Dr. Alexander Szameit für allerlei Dinge auch neben der Arbeit gedankt.

Zum Schluss danke ich noch ganz herzlich meiner Familie und meinen Freunden für die Unterstützung.

### Ehrenwörtliche Erklärung

Ich erkläre hiermit ehrenwörtlich, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel und Literatur angefertigt habe. Die aus anderen Quellen direkt oder indirekt übernommenen Daten und Konzepte sind unter Angabe der Quelle gekennzeichnet.

Weitere Personen waren nicht an der inhaltlich-materiellen Erstellung der vorliegenden Arbeit beteiligt. Insbesondere habe ich hierfür nicht die entgeltliche Hilfe von Vermittlungs- bzw. Beratungsdiensten (Promotionsberater oder andere Personen) in Anspruch genommen. Niemand hat von mir unmittelbar oder mittelbar geldwerte Leistungen für die Arbeiten erhalten, die im Zusammenhang mit dem Inhalt der vorgelegten Dissertation stehen.

Die Arbeit wurde bisher weder im In- noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form einer anderen Prüfungsbehörde vorgelegt.

Die geltende Prüfungsordnung der Physikalisch-Astronomischen Fakultät ist mir bekannt.

Ich versichere ehrenwörtlich, dass ich nach bestem Wissen die reine Wahrheit gesagt und nichts verschwiegen habe.

Jena, den 25.06.2010

Holger Hartung