

Uniwersytet Warszawski
Wydział Fizyki

Maciej Kowalczyk

Nr albumu: 276893

Struktury fotoniczne zintegrowane z włóknami optycznymi

Praca magisterska
na kierunku FIZYKA
specjalność Optyka

Praca wykonana pod kierunkiem
dr. hab. Piotra Wasylczyka
Instytut Fizyki Doświadczalnej UW

Warszawa, Lipiec 2014

Oświadczenie kierującego pracą

Potwierdzam, że niniejsza praca została przygotowana pod moim kierunkiem i kwalifikuje się do przedstawienia jej w postępowaniu o nadanie tytułu zawodowego.

Data

Podpis kierującego pracą

Oświadczenie autora (autorów) pracy

Świadom odpowiedzialności prawnej oświadczam, że niniejsza praca dyplomowa została napisana przeze mnie samodzielnie i nie zawiera treści uzyskanych w sposób niezgodny z obowiązującymi przepisami.

Oświadczam również, że przedstawiona praca nie była wcześniej przedmiotem procedur związanych z uzyskaniem tytułu zawodowego w wyższej uczelni.

Oświadczam ponadto, że niniejsza wersja pracy jest identyczna z załączoną wersją elektroniczną.

Data

Podpis autora (autorów) pracy

Streszczenie

W ramach pracy zaproponowano metodę pozwalającą na integrację mikrostruktur optycznych z włóknami światłowodowymi przy użyciu fotolitografii 3D. Przedstawiono urządzenie Photonic Professional oraz jego modyfikację umożliwiającą laserowy druk bezpośrednio na czole światłowodu. Zaprezentowano możliwości układu, jego niedoskonałości oraz sposoby ich redukcji wraz z odpowiednimi wynikami. Opisana technika została zastosowana do wyprodukowania struktury zmniejszającej współczynnik odbicia Fresnela od czoła światłowodu telekomunikacyjnego. Praca zawiera opis rozważań teoretycznych i symulacji, które doprowadziły do określenia optymalnych parametrów struktury, zgodnie z którymi została ona następnie wytworzona na czole włókna SMF-28. Wytworzone gradientowe pokrycie antyrefleksyjne umożliwiło ok. 30-krotnie zmniejszenie odbicia Fresnela dla długości fali 1550 nm przy jednoczesnym braku zaburzeń struktury przestrzennej wiązki. Następnie przedstawione są wyniki optymalizacji druku mikrosoczewek wraz z pomiarami jakości powierzchni oraz próba opracowania metody otrzymywania struktur tego typu bezpośrednio z kropli substancji światłoczułej. Całość kończy podsumowanie uzyskanych rezultatów wraz z wnioskami i planami przyszłych prac.

Słowa kluczowe

fotolitografia 3D, światłowody, struktury fotoniczne, pokrycia antyrefleksyjne, mikrosoczewki

Dziedzina pracy (kody wg programu Socrates-Erasmus)

13.2 Fizyka

Tytuł pracy w języku angielskim

Fiber integrated photonic structures

Spis treści

Wprowadzenie	4
1. Mikrostruktury zintegrowane z włóknami optycznymi	6
1.1. Wstęp	6
1.2. Optyczne mikrostruktury	7
2. Fotolitografia 3D	14
2.1. Voxel	15
2.2. Photonic Professional	16
3. Technologia druku na włóknie	19
3.1. Układ doświadczalny	19
3.2. Procedura druku DLW	20
3.3. Wyzwania eksperymentalne	21
3.3.1. Określenie pozycji włókna	21
3.3.2. Ruch włókna	22
3.3.2.1. Przesunięcie w osi XY	23
3.3.2.2. Przesunięcie w osi Z	23
3.3.3. Nachylenie włókna	24
4. Pokrycia antyrefleksyjne	27
4.1. Odbicie Fresnela	27
4.2. Warstwa ćwierćfalowa	28
4.2.1. Strukturalna warstwa ćwierćfalowa	29
4.2.1.1. Strukturalna warstwa ćwierćfalowa zintegrowana z włóknem	30
4.3. Warstwa gradientowa	31
4.3.1. Poszukiwania idealnego profilu	33
4.3.2. Wytwarzanie	36
4.3.2.1. Wytwarzanie periodycznych struktur gradientowych	38
5. Wytwarzanie struktur AR na włóknie światłowodowym	42
5.1. Idea pokrycia AR na włóknie	43
5.1.1. Symulacje propagacji światła w strukturach mikrooptycznych	44
5.2. Projekt gradientowej struktury AR	46
5.2.1. Profil współczynnika załamania	48
5.3. Wytwarzanie struktur gradientowych na światłowodzie	49
5.3.1. Tolerancja gradientowej struktury AR na niedoskonałości	52
5.4. Pomiary własności gradientowych struktur AR	52
5.5. Wyniki pomiarów gradientowych struktur AR	53

5.5.1.	Najlepsza próbka	54
5.5.1.1.	Porównanie pomiarów z symulacjami	56
5.5.2.	Jakość wiązki	57
5.5.3.	Inne próbki gradientowych struktur AR	58
5.6.	Podsumowanie	60
6.	Mikrosoczewki	61
6.1.	Wytwarzanie mikrosoczewek przy użyciu fotolitografii 3D	62
6.1.1.	Jakość powierzchni	64
6.1.2.	Podsumowanie	68
6.2.	Soczewki z kropli	68
7.	Podsumowanie	71
7.1.	Plany na przyszłość	72
A.	Druk na włóknie - procedura	74
	Bibliografia	76

Wprowadzenie

Cel pracy

Głównym celem opisanej pracy było rozszerzenie możliwości aparatury wykorzystywanej do fotolitografii 3D w Pracowni Nanostruktur Fotonicznych poprzez zaprojektowanie układu i procedury pozwalających na druk bezpośrednio na czole światłowodu. Integracja mikrostruktur z włóknami optycznymi ma bardzo duży potencjał i może umożliwić zaproponowanie wielu interesujących zastosowań. W celu otrzymania jak najlepszych wyników konieczne jest nie tylko pełne opanowanie procesu druku, ale również jego optymalizacja. Motywacją było zastosowanie opracowanej techniki najpierw do powtórzenia wybranych, najciekawszych rezultatów znalezionych w innych pracach, a następnie przeprowadzenie własnych, nowatorskich eksperymentów.

Struktura pracy

Rozdział 1 ma charakter wprowadzenia i zawiera przegląd literaturowy dotyczący integracji mikrostruktur z włóknami światłowodowymi oraz ich potencjalnych zastosowań. Rozdział 2 dotyczy fotolitografii 3D, która jest wykorzystywaną w tej pracy techniką mikrofabrykacji oraz używanego układu. W rozdziale 3 opisano modyfikację układu, która umożliwiła wytwarzanie struktur bezpośrednio na czole światłowodu. Zaprezentowane zostały możliwości, wyzwania eksperymentalne oraz próby ich rozwiązania wraz z wynikami. Rozdział 4 zawiera opis różnych metod pozwalających na zmniejszenie odbicia Fresnela ze szczególnym uwzględnieniem gradientowych pokryw antyrefleksyjnych. Przedstawiony przegląd prac dotyczy zarówno teorii projektowania takich struktur, jak i ich wytwarzania. Rozdział 5 jest kontynuacją poprzedniego i opisuje udane próby wytworzenia gradientowego pokrycia antyrefleksyjnego przy użyciu układu opisanego w rozdziale 3. Zawiera wyniki przeprowadzonych symulacji i pomiarów, które umożliwiły opracowanie przestrzennej i optycznej charakterystyki otrzymanych struktur oraz odpowiednie wnioski. Rozdział 6 dotyczy wytwarzania mikrosoczewek: opisana została optymalizacja procesu druku wraz z wynikami oraz próba opracowania metody otrzymywania takich obiektów bezpośrednio z kropli substancji światłoczułej. W rozdziale 7 dokonano podsumowania wykonanych prac i przedstawiono potencjalne możliwości ich kontynuacji.

Podziękowania

W pierwszej kolejności pragnę podziękować dr. hab. Piotrowi Wasylczykowi, bez którego ta praca nie mogłaby powstać. Jestem ogromnie wdzięczny za możliwość przeprowadzenia badań w Pracowni Nanostruktur Fotonicznych, nieustanną gotowość do pomocy i dyskusji, a także stawianie ciekawych i trafnych pytań.

Podziękowania należą się również prof. Czesławowi Radzewiczowi, do którego grupy mam przyjemność należeć.

Szczególne podziękowania kieruję do osób, których życzliwość i wsparcie również przyczyniły się do stworzenia tej pracy. Pomiary jakości powierzchni nie odbyłyby się bez pomocy Pana Rafała Bożka (Zakład Fizyki Ciała Stałego Wydziału Fizyki UW), który udostępnił mi mikroskop AFM. Przy analizie struktury przestrzennej wiązki propagującej się przez strukturę antyrefleksyjną brał udział Pan Filip Ozimek (Zakład Optyki Wydziału Fizyki UW). W pracy tej zawarłem wyniki symulacji przeprowadzonych przez dr. Jakuba Haberko (Wydział Fizyki i Informatyki Stosowanej, Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie). Odzyskany przez niego profil współczynnika załamania wytworzonej struktury antyrefleksyjnej jest bardzo ważnym elementem jej charakterystyki. Pani Katarzyna Filimonow (Wydział Biologii UW) umożliwiła przeprowadzenie prób napełniania pojemników substancją światłoczułą przy użyciu mikroiniektora.

Jednocześnie dziękuję Kolegom, którzy wspólnie ze mną pracowali w Pracowni Nanostruktur Fotonicznych, Michałowi Nawrotowi i Łukaszowi Zinkiewiczowi, na których pomoc zawsze mogłem liczyć.

Chciałem również podziękować Rodzicom za ich nieustanne wsparcie oraz mojemu licealnemu nauczycielowi, Panu Gerardowi Jachimowiczowi, który przekonał mnie, że podjęcie studiów na Wydziale Fizyki może być pasjonującą przygodą.

Rozdział 1

Mikrostruktury zintegrowane z włóknami optycznymi

1.1. Wstęp

W roku 1987 amerykański naukowiec Eli Yablonovitch jako pierwszy zaproponował projekt trójwymiarowej periodycznej struktury, która wpływa na własności padającej na nią fali elektromagnetycznej ze względu na swoją podfalową naturę [Yabl87]. Cztery lata później jego grupie udało się wyprodukować pierwszy kryształ fotoniczny, który na cześć pomysłodawcy nazwany został yablonovite i charakteryzował się tzw. przerwą foniczną, czyli blokowaniem fal z danego zakresu spektralnego. Dało to początek nowej dziedzinie optyki, której celem jest projektowanie i wytwarzanie obiektów umożliwiających modyfikację fal elektromagnetycznych ze względu na swoją periodyczność (najczęściej) i podfalową strukturę. Ta druga cecha wymaga aby rozdzielczość wykorzystywanej techniki mikrofabrykacji była odpowiednio mniejsza niż długość fali, dla której projektowana jest dana struktura. Z uwagi na dostępne metody, yablonovite mógł działać co najwyżej w reżimie mikrofal; niemal dekadę trzeba było czekać na pierwszy kryształ fotoniczny dla widma optycznego, który został wytworzony za pomocą litografii elektronowej [Krau96]. Obecnie mikrofonika jest prężnie rozwijającą się dziedziną z nieustannie publikowanymi nowymi koncepcjami struktur, które umożliwiają kontrolę parametrów fal przede wszystkim w obszarze widzialnym i w podczerwieni. Wraz z upływem lat i zdobywaniem wiedzy oraz doświadczenia na tym gruncie, stopniowo coraz mniej uwagi przykładano do samej zasady działania dobrze poznanych już struktur, istotne stało się natomiast opracowanie ich potencjalnych aplikacji. Dziedzina ta jest niezwykle obiecująca w kontekście zastosowań w gałęziach takich jak optomechanika, fizyka laserów czy telekomunikacja, jednakże praktyczna implementacja optycznych struktur o mikroskopijnych rozmiarach wciąż w wielu przypadkach stanowi wyzwanie.

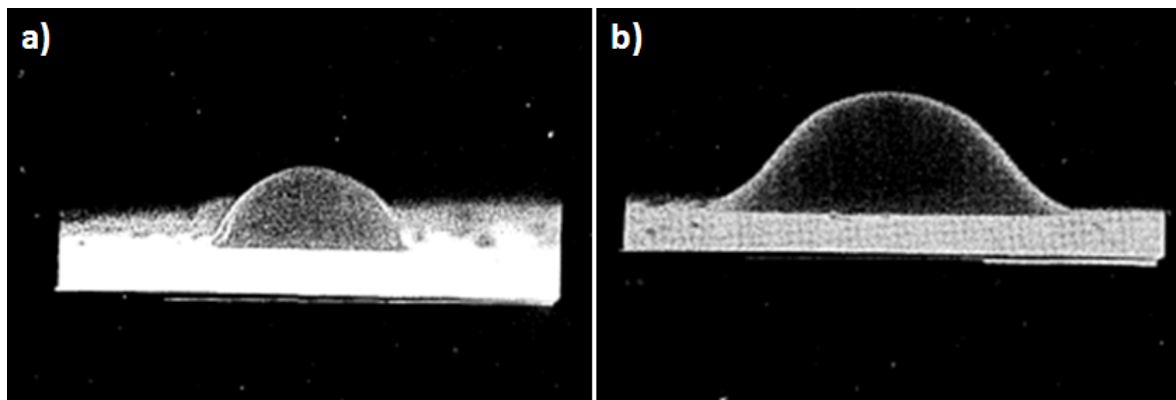
Jednym z rozwiązań jest wyprodukowanie zaprojektowanej struktury bezpośrednio na czole światłowodu, dzięki czemu możliwe staje się oddziaływanie na wiązkę opuszczającą włókno. Przykładowo może pozwolić to na kontrolę własności światła propagującego się przez światłowód telekomunikacyjny. Kolejny paragraf, mający charakter przeglądu literaturowego, ma na celu zobrazowanie potencjału takiej metody i zawiera prezentację wybranych przykładów.

1.2. Optyczne mikrostruktury

- Soczewki

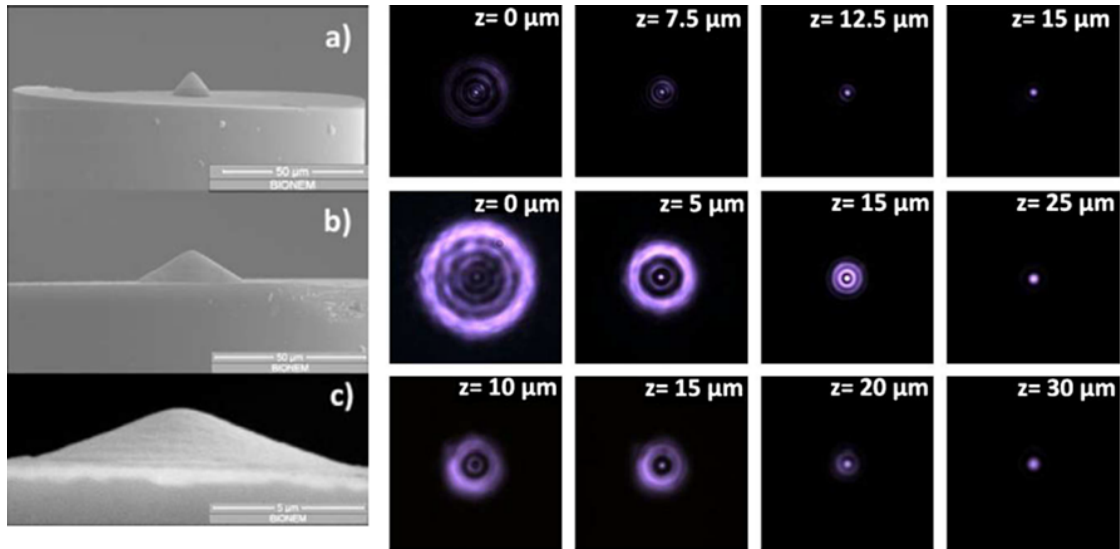
Zakres mikrostruktur, które warto wyprodukować na światłowodzie i zarazem poniższy przegląd prac nie są ograniczone tylko do wymienionych we wstępie kryształów fotonicznych. Istnieje szereg obiektów, które nie mają podfalowych rozmiarów, a których integracja z włóknami może przynieść bardzo interesujące rezultaty. Jednymi z pierwszych struktur, które próbowano wytworzyć na czole włókna optycznego były mikrosoczewki. Płasko-wypukłe soczewki skupiające umieszczone na rdzeniu miały za zadanie zwiększyć efektywność sprzęgania do światłowodów światła emitowanego przez lasery półprzewodnikowe, np. oparte na arsenku galu (GaAs) [Cohe74]. Pierwsze prace dokumentujące udane eksperymenty ukazywały się już w latach 70, ponad dwadzieścia lat przed stworzeniem pierwszego kryształu fotonicznego działającego w reżimie optycznym.

W ramach powyższej pracy na czole jednomodowego światłowodu wykonano soczewki o kształcie sferycznym i cylindrycznym, a następnie porównano ich działanie i dokonano analizy jakości powierzchni. Struktury przedstawione są na rys. 1.1, a ich zastosowanie umożliwiło ponad 4-krotną poprawę efektywności sprzęgania światła. Co ciekawe, koncepcja wykorzystanej techniki mikrofabrykacji jest swoistym pierwowzorem wykorzystywanej w Pracowni Nanostruktur Fotonicznych fotolitografii 3D i również opiera się na utwardzaniu ciekłego fotorezystu. Czoło światłowodu pokrywane było kroplą substancji światłoczułej, której fotopolimeryzację powodowała wiązka UV transmitowana przez samo włókno.



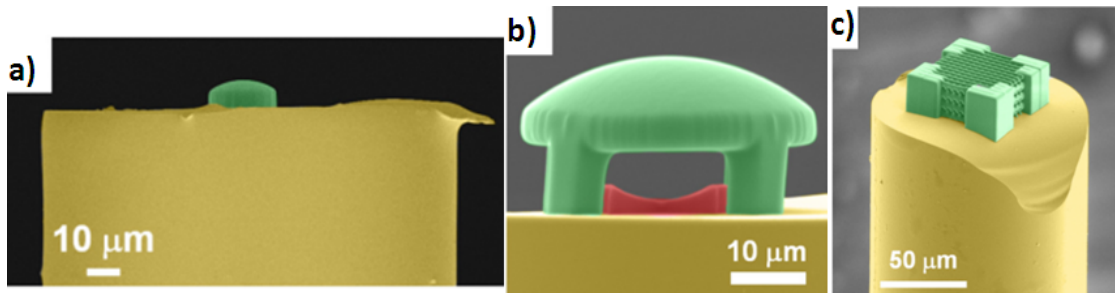
Rysunek 1.1: Zdjęcia SEM soczewki sferycznej o średnicy $4\mu m$ (a) i cylindrycznej o średnicy $7\mu m$ (b) [Cohe74].

W niektórych przypadkach pożądane może być zastąpienie emitowanego przez światłowód podstawowego modu gaussowskiego wiązką Bessela, która charakteryzuje się dłuższym zasięgiem Rayleigha. Zastosowanie takich wiązek może być bardzo korzystne np. przy manipulacji obiektami o mikroskopijnych rozmiarach z wykorzystaniem pęsety optycznej [Cabr06]. Wiązkę Bessela można wygenerować poprzez użycie specjalnej soczewki o stożkowym kształcie nazywanej axiconem. Parametry propagującej się wiązki zależą od kąta rozwarcia soczewki. Rysunek 1.2 przedstawia wyniki pracy [Cojo10], gdzie za pomocą fotolitografii 3D na czole jednomodowego światłowodu SM980 wyprodukowano stożkowe soczewki o różnych parametrach. Widać, że zmiana kąta rozwarcia jest ściśle związana ze strukturą wiązki opuszczającej włókno.



Rysunek 1.2: Zdjęcia SEM soczewek stożkowych o różnych kątach rozwarcia: 79° , 117° i 136° oraz kształty generowanych przez nie wiązek w zależności od odległości od czoła włókna [Cojo10].

Interesujące wyniki przedstawione są również w pracy [Will11], gdzie przedstawiono jak za pomocą jednej techniki (fotolitografii 3D) można na czole światłowodu wytworzyć struktury różnego typu. Rysunek 1.3 przedstawia zdjęcia SEM (z fałszywymi kolorami) zarówno pojedynczej soczewki, układu dwóch soczewek oraz kryształu fotonicznego typu woodpile¹.



Rysunek 1.3: Struktury różnego typu wytworzone na czole światłowodu przy pomocy fotolitografii 3D. Płasko-wypukła soczewka skupiająca (a), system składający się z soczewki rozpraszającej i skupiającej (b), struktura typu woodpile (c) [Will11].

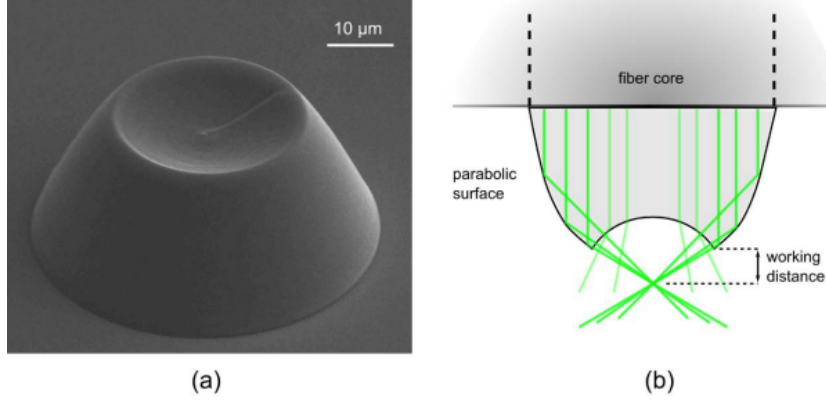
Więcej informacji na temat mikrosoczewek znaleźć można we wstępie do rozdziału 6.

- Obiektyw

W naukach medycznych światłowody często wykorzystywane są w tzw. technikach endoskopowych. Wymagają one dostarczenia światła do wnętrza badanego organizmu i zbadanie sygnału zwrotnego, np. fluorescencji. W standardowym przypadku w celu zarejestrowania obrazu wprowadza się wiązkę światłowodów jednomodowych, w której każde włókno odpowiada pojedynczemu punktowi — pikselowi. Wraz z rozwojem techniki pojawiały się kolejne,

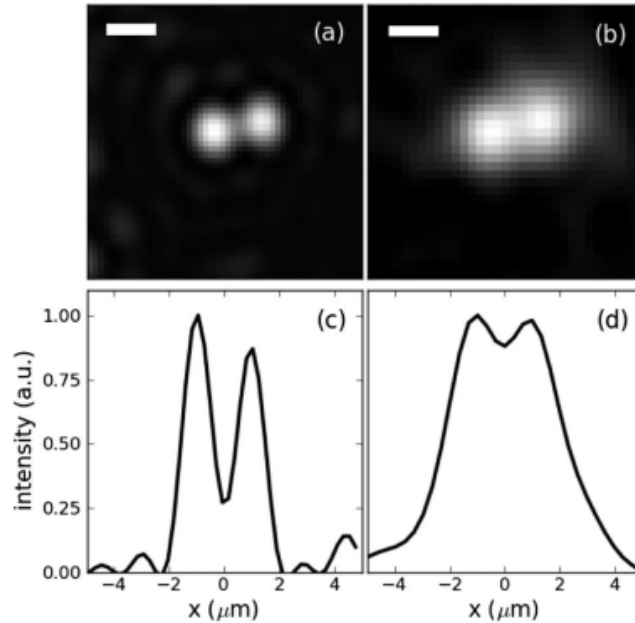
¹Woodpile jest strukturą, która, podobnie jak yablonovite, generuje przerwę fotoniczną dla odpowiedniego zakresu fal. Szczegółowy opis w [Serb04, Stau10].

analogiczne metody, które umożliwiają zastąpienie grupy włókien pojedynczym światłowodem wielomodowym. Rozdzielczość takich metod zależy w głównej mierze od apertury numerycznej wykorzystywanego włókna, która w standardowym przypadku nie przekracza 0,5. W pracy [Bian13] włoscy naukowcy wytworzyli paraboliczny mikroreflektor, który umożliwił niemal 5-krotne zwiększenie wartości apertury numerycznej.



Rysunek 1.4: Zdjęcie SEM mikroobiektywu (a) i schemat jego działania w obrazie optyki geometrycznej (b) [Bian13].

Obiektyw został wykonany przy użyciu fotolitografii 3D na czole światłowodu wielomodowego o aperturze numerycznej $NA = 0,22$. Strukturę oraz schemat jej działania przedstawia rys. 1.4. Ilość światła, która wpada do światłowodu jest zwiększona dzięki całkowitemu wewnętrznemu odbiciu na granicy powietrza i ścianek reflektora, które zapewnia ich paraboliczny kształt. Umożliwiło to zwiększenie apertury numerycznej światłowodu maksymalnie do wartości 0,93 oraz znaczne polepszenie rozdzielczości obrazowania fluorescencyjnego przy użyciu takiego włókna, co zaprezentowane jest na poniższym rysunku.



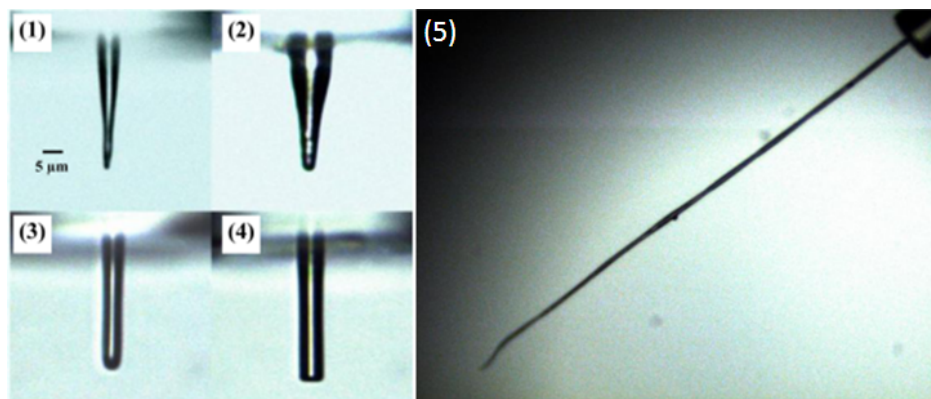
Rysunek 1.5: Fluorescencyjne obrazy polisterynowych sfer o średnicy $2 \mu m$ otrzymane przy użyciu światłowodu z mikroobiektywem (a,c) i bez niego (b, d) [Bian13].

- Pokrycie antyrefleksyjne

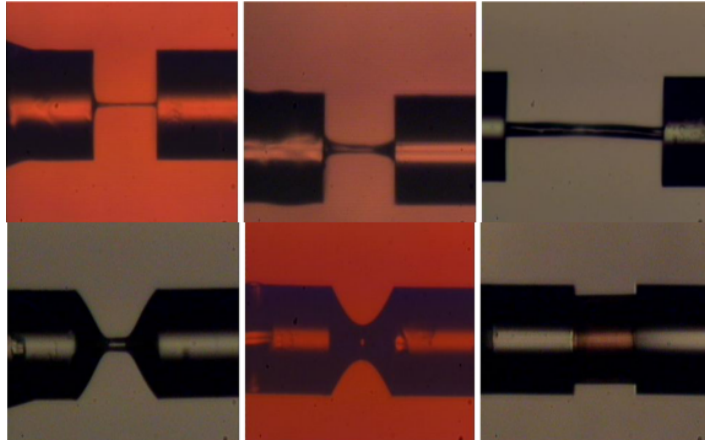
Bardzo ciekawa koncepcja została przedstawiona w pracy [Kana13]. Przy pomocy litografii typu nanoimprint (patrz paragraf 4.3.2.1) na czole światłowodu telekomunikacyjnego wyprodukowane zostało strukturalne pokrycie antyrefleksyjne. Eksperyment ten jest szczegółowo opisany w paragrafie 4.2.1.1.

- Falowód łączący dwa włókna

Pierwsze struktury zintegrowane z włóknem optycznym zostały wytworzone poprzez utwardzenie kropli fotorezystu pokrywającej czoło światłowodu. Fotopolimeryzacja była wywoływana przez wiązkę opuszczającą ten światłowód. Mimo upływu prawie 40 lat, ta sama technika pozwoliła francuskiej grupie badawczej na uzyskanie wielu interesujących rezultatów [Jrad08, Seda12, Jrad09]. Pokazano, że możliwa jest kontrola kształtu i wielkości wytwarzanej struktury poprzez niewielkie zmiany składu chemicznego rezystu oraz otoczenia lub zmianę parametrów wiązki wywołującej fotopolimeryzację. Porównanie różnych struktur przedstawia rys. 1.6; zaprezentowano tam również strukturę o milimetrowych rozmiarach (5). Wyprodukowanie tak dużego obiektu przy użyciu innych, opisanych w tym rozdziale technik mikrofabrykacji byłoby niezwykle czasochłonne lub wręcz niemożliwe. W tym przypadku wykorzystano zjawisko, które ze względu na swoją naturę nazwać można „polimerowym filamentem”. Zachowanie wiązki propagującej się w substancji światłoczułej jest analogiczne do tworzenia się kanału zjonizowanej materii pod wpływem rywalizacji dwóch przeciwstawnych procesów: samoogniskowania się silnego impulsu laserowego oraz jego rozpraszania na plazmie. Wiązka opuszczająca światłowód jest silnie rozbieżna i doznaje dyfrakcji w fotorezystyście, w którym włókno jest zanurzone. Z drugiej strony polimeryzacja rezystu powoduje zwiększenie współczynnika załamania, co prowadzi do ogniskowania wiązki. Jeśli te dwa efekty będą się nawzajem kompensować, możliwe jest otrzymanie regularnej struktury o dużych rozmiarach [Jrad09]. Francuscy naukowcy wykorzystali to zjawisko w celu połączenia dwóch włókien za pomocą polimerowego falowodu. Rysunek 1.7 przedstawia wytworzone struktury — ich kształt i wielkość kontrolowane były poprzez zmianę wspomnianych wyżej parametrów.



Rysunek 1.6: Zdjęcia struktur wytworzonych poprzez utwardzenie rezystu o wysokiej (1, 2) i niskiej absorpcji (3, 4) w otoczeniu powietrza (1, 3) i argonu (2, 4). Struktura o długości 1,26 mm wydrukowana na czole włókna (5) [Jrad08].

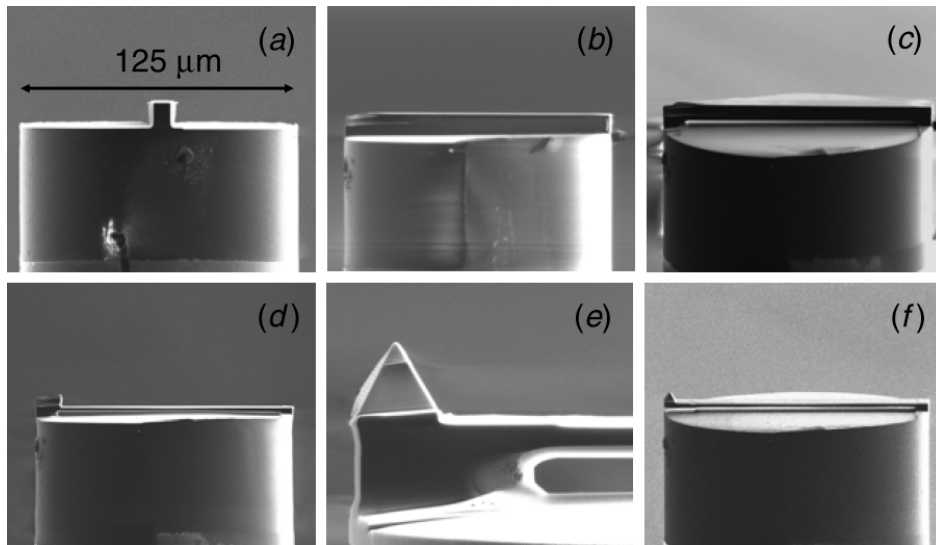


Rysunek 1.7: Zdjęcia światłowodów połączonych polimerowymi falowodami o różnej formie [Jrad08].

Warto zaznaczyć, że opisana technika pozwoliła na wyprodukowanie wielu innych struktur o ważnych zastosowaniach jak np. sonda do mikroskopu SNOM [Seda12], czy refraktometr [Fraz09].

- Mikrodźwignia

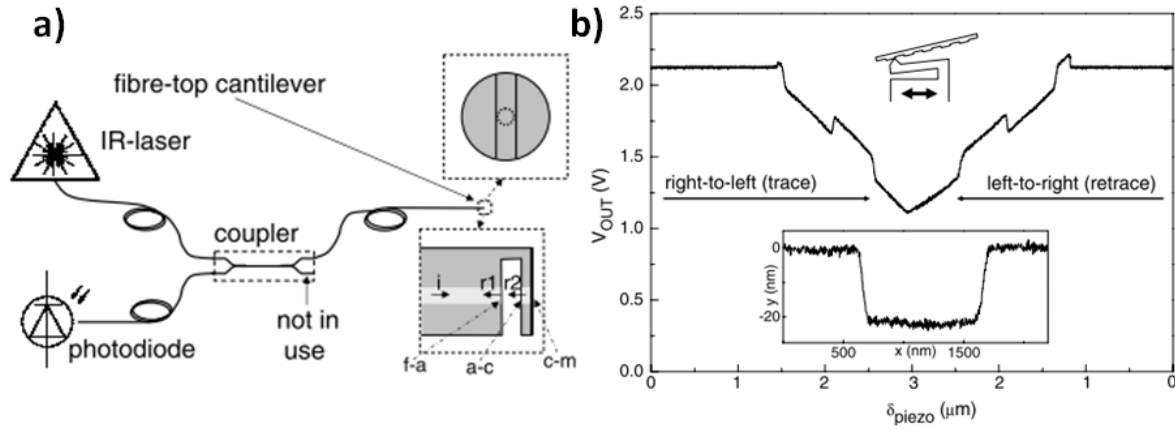
W jednej z prac holenderscy naukowcy proponują wytworzenie na czubku jednomodowego włókna światłowodowego mikrodźwigni, która może służyć do niezwykle dokładnych pomiarów małych sił, kształtu powierzchni oraz detekcji różnych materiałów [Iann07]. Schemat wytwarzania mikrodźwigni (grubość $3,7\ \mu\text{m}$, szerokość $14\ \mu\text{m}$, długość $112\ \mu\text{m}$) na czole światłowodu SMF-28 przedstawia rys. 1.8. Za pomocą zogniskowanej wiązki jonów wycinany jest pręt umieszczony na dwóch przeciwnych wspornikach (a-c). Następnie jest on pocieniany, a na jednym z końców wycięta zostaje piramidalna struktura, która może działać jako sonda przy analizie powierzchni (c-e). W ostatnim kroku wspornik znajdujący się pod sondą zostaje usunięty (f).



Rysunek 1.8: Schemat wytwarzania mikrodźwigni [Iann07].

Tak wykonana dźwignia może poruszać się w pewnym ograniczonym zakresie. Koncepcja pomiarów opiera się na kontakcie dźwigni z daną powierzchnią, a następnie odczytaniu wielkości wychylenia. Układ pomiarowy przedstawiony jest na rys. 1.9(a) i bazuje na interferencji trzech wiązek ($\lambda = 1310 \text{ nm}$): odbitej na granicy powierzchni włókno - powietrze (f-a), powietrze - dźwignia (a-c) i dźwignia - metal (c-m). W celu zwiększenia odbicia od powierzchni dźwigni jest ona pokrywana cienką warstwą srebra w procesie osadzania z fazy gazowej. Pokrywana jest oczywiście cała końcówka włókna, jednakże umieszczona nad rdzeniem dźwignia działa jak maska uniemożliwiając osadzenie się tam metalu. Sygnał interferencyjny odczytywany na fotodiodzie W umożliwia następnie odzyskanie wartości wychylenia d z nanometrową dokładnością. Sygnał W zależy od średniej wartości (między maksimum i minimum sygnału interferencyjnego) natężenia W_0 , widzialności prążków V , drogi optycznej między czołem włókna a dźwignią nd oraz stałej zależnej od geometrii urządzenia ϕ .

$$W = W_0 \left[1 - V \cos \left(\frac{4\pi nd}{\lambda} + \phi \right) \right] \quad (1.1)$$



Rysunek 1.9: Schemat układu pomiarowego umożliwiającego odczyt wychylenia dźwigni (a). Wyniki kalibracji światłowodowego mikroskopu sił atomowych na przykładzie pochyłonej, prostokątnej siatki oraz pomiar kształtu jej powierzchni (b) [Iann07].

Przy pomocy opisanego układu możliwe było wykonanie światłowodowego mikroskopu sił atomowych, w którym piramidalna struktura działała jako sonda badająca daną powierzchnię. Wyniki pomiarów wykonanych przy użyciu takiego urządzenia przedstawia rys. 1.9(b). Pozycja włókna była precyzyjnie kontrolowana przy użyciu stolika piezo co w połączeniu z interferometryczną dokładnością metody pozwoliło na uzyskanie rozdzielczości rzędu 1 nm.

Zostało zaproponowane jeszcze jedno zastosowanie opisanego wynalazku: dźwignia została pokryta warstwą palladu, która zwiększa swoje rozmiary w procesie absorpcji wodoru. Odczytywany sygnał będzie więc zależeć od otoczenia, co otwiera szerokie możliwości detekcji chemicznych związków.

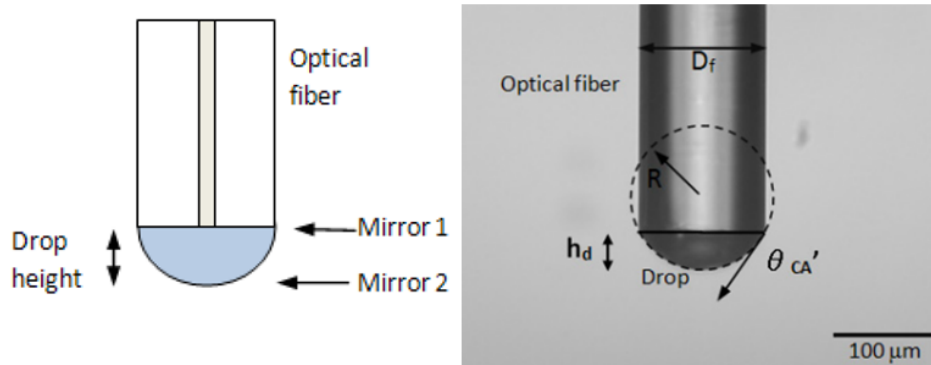
- Refraktometr

Idea wycięcia w światłowodzie opisanej powyżej dźwigni okazała się bardzo interesująca i na jej podstawie holenderska grupa opublikowała kilkanaście prac, w których opisuje różne wariacje tego eksperymentu, ich wyniki i potencjalne zastosowania. Jednym z nich jest pomysł wykorzystania takiego włókna jako refraktometru [Albe09]. W przypadku światłowodowego

mikroskopu, zmiana pozycji dźwigni odzyskiwana była ze wzoru 1.1, przy założeniu, że współczynnik załamania powietrza jest równy 1 (droga optyczna równa faktycznej odległości między dwoma powierzchniami). Współczynnik załamania zmienia się, jeśli włókno zostanie zanurzone w badanej cieczy bądź gazie i substancja ta wypełni przestrzeń między czołem światłowodu a dźwignią. W przypadku gdy znana jest kalibracyjna wartość sygnału dla powietrza (bądź innego materiału o znanych własnościach dyspersyjnych) w tej samej pozycji dźwigni, możliwe jest odzyskanie współczynnik załamania ośrodka. Jak widać, ruchomość dźwigni nie jest tu konieczna, co więcej, może ona zaburzać wyniki, dlatego w przypadku refraktometru drugi wspornik nie jest usuwany. Dokładność określania współczynnika załamania przy użyciu opisanego refraktometru wynosi $1,8 \times 10^{-5}$.

- Interferometryczna analiza napięcia powierzchniowego

Podobny pomysł, bazujący na interferencji wiązek odbitych od różnych powierzchni został wykorzystany w celu badania napięcia powierzchniowego charakterystycznego dla danych cieczy [Marq14]. W tej pracy przeprowadzono analizę struktury kropli, które tworzą ciecz na końcu włókna światłowodowego. Włókno było zanurzone w badanej cieczy i znajdowana była wysokość kropli h_d , która, jak widać na rys. 1.10, jest ściśle związana z promieniem krzywizny, a ten z kolei z napięciem powierzchniowym. Jego wartość była więc odzyskiwana z wysokości kropli, która była znajdowana poprzez analizę sygnału pochodzącego od interferencji wiązek odbitych na dwóch granicach ośrodków: włókno - ciecz i ciecz - powietrze.



Rysunek 1.10: Interferencja wiązek odbitych na granicy włókno - ciecz i ciecz - powietrze umożliwia znalezienie wysokości kropli utworzonej na końcu światłowodu, co w konsekwencji pozwala na analizę napięcia powierzchniowego danej substancji. [Marq14]

Opisany w ostatnim punkcie eksperyment wyróżnia się spośród pozostałych, ponieważ nie wymaga wyprodukowania struktury na czubku włókna „na stałe“, a jedynie czasowego pokrycia go kroplą (którą trudno nazywać strukturą). Standardowe mikrostruktury optyczne w zależności od potrzeb mogą być wytwarzane za pomocą różnych technik takich jak litografia elektronowa [Pras03], trawienie chemiczne [Tan09] lub wiązką szybkich jonów [Iann07], litografia typu nanoimprint [Kana13], czy wreszcie fotolitografia 3D [Will11]. Szczególnie istotna jest ostatnia metoda, ponieważ to właśnie ona była wykorzystywana w eksperymentach wykonanych w ramach tej pracy. Z tego względu zasadne wydaje się być jej szczegółowe opisanie, zamieszczone w kolejnym rozdziale.

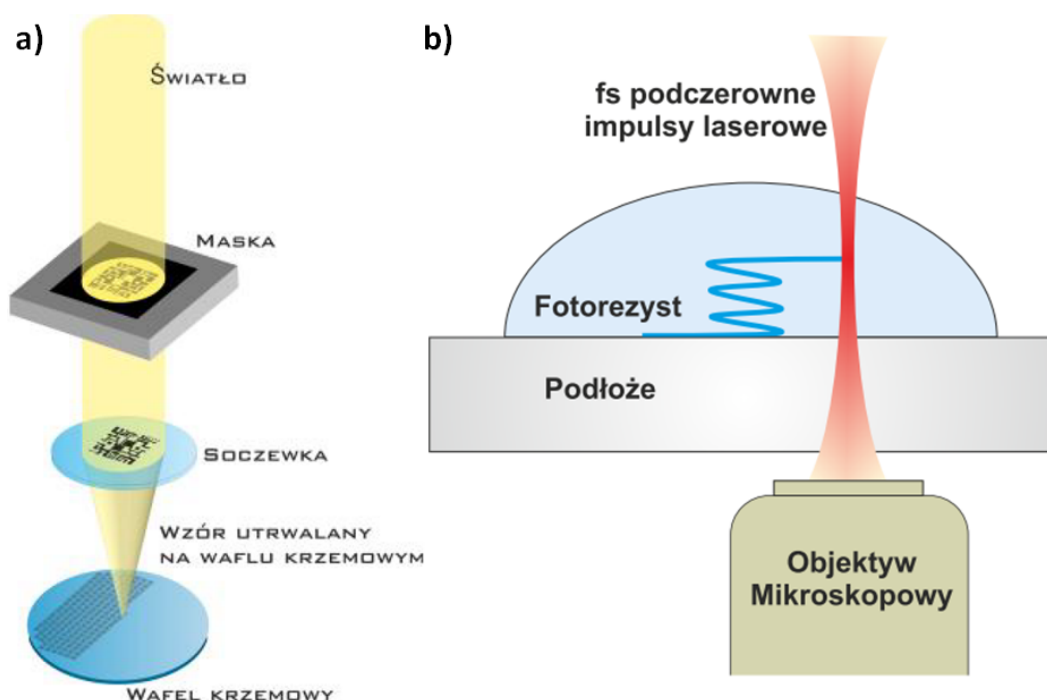
Rozdział 2

Fotolitografia 3D

Kiedy w XVII wieku rozwinęła się technika mikroskopów optycznych, ku przerażeniu ogółu odkryto, że w środowisku niemal wszędzie obecne są bakterie i inne mikroorganizmy. Wcześniej były one nieznane, ponieważ ich rozmiary nie pozwalały na bezpośrednią obserwację. W dzisiejszych czasach, w dobie powszechnej miniaturyzacji nikogo już nie dziwi, że wiele produktów zawiera elementy zbyt małe, by mogły być dostrzegalne nie tylko gołym okiem, ale również przy użyciu optycznych urządzeń powiększających. W szczególności jest tak w przypadku elektronicznych układów scalonych: im więcej tranzystorów umieścić można na danej powierzchni, tym większą mocą obliczeniową można mieć komputer. Obecnie na rynek wprowadzana jest tzw. technologia 14 nm, co odpowiada połowie odległości między identycznymi elementami układu [Wiki]. W celu wytwarzania tak małych elementów powstało wiele różnych technik, a jedną z najczęściej wykorzystywanych jest fotolitografia.

Zasada działania standardowej fotolitografii jest przedstawiona na rys. 2.1(a): na specjalne podłoże (często krzemowe, np. przy wytwarzaniu układów scalonych) nakładana jest warstwa fotorezystu. Jest to materiał, który pod wpływem absorpcji światła o konkretnej długości fali i natężeniu ulega fotopolimeryzacji, czyli zmianie pewnych właściwości, co w kolejnym kroku umożliwia selektywne usunięcie części substancji. Wyróżniamy dwa typy fotorezystów: negatywowy i pozytywowy. Rezyst negatywowy jest zazwyczaj substancją ciekłą, która pod wpływem światła utwardza się, dzięki czemu w procesie wywoływania usunięta zostaje jedynie część nienaświetlona. Rezyst pozytywowy, przeciwnie, umożliwia selektywne usuwanie fragmentów naświetlonych. Standardowa fotolitografia polega na wykorzystaniu specjalnej, częściowo przepuszczalnej maski, która odpowiada wzorowi, jaki ma zostać wytworzony. Przez maskę transmitowana jest wiązka światła, która jest następnie utrwalana w substancji światłoczułej. W celu otrzymania struktury o mniejszych rozmiarach niż maska, możliwe jest zastosowanie soczewki ogniskującej jej obraz na powierzchni rezystu. W ten sposób możliwe jest utrwalenie praktycznie dowolnego, dwuwymiarowego wzoru zadanego przez używaną maskę z odpowiednim pomniejszeniem określonym przez zdolność skupiającą soczewki.

Fotolitografia 3D, jak sama nazwa wskazuje, umożliwia wytwarzanie elementów nie tylko dwuwymiarowych, ale również objętościowych. Ten krok wymaga jednak diametralnej zmiany koncepcji procesu i z tego powodu bardziej odpowiednia wydaje się być inna, również często używana nazwa, czyli bezpośredni druk laserowy (DLW — Direct Laser Writing). Koncepcję procesu przedstawia rys. 2.1(b).



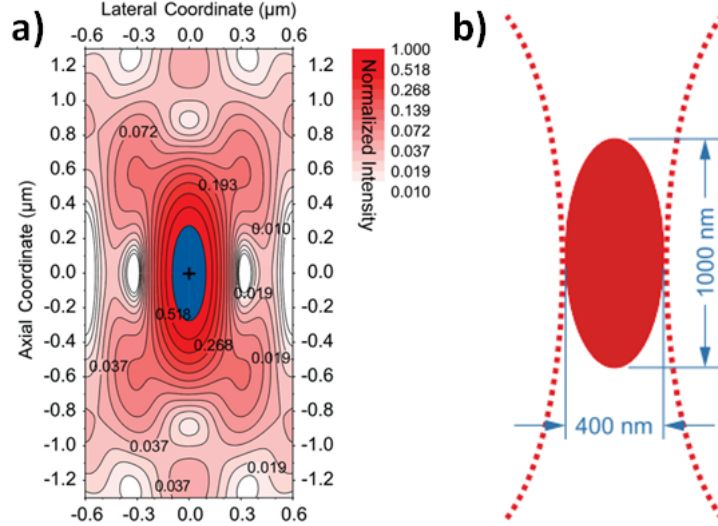
Rysunek 2.1: Idea procesu fotolitografii (a) [Pclab] i bezpośredniego druku laserowego, czyli fotolitografii 3D (b)

Na podłoże (zazwyczaj szklane; musi być przezroczyste dla podczerwieni) nałożony zostaje fotorezyst, który absorbuje światło z zakresu UV. Przy pomocy obiektywu mikroskopowego (lub innego elementu skupiającego, np. soczewki) wewnątrz substancji światłoczułej skupiana jest wiązka podczerwonych impulsów femtosekundowych. Ponieważ długość fali światła wiązki jest zbyt duża, nie jest ona zaabsorbowana. Jednakże ze względu na bardzo krótki czas trwania pojedynczego impulsu oraz małe rozmiary przestrzenne, w obszarze ogniska uzyskiwane jest bardzo wysokie natężenie. W konsekwencji możliwy jest proces absorpcji dwufotonowej (jako proces drugiego rzędu jest on pomijalny przy niskim natężeniu), kiedy dwa fotony pochłaniane są jednocześnie. Jeśli długość fali fotonów podstawowej wiązki jest tak dobrana, aby rezyst mógł pochłoniąć światło w procesie absorpcji dwufotonowej, możliwa jest jego fotopolimeryzacja. Struktury wytwarzane są poprzez naświetlanie wybranych fragmentów wewnątrz rezystu, a zatem konieczna jest kontrola względnego położenia ogniska wiązki i próbki. Zazwyczaj zmieniana jest pozycja próbki przy nieruchomej wiązce, która pozwala na wykonanie trójwymiarowych obiektów. Jak widać, nazwa bezpośredni druk laserowy doskonale oddaje ideę powyższej metody.

2.1. Voxel

Najmniejszą objętość, jaką można utwardzić przy danych parametrach układu nazwano vxelem. Odpowiada on pojedynczemu punktowi druku, stąd nazwa pochodząca od piksela. Ze względu na swoją naturę jego kształt będzie odpowiadał strukturze rozkładu natężenia światła w ognisku wiązki, które w przypadku wiązek gaussowskich ma w przybliżeniu formę elipsy (rys. 2.2). Forma voxela jest zatem ściśle związana z wiązką: jego kształt jest eliptyczny, lecz jego minimalne rozmiary w ogólności nie są zdefiniowane przez ograniczenie dyfrakcyjne. Określa ono do jakich najmniejszych rozmiarów można skupić światło o danej długości fali.

W przypadku fotopolimeryzacji rozmiary ogniska nie są jednak kluczowe — proces ten zajdzie tylko w przypadku, gdy natężenie światła przekroczy konkretną wartość progową, charakterystyczną dla każdego rezystu. Poprzez zmianę natężenia światła laserowego można zatem kontrolować wielkość utwardzonego punktu przy pojedynczej ekspozycji. Rozmiary najmniejszego punktu, a więc wielkość szczegółu, w ogólności zależą od kilku czynników takich jak: moc lasera, powiększenie obiektywu, czas ekspozycji rezystu i jego rodzaj.

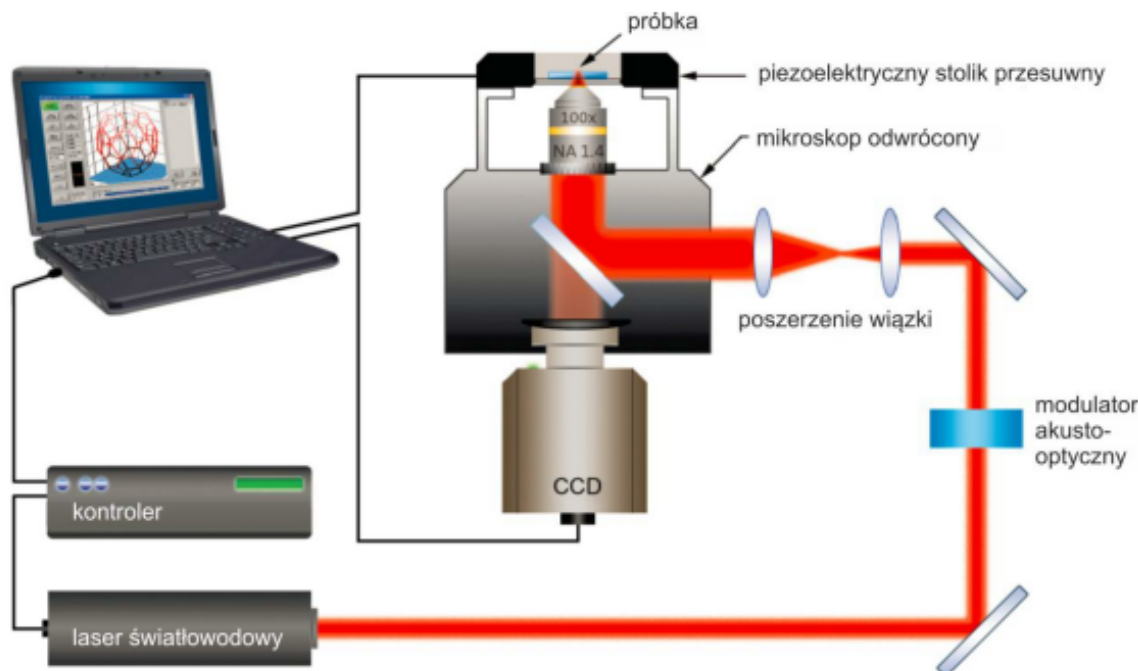


Rysunek 2.2: Struktura natężenia w ognisku gaussowskiej wiązki; na niebiesko zaznaczony obszar, w którym natężenie jest na tyle wysokie, że umożliwia proces fotopolimeryzacji [Rill10]. Schemat pojedynczego punktu druku — voxela. Wymiary charakterystyczne dla używanego układu.

2.2. Photonic Professional

Wykorzystywany w tej pracy układ Photonic Professional jest komercyjnym urządzeniem wyprodukowanym przez niemiecką firmę Nanoscribe, które umożliwia bezpośredni druk laserowy. Jego schemat przedstawia rys. 2.3. Jako źródło podczerwonych impulsów femtosekundowych wykorzystywany jest laser światłowodowy ($\lambda_0 = 780 \text{ nm}$, $\tau_{\text{impulsu}} = 150 \text{ fs}$, $P = 45 \text{ mW}$, $f_{\text{rep}} = 100 \text{ MHz}$). Wiązka ogniskowana jest przez imersyjny obiektyw mikroskopowy o powiększeniu $\times 100$ (Zeiss, odległość robocza $170 \mu\text{m}$, apertura numeryczna $NA = 1,4$) lub $\times 63$ (Zeiss, odległość robocza $750 \mu\text{m}$, apertura numeryczna $NA = 0,75$) na próbce, która umieszczona jest na stoliku piezoelektrycznym. Zarówno stolik, jak i laser połączone są z komputerem, za pomocą którego możliwa jest kontrola ich parametrów. Proces druku jest całkowicie zautomatyzowany poprzez wykorzystanie aplikacji Nanowrite sterującej urządzeniem. Projekt struktury ładowany jest do programu poprzez specjalny skrypt zawierający współrzędne punktów, które mają zostać naświetlone i połączone. Skrypt zawiera również wartości parametrów kontrolnych takich jak moc lasera, prędkość druku etc. Możliwe jest także wybranie jednego z trzech trybów zawierających zdefiniowane wartości wszystkich istotnych parametrów. Tryby *PerfectShapeQuality*, *PerfectShapeIntermediate* i *PerfectShapeFast* balansują między jakością wykonania struktury a skróceniem czasu druku. Aplikacja realizuje druk poprzez kontrolę mocy lasera oraz zmianę pozycji stolika piezoelektrycznego, na którym zamocowana jest próbka. Nad próbką zamocowana jest niepowodująca fotopolimeryzacji dioda LED (nie zaznaczona na rysunku), która umożliwia obserwację próbki poprzez

obrazowanie jej za pomocą obiektywu na matrycy kamery CCD.



Rysunek 2.3: Schemat układu Photonic Professional firmy Nanoscribe [Nano].

Jako materiał światłoczuły wykorzystywany był rezyst IP-L (Nanoscribe). Jest on przezroczysty dla długości fali światła używanego lasera (780 nm), lecz może je absorbować w procesie dwufotonowym (390 nm). Przy eksperymentach przeprowadzonych w niniejszej pracy bardzo istotna była znajomość zależności dyspersyjnej $n(\lambda)$ używanego rezystu. W pracy [Nawr12] podane zostały wyniki badań przeprowadzonych w Instytucie Optyki Stosowanej, istnieją jednak powody żeby uważać je za błędne. Od firmy Nanoscribe otrzymano wartości współczynnika załamania odpowiadające ciekłemu (1,479) i utwardzonemu rezystowi (1,5) dla długości fali światła $\lambda = 780 \text{ nm}$. Wartości te są sprzeczne ze wspomnianymi wynikami.¹ Ze względu na brak innych, wiarygodnych danych dotyczących relacji dyspersyjnej IP-L w tej pracy przyjęto wartość $n = 1,5$ niezależnie od długości fali.

Wszystkie struktury wytworzone w ramach tej pracy zostały wydrukowane przy użyciu rezystu IP-L, obiektywu z powiększeniem $\times 100$ i ustawień *PerfectShapeQuality*. Wymiary voxela dla takiej konfiguracji przedstawia rys. 2.2(b). Więcej szczegółów dotyczących fotolitografii 3D, opisanego układu oraz jego możliwości znaleźć można w [Nawr12, Rill10].

Opisany układ pozwala zatem na otrzymanie obiektów o rozmiarze najmniejszego szczegółu równym 420 nm (grubość linii) i o wysokości nie przekraczającej $170 \mu\text{m}$ (ze względu na ograniczoną odległość roboczą obiektywu). Z powodu wielkości voxela niemożliwe jest wytwarzanie skomplikowanych, submikronowych elementów i w tym celu dużo lepszym wyborem będzie np. litografia elektronowa pozwalająca na druk linii o grubości pojedynczych nanometrów [Vieu00]. Z drugiej strony, druk objętościowych struktur o dużych rozmiarach ($> 100 \mu\text{m}$) przy użyciu Photonic Professional jest bardzo czasochłonny i wymaga co najmniej kilkudziesięciu godzin. Z tego względu głównym przeznaczeniem używanego układu staje się wytwarzanie obiektów o rozmiarach rzędu kilku do kilkudziesięciu mikrometrów. Wydaje się

¹ Istnieje podejrzenie, że kształt krzywej może być poprawny i jest ona jedynie przesunięta w stronę wyższych wartości.

on być więc idealnym kandydatem do wytwarzania optycznych mikrostruktur na czole światłowodu, którego charakterystyczne rozmiary są właśnie tego rzędu: średnica standardowego jednomodowego włókna w zakresie światła widzialnego i podczerwieni wynosi ok. $125\ \mu m$, natomiast średnica rdzenia wynosi kilka mikronów. Z tego powodu zdecydowano się na opracowanie techniki bezpośredniego druku na włóknie, która jest szczegółowo opisana w kolejnym rozdziale i stanowi bazę całej pracy.

Rozdział 3

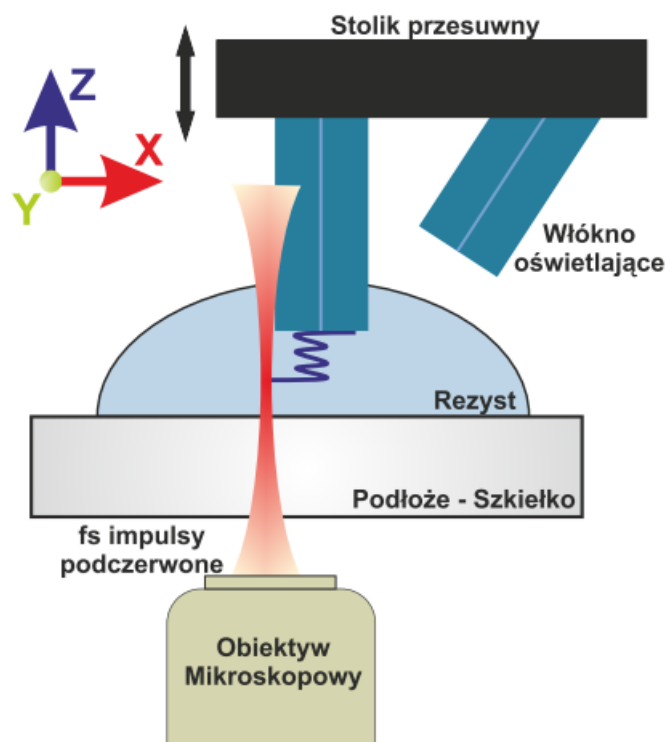
Technologia druku na włóknie

W tym rozdziale opisana została technologia wytwarzania mikrostruktur na powierzchni czoła włókna światłowodowego przy użyciu opisanej w poprzednim rozdziale techniki fotolitografii 3D. Przedstawiona jest modyfikacja układu Photonic Professional umożliwiająca cały proces i jego procedura (szczegółowo opisana też w Dodatku A). Następnie opisane zostaną trudności eksperymentalne i to w jaki sposób ich wpływ na końcowe wyniki może zostać zminimalizowany.

3.1. Układ doświadczalny

Aby umożliwić druk laserowy bezpośrednio na czołe włókna światłowodowego konieczne jest użycie jego powierzchni jako podłoża w tym procesie (patrz rys. 2.1). W tym celu ucięty światłowód musi zostać precyzyjnie wprowadzony do kropli substancji światłoczułej, prostopadle do powierzchni szkła. Konieczne jest określenie jego pozycji zarówno w płaszczyźnie XY, jak i w osi Z. Kiedy znana jest pozycja powierzchni światłowód - rezyst możliwe jest przeprowadzenie standardowej procedury druku 3D. Jedyną różnicą jest wybór odwrotnego kierunku druku (od góry do dołu), aby struktura została poprawnie zintegrowana z włóknem.

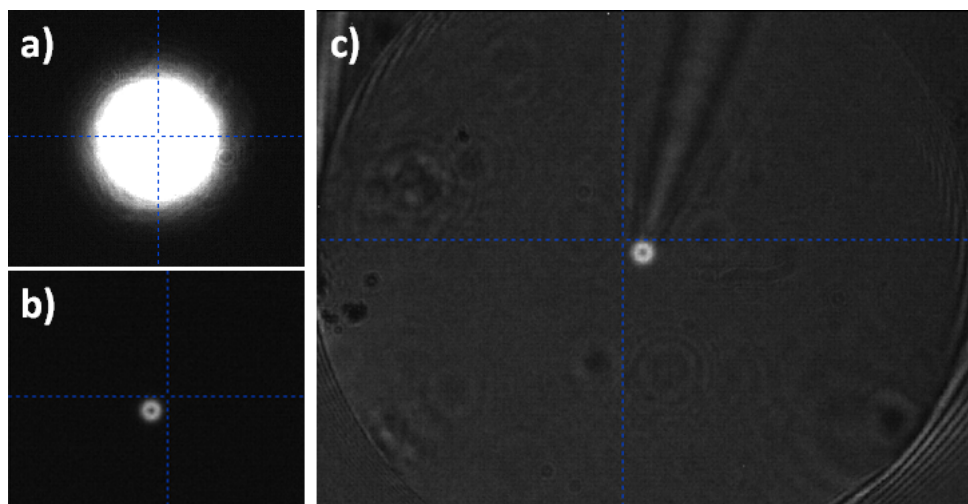
Światłowód montowany jest w specjalnym uchwycie, który z kolei zamocowany jest w linowym stoliku przesuwym o mikrometrowej dokładności Optosigma (model 123-0825). W celu zainstalowania stolika w układzie Photonic Professional konieczne jest zastąpienie szufladki Nanoscribe jej kopią z gwintowanymi otworami umożliwiającymi integrację ze stolikiem. Kasetka ma jeden otwór pozwalający na zamocowanie próbki, a jego odległość od gwintów została tak dobrana, aby zamocowany światłowód znajdował się nad jej środkiem. Ponieważ światłowód wprowadzany jest przy pomocy stolika od góry, konieczne jest wcześniejsze usunięcie z układu czerwonej diody LED, która oświetlając próbkę umożliwia jej podgląd na kamerze. Uproszczony schemat układ przedstawiony jest na rys. 3.1.



Rysunek 3.1: Uproszczony schemat układu umożliwiającego druk na czole włókna światłowodowego (bez zachowania proporcji).

3.2. Procedura druku DLW

Pozycja włókna w kropli może zostać określona przy użyciu kamery CCD układu Photonic Professional. Jak zostało to opisane, z układu wymontowana została dioda oświetlająca, dlatego aby umożliwić obrazowanie włókna konieczne było użycie go jednocześnie jako źródła światła. W tym celu do światłowodu wprzęgnięte zostało światło czerwonej diody LED (niepowodujące polimeryzacji rezystu). Użycie światła laserowego jest niezalecane ze względu na efekty interferencyjne utrudniające obrazowanie. Kiedy koniec światłowodu jest umieszczony w dużej odległości od obiektywu na kamerze widoczna będzie plamka światła odpowiadająca rdzeniowi, lecz większa ze względu na poszerzenie wiązki po opuszczeniu włókna (rys. 3.2(a)). Włókno znajdowane jest poprzez skanowanie próbki w osiach XY, dlatego duże rozmiary plamki ułatwiają jego identyfikację. Następnie światłowód opuszczany jest przy użyciu stolika przesuwneho, aż plamka rdzenia osiągnie najmniejszy możliwy rozmiar (rys. 3.2(b)). Wówczas powierzchnia włókna znajduje się w ognisku obiektywu, a jego obraz powinien być ostry. Aby na kamerze widoczna była cała powierzchnia czoła światłowodu oraz sama próbka, w uchwycie zamocowano drugie włókno, do którego również zostało wprzęgnięte światło czerwonej diody LED. Światłowód oświetlający zamocowany jest powyżej i pod kątem w stosunku do włókna, na którego czole ma być przeprowadzony druk (światłowód roboczy), aby oświetlać całą jego powierzchnię (patrz rys. 3.1). Rysunek 3.2 przedstawia obraz powierzchni światłowodu.



Rysunek 3.2: Obrazy z kamery CCD. Światło wychodzące ze rdzenia światłowodu znajdującego się w dużej odległości od ogniska obiektywu (a). Obiektyw zogniskowany na powierzchni włókna (rdzeń) (b). Ostry obraz całej powierzchni włókna (c).

Kiedy zidentyfikowana zostanie pozycja włókna w osi XY, konieczne jest określenie pozycji Z powierzchni czoła, czyli pozycja styku włókna z rezystem. Tak samo jak przy standardowym druku na szkiełku używana jest opcja automatycznego znajdowania powierzchni *Find Interface* (system Definite Focus, Zeiss). Jednakże w przypadku powierzchni światłowód - rezyst, sygnał używany do określenia pozycji jest dużo słabszy, co powoduje odpowiednio mniejszą dokładność tej metody. Problem jest szczegółowo opisany w paragrafie 3.3.1. Po ustaleniu pozycji startowej we wszystkich osiach możliwe jest przeprowadzenie procesu drukowania według standardowej procedury. Po zakończeniu druku światłowód roboczy jest umieszczany we fiolce wypełnionej 2-propanolem w celu usunięcia nienaświetlonego rezystu. W standardowym przypadku struktur wytworzonych na szkiełku zalecany czas wywoływania to ok. 20 minut; ze względu na dużo mniejszą ilość ciekłego rezystu można ten czas skrócić do ok. 3 minut. Po wyciągnięciu z propanolu suszenie włókna nie jest konieczne.

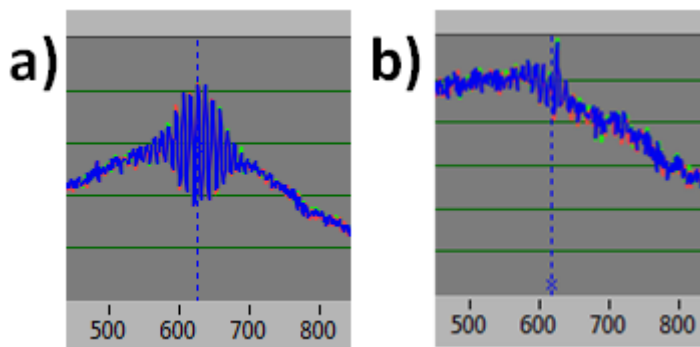
3.3. Wyzwania eksperymentalne

W procesie wytwarzania mikrostruktur fotonicznych bardzo istotna jest ich optyczna jakość oraz zgodność parametrów wykonanych obiektów z zaprojektowanymi. Nawet najmniejsze odstępstwa od optymalnych wartości mogą powodować całkowitą zmianę właściwości struktury (np. zakres częstotliwości, dla których zachodzi pożądaný efekt [Serb04, Kowa14]). Dlatego bardzo istotne jest zarówno zdefiniowanie możliwości aparatury (rozdzielczość), jak i zminimalizowanie wpływu efektów, które powodują zaburzenia w procesie trójwymiarowego druku. W tym paragrafie opisane zostały trzy poważne trudności eksperymentalne, które uniemożliwiają wierne odtworzenie zaprojektowanych struktur. Przedstawione są również sposoby zredukowania ich wpływu i końcowe wyniki.

3.3.1. Określenie pozycji włókna

Jak zostało to nadmienione w poprzednim paragrafie, działanie funkcji *Find Interface* w przypadku druku na światłowodzie nie jest zadowalające. Rysunek 3.3 przedstawia porównanie sygnałów w przypadku powierzchni szkło - rezyst (a) i włókno - rezyst (b). Może być to

spowodowane małym rozmiarem włókna (ok. $125\ \mu\text{m}$). Nie wydaje się aby było to konsekwencją mniejszej różnicy współczynników załamania między rezystem a podłożem, gdyż są one w obu przypadkach porównywalne. Współczynnik załamania używanych szkiełek wynosi ok. 1,511, płaszcz światłowodu HP-780 ok. 1,453, natomiast rezystu ok. 1,479. Wszystkie wartości podane są dla długości fali 780 nm.



Rysunek 3.3: Sygnały powierzchni funkcji *Find Interface*. Sygnał odpowiadający stykowi szkiełko - rezyst (a). Dużo słabszy sygnał odpowiadający stykowi włókno-rezyst (b).

Ze względu na niski stosunek sygnału do szumu określenie pozycji powierzchni włókna w osi Z obarczone jest stosunkowo dużym błędem, a niekiedy jest wręcz niemożliwe. Została opracowana procedura, która zwiększa dokładność pozycjonowania — jest ona opisana w Dodatku A. Dokładność metody wynosi ok. $\pm 200\ \text{nm}$, co niestety nie jest zadowalającym wynikiem — szczególnie w przypadkach, gdy wysokość struktury jest kluczowym parametrem lub gdy struktura ma rozmiary tego rzędu. W konsekwencji podjęto próbę określania pozycji Z za pomocą drukowania testowych linii. Rozpoczęto od rysowania linii „zbyt głęboko” — ognisko obiektywu wypada wewnątrz włókna, dzięki czemu nie może dojść do polimeryzacji rezystu. Każda kolejna linia drukowana jest z coraz mniejszą wartością pozycji Z — współrzędna pierwszej widocznej linii wyznacza pozycję powierzchni. Niestety, ze względu na niedostateczną jakość obrazu próbki z kamery bardzo trudno jednoznacznie określić, dla jakiej najwyższej pozycji zachodzi fotopolimeryzacja. Z powodu stwierdzenia braku powtarzalności wyników zdecydowano się pozostać przy stosowaniu funkcji *Find Interface*. W przypadkach, gdy kluczowe jest precyzyjne określenie pozycji styku podłoże - rezyst ze względu na niedostateczną dokładność tej metody, konieczne wydaje się stosowanie czasochłonnej metody prób i błędów. Rozwiązanie tego problemu w znaczny sposób poprawiłoby efektywność procesu i jakość samych struktur, dlatego powinien to być jeden z ważniejszych elementów, nad którymi należałoby się skupić w dalszych pracach.

W przypadku gdy powierzchnia czoła światłowodu nie jest idealnie prostopadła do osi Z układu (patrz paragraf 3.3.3) konieczne staje się sprecyzowanie działania funkcji *Find Interface*, a konkretnie współrzędnych punktu, w którym szukana jest pozycja. Intuicyjnym wyborem jest startowy punkt druku, jednakże analiza wykazała, że w rzeczywistości znajdowana jest pozycja punktu położonego ok. $45\ \mu\text{m}$ poniżej startowej współrzędnej Y.

3.3.2. Ruch włókna

W literaturze dotyczącej druku laserowego na czole światłowodu można znaleźć sugestię, że w przypadku użycia ciekłych substancji światłoczułych może być obecny problem ruchu włókna w trakcie procesu drukowania [Will11]. Jakikolwiek zmiany położenia światłowodu zaburzałyby strukturę wytwarzanych obiektów, a w przypadku bardziej skomplikowanych form

wymagających dłuższego czasu drukowania mogłyby całkowicie uniemożliwić osiągnięcie zamierzonych efektów. Dlatego niezwykle istotne było zdiagnozowanie ewentualnych przyczyn niepożądanych ruchów i ich redukcję.

W trakcie początkowych prób zaobserwowano zarówno przesunięcia w płaszczyźnie XY, jak i w osi pionowej.

3.3.2.1. Przesunięcie w osi XY

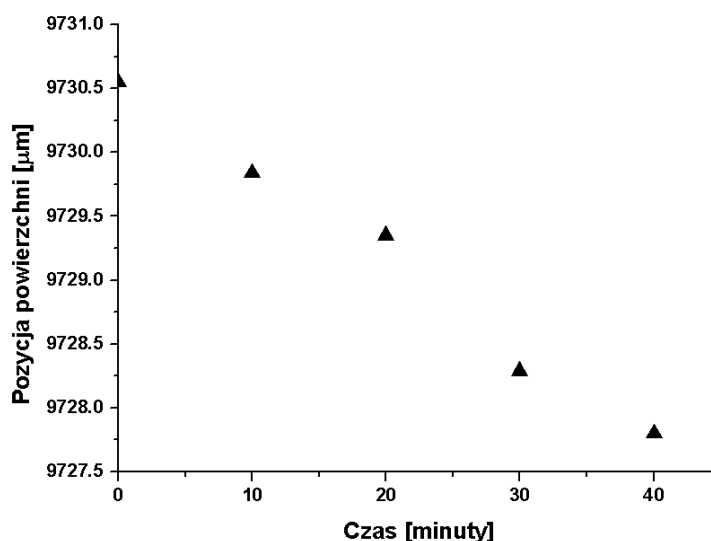
W płaszczyźnie horyzontalnej wartość dryfu między kolejnymi próbami zmieniała się od ok. $1 \mu m/min$ do zera (nieruchome włókno). Zauważono, że wielkość dryfu ma ścisły związek ze sposobem zamocowaniem włókna w uchwycie. Aby zminimalizować niepożądany ruch konieczne jest:

- Ustawienie włókna w taki sposób, aby możliwie najmniejsza część wystawała z uchwytu w kierunku próbki (zmniejszenie „dźwigni“).
- Umieszczenie na całej długości rowka uchwytu światłowodu bez zdjętej osłonki (usunięcie potencjalnych luzów).
- Mocne zaciśnięcie uchwytu.

Przy spełnieniu powyższych warunków światłowód jest całkowicie stabilny w tej płaszczyźnie.

3.3.2.2. Przesunięcie w osi Z

Sposób mocowania włókna nie spowodował jednak zmniejszenia jego ruchu w osi pionowej. Obserwacje pokazują, że w początkowej fazie (po umieszczeniu zamocowanego światłowodu w próbce) włókno zawsze wykazuje tendencję do 'płynięcia' w dół. Przy kolejnych pomiarach prędkości tego ruchu nie zanotowano istotnej powtarzalności: wartości różniły od ok. $1 \frac{\mu m}{min}$ do setnych części mikrometra na minutę (kilkugodzinne pomiary). Rysunek 3.4 przedstawia przykładowy wykres zmian położenia włókna na przestrzeni 40 minut. Zależność jest w przybliżeniu liniowa i odpowiada prędkości dryfu równej $0,07 \frac{\mu m}{min}$.



Rysunek 3.4: Wykres zmian położenia włókna w osi Z.

Konieczne wydaje się każdorazowe sprawdzenie, czy ruch ten jest zaniedbywalny. Może to być istotny problem w przypadku struktur wymagających wielogodzinnego druku, dlatego w dalszych pracach należałoby dokładniej zbadać systematykę tego problemu i na jej podstawie starać się go skompensować.

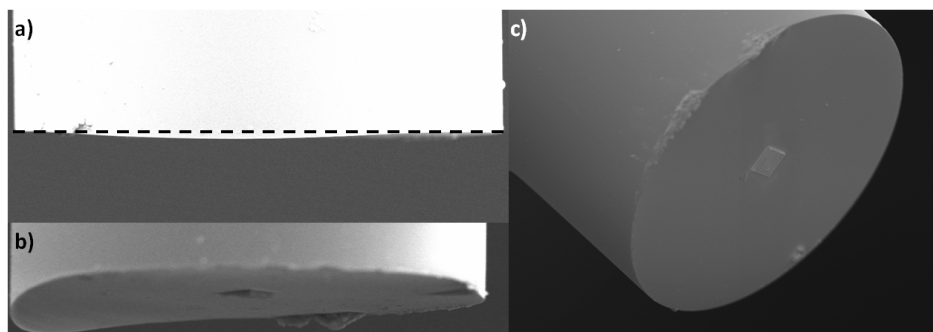
Jeszcze bardziej korzystne byłoby całkowite usunięcie przyczyny tego ruchu, jednakże nie została ona jednoznacznie określona. Pierwszym pomysłem była niestabilność stolika przesuwnego — został on jednak zarzucony ze względu na brak poprawy po jego wymianie na model Optosigma. Kolejnym potencjalnym powodem jest napięcie powierzchniowe rezystu, który „wyciąga” włókno z uchwytu. Wyda się to być najbardziej prawdopodobnym rozwiązaniem tego zagadnienia, jednakże na jego niekorzyść działa fakt braku zauważalnej zależności wielkości ruchu od stabilności mocowania włókna.

3.3.3. Nachylenie włókna

Kolejną poważną przeszkodą utrudniającą precyzyjne wytwarzanie mikrostruktur jest nachylenie włókna w próbce. W trakcie druku zakłada się, że powierzchnia podłoża jest idealnie płaska i prostopadła do osi rozchodzenia się wiązki. Wszystkie niedoskonałości będą powodować zmianę wysokości wytworzonej struktury wzdłuż próbki. Konsekwencją tego może być zmiana właściwości optycznych obiektów [Nawr13], a w wypadku struktur o małych rozmiarach — całkowite fiasko procesu (patrz paragraf 5.3). Jeśli druk prowadzony będzie zbyt nisko (wewnątrz podłoża) nie zajdzie proces polimeryzacji; jeśli zbyt wysoko — struktury nie zostaną zintegrowane z podłożem i zostaną zniszczone w procesie wywoływania.

Nachylenie włókna może być spowodowane przez kilka elementów procesu:

- Po pierwsze, niedoskonałe ucięcie światłowodu może powodować, że powierzchnia jego czoła nie będzie idealnie prostopadła do osi podłużnej lub też może nie być idealnie płaska. W tej pracy do cięcia światłowodów używano urządzenia CT-30 Series High Precision Fiber Cleaver, Fujikura. Stosunkowo często zdarzało się, że włókno ucięte było pod niewielkim kątem ($\alpha < 1^\circ$) na całej powierzchni czoła lub też nachylona była jego boczna część (rys. 3.5(a,b)). W takim wypadku konieczna jest diagnostyka (np. przy użyciu spawarki światłowodowej Fujikura FSM-60S Fusion Splicer) i powtórzenie cięcia aż do otrzymania zadowalających efektów. Gładkość powierzchni uciętego włókna była badana wielokrotnie przy użyciu mikroskopu SEM i zawsze była zadowalająca (rys. 3.5(c)). Ewentualna chropowatość może być efektem zabrudzenia włókna, dlatego konieczne jest jak najlepsze odizolowanie próbek od środowiska (kurz, pyłki).



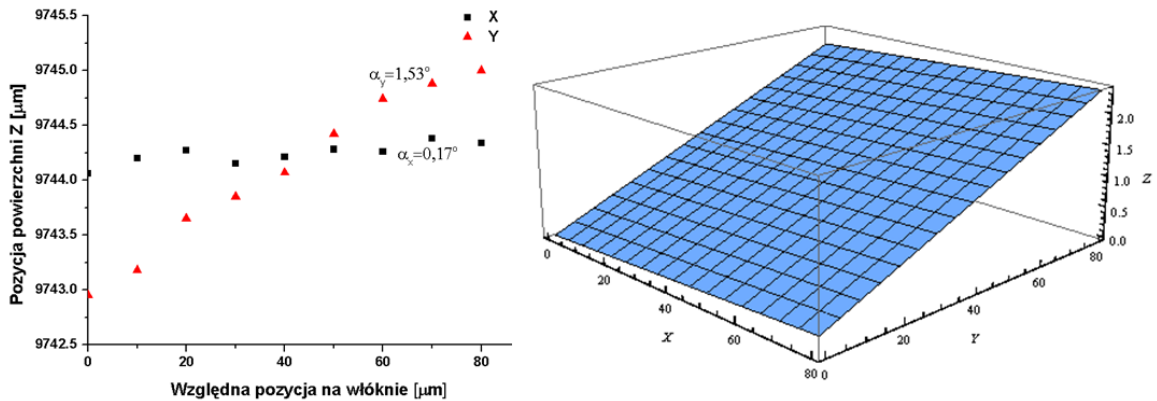
Rysunek 3.5: Zdjęcia SEM światłowodu jako miara jakości cięcia: nachylenie powierzchni czoła (a i b) i jego gładkość (c). Przerywana linia na zdjęciu (a) wyznacza pożądaną, płaską powierzchnię włókna. Widoczny na zdjęciu (c) w centrum włókna kwadrat jest celowo wytworzoną strukturą.

- Kolejnym czynnikiem utrudniającym idealne ustawienie światłowodu jest jego mocowanie. Uchwyt przykręcony jest do stolika przesuwającego, który z kolei zamontowany jest w specjalnej przejściówce mocującej cały mechanizm do szufladki Nanoscribe. Istnieją zatem trzy połączenia, które mogą wprowadzać niepożądane odchylenia włókna. Prawdopodobnie możliwe jest częściowe zmniejszenie opisanego błędu poprzez zastosowanie lepiej zintegrowanego mocowania lub też stolika z regulacją pochylenia.

Nachylenie podłoża jest zatem nieuniknionym problemem, który musiał zostać skompensowany. W przypadku standardowego druku na szkiełku problem ten może być rozwiązany poprzez zastosowanie funkcji *Tilt Correction* [Nawr12]. Działa ona w oparciu o funkcję znajdowania powierzchni *Find Interface*, która, jak zostało to wyżej opisane, nie zawsze działa poprawnie w przypadku druku na włóknie. Oprócz tego funkcja ta wymaga dużo większych rozmiarów podłoża niż powierzchnia światłowodu. Z tego względu użycie automatycznej funkcji korekcji nachylenia nie było możliwe.

Aby rozwiązać ten problem zastosowano procedurę, którą nazwać można Manual Tilt Correction:

- Najpierw określana jest wartość nachylenia włókna. W tym celu znajdowana jest wartość położenia powierzchni w różnych punktach zarówno w osi X, jak i w osi Y przy użyciu funkcji *Find Interface*. Dla pomiarów nachylenia w osi X punktem startowy była lewa krawędź włókna (w osi X patrząc na obraz na kamerze) i środek w osi Y. Dla osi Y — dolna krawędź i środek w osi X. Interwał był zawsze równy $10\ \mu\text{m}$. Wykres widoczny na rysunku 3.6 przedstawia tak przeprowadzone pomiary nachylenia włókna w osi X i Y jednej z próbek. Zależności są w przybliżeniu liniowe, stąd możliwe jest określenie obu kątów nachylenia i wyznaczenie nachylenia powierzchni. Widoczne jest, że nawet niewielkie kąty nachylenia mogą w poważny sposób zaburzyć parametry struktury (różnica wysokości równa $2\ \mu\text{m}$ na kwadratowej powierzchni o boku $80\ \mu\text{m}$).



Rysunek 3.6: Względna pozycja powierzchni włókna w zależności od położenia na włóknie dla osi X i Y oraz wykres przedstawiający odzyskane nachylenie powierzchni (skala w mikrometrach).

- Następnie gdy znany jest kąt nachylenia w obu osiach (zazwyczaj wynosi ok. $0,5^\circ$ – $1,5^\circ$), stosowana jest specjalna aplikacja napisana w LabView. Program na wejściu przyjmuje skrypt Nanowrite zawierający współrzędne punktów oraz wartości kątów nachylenia i tak zmienia wartości współrzędnych Z każdego punktu, aby zredukować wpływ nachylenia podłoża. Do współrzędnych Z odpowiednich punktów dodawana jest względna

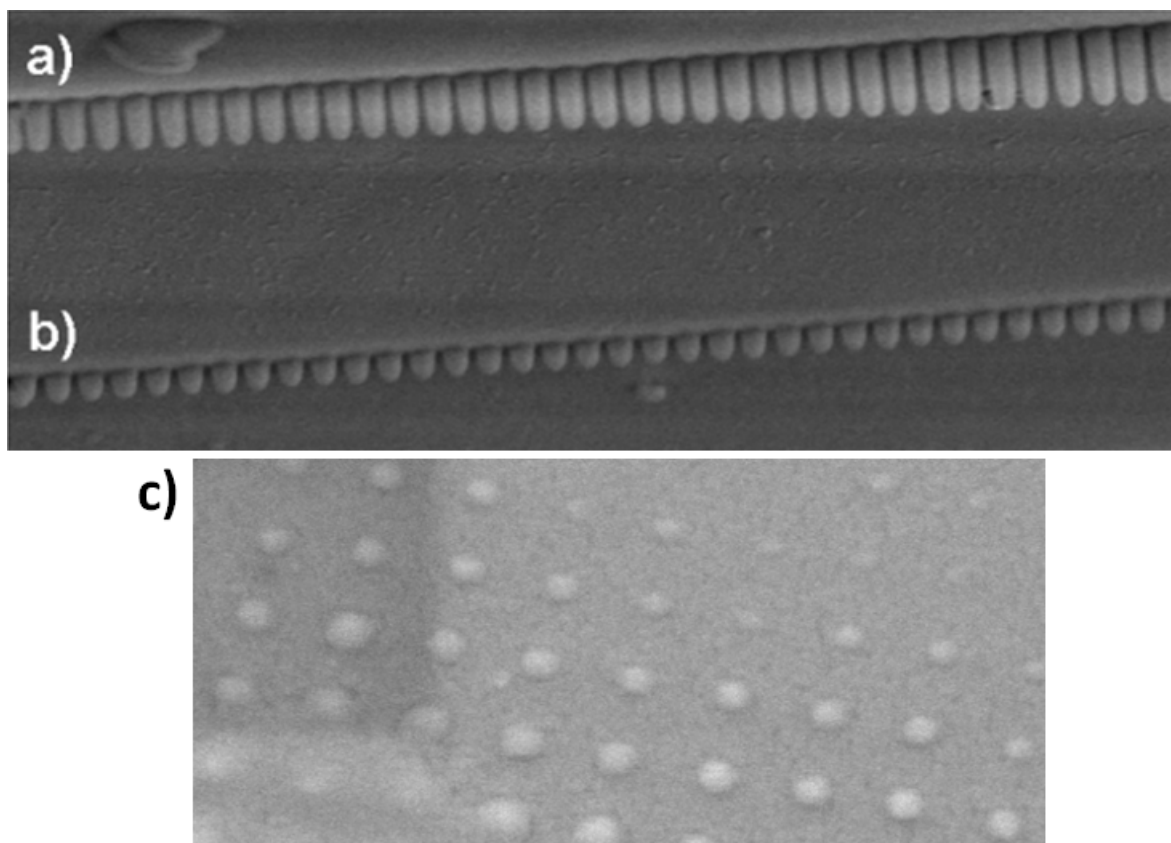
zmiana wysokości pochodząca od nachylenia włókna (jest to równoważne z ustaleniem nowej powierzchni startowej z $Z=0$ na powierzchni przedstawionej na rys. 3.6). Na wyjściu generowany jest poprawiony skrypt.

- Przeprowadzany jest standardowy proces druku na włóknie przy użyciu poprawionego skryptu.

Rysunek 3.7(c) przedstawia macierz słupków bez korekcji nachylenia. Włókno pochylone jest w obu osiach, a wysokość słupka maleje wraz ze zmianą pozycji aż do momentu gdy struktura całkowicie zanika. W takich przypadkach zastosowanie korekcji jest kluczowe.

Rysunek 3.7(a, b) przedstawia rząd słupków, których projektowana wysokość była identyczna. Widać, że bez zastosowania korekcji nachylenia (a) wysokość słupków drastycznie się zmienia. Na dystansie $32\ \mu m$ wartość ta maleje dwukrotnie od $1,5\ \mu m$ do $750\ nm$. Odpowiada to kątowi nachylenia ok. $1,34^\circ$. Po zastosowaniu opisanej metody redukcji błędu (b), słupki mają prawie identyczną wysokość wzdłuż próbki. Zmierzone różnice odpowiadają kątowi $0,07^\circ$.

Dokładność opisanej metody jest oczywiście ograniczona przez dokładność określania pozycji Z powierzchni (patrz paragraf 3.3.1). Każdorazowa edycja skryptów byłaby niekonieczna w przypadku zastosowania stolika z regulacją pochylenia. Po określeniu kąta nachylenia w obu osiach, nachylenie byłoby kompensowane mechanicznie poprzez zmianę pozycji włókna.



Rysunek 3.7: Korekcja nachylenia włókna. Rząd docelowo identycznych słupków wydrukowanych bez (a) i przy użyciu korekcji nachylenia (b). Macierz słupków bez korekcji nachylenia (c). Zdjęcia wykonane mikroskopem SEM.

Rozdział 4

Pokrycia antyrefleksyjne

W dzisiejszych czasach światłowody są wszechobecne i używane wszędzie, gdzie istotne jest jak najszybsze przesyłanie danych z miejsca na miejsce. Ze względu na ogromną prędkość światła wewnątrz włókna informacja może być przekazywana na dużych odległościach niemal bez opóźnień. Z tego powodu światłowody coraz częściej używa się w telekomunikacji, np. przy dostarczaniu internetu. Informacja przesyłana jest za pomocą impulsów świetlnych, których sekwencje przetwarzane są następnie na cyfrowe wartości bitów 0 i 1. W idealnym przypadku wszystkie impulsy zostają przesłane na zadanym dystansie bez błędów i bez strat. Mogłoby to być spełnione jedynie w przypadku, gdyby światłowód miał 100% transmisję. Niestety, w rzeczywistości bezstratne światłowody nie istnieją i zawsze pewna część energii tracona jest ze względu na absorpcję, rozpraszanie, czy wyciekanie fali na zgięciach włókna. Innym poważnym zjawiskiem wprowadzającym straty jest odbicie Fresnela na końcu światłowodu.

4.1. Odbicie Fresnela

Niemal zawsze gdy światło przechodzi między ośrodkami o różnych współczynnikach załamania, na ich granicy występuje odbicie i część światła zostaje cofnięta z powrotem do pierwszego ośrodka (wyjątkiem jest fala o polaryzacji typu p padająca na granicę ośrodków pod kątem Brewstera). W celu określenia wartości natężeń fali odbitej i przechodzącej należy użyć wzorów Fresnela, któremu proces zawdzięcza swoją nazwę. Współczynnik odbicia, czyli stosunek natężenia fali odbitej I_o do natężenia fali padającej I_p , w przypadku gdy fala pod kątem θ_p pada na granicę ośrodków o współczynnikach załamania n_1 i n_2 jest dany wzorem odpowiednio dla polaryzacji typu s i p:

$$R_s = \left(\frac{n_1 \cos(\theta_p) - n_2 \sqrt{1 - \left(\frac{n_1}{n_2} \sin(\theta_p)\right)^2}}{n_1 \cos(\theta_p) + n_2 \sqrt{1 - \left(\frac{n_1}{n_2} \sin(\theta_p)\right)^2}} \right)^2 \quad (4.1)$$

$$R_p = \left(\frac{n_1 \sqrt{1 - \left(\frac{n_1}{n_2} \sin(\theta_p)\right)^2} - n_2 \cos(\theta_p)}{n_1 \sqrt{1 - \left(\frac{n_1}{n_2} \sin(\theta_p)\right)^2} + n_2 \cos(\theta_p)} \right)^2 \quad (4.2)$$

co przy fali padającej prostopadle do granicy ośrodków upraszcza się do wzoru (jak widać współczynnik odbicia nie zależy od tego czy światło przechodzi z ośrodka o wyższym współczynniku załamania do ośrodka o niższym współczynniku czy odwrotnie):

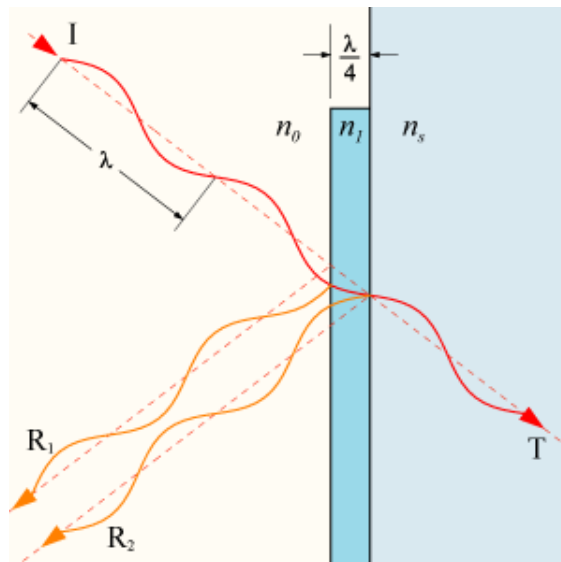
$$R = \frac{I_o}{I_p} = \left(\frac{n_2 - n_1}{n_2 + n_1} \right)^2 \quad (4.3)$$

Proces ten jest odpowiedzialny za część strat, jakich fala świetlna doznaje we włóknie światłowodowym. W momencie przejścia ze szklanego rdzenia ($n \approx 1,5$) do powietrza ($n \approx 1$) odbite zostaje ok. 3,5–4% całkowitego natężenia. Straty te są oczywiście niepożądane i od dawna podejmowane są próby ich zminimalizowania poprzez stosowanie specjalnych pokryć antyrefleksyjnych (AR). W historii techniki często zdarzało się, że dany wynalazek powstawał ze względu na zapotrzebowanie przemysłu zbrojeniowego. Tak też jest w przypadku opisywanych pokryć (konkretnie warstw ćwierćfalowych, tzw. błękitnej optyki), które zostały zaprojektowane w 1935 roku przez pracownika firmy Carl Zeiss, Olexandra Smakuly [Zeiss]. Przez kilka lat technologia była trzymana w sekrecie przez niemiecką armię, lecz w trakcie II Wojny Światowej była ona już powszechnie stosowana w optyce celowniczej używanej przez żołnierzy obu frontów. Po pewnym czasie koncepcja została przejęta przez firmy produkujące aparaty fotograficzne, które rozpoczęły stosowanie takich pokryć w swoich urządzeniach w latach sześćdziesiątych.

W kolejnych paragrafach opisane zostały dwie całkowicie odmienne koncepcje produkcji pokryć antyrefleksyjnych: najbardziej powszechna warstwa ćwierćfalowa, wykorzystująca zjawisko destruktywnej interferencji odbitych fal oraz warstwa gradientowa, w której odbicie zostaje zredukowane poprzez płynną zmianę współczynnika załamania.

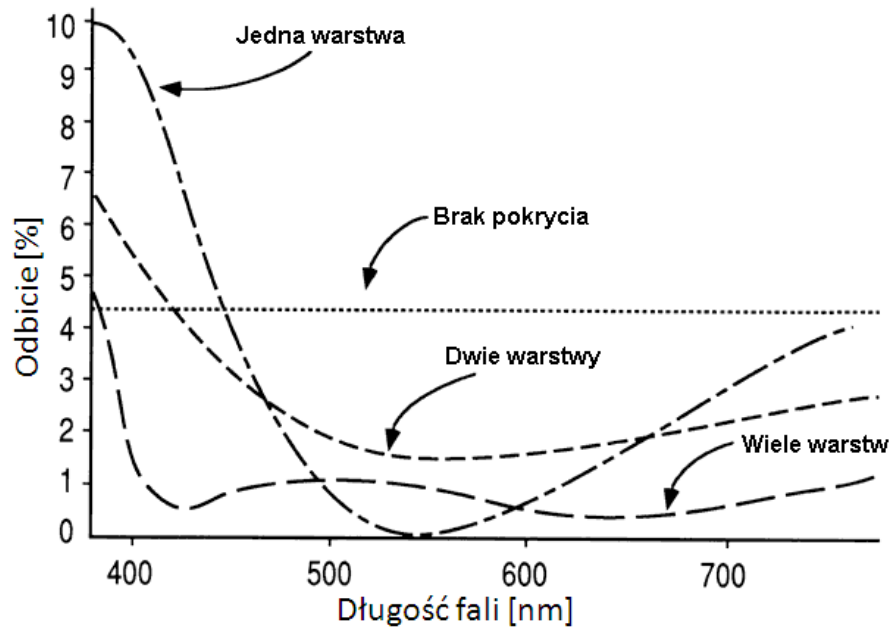
4.2. Warstwa ćwierćfalowa

Schemat działania warstwy ćwierćfalowej przedstawia rys. 4.1. Na granicy ośrodków (o współczynnikach załamania n_o i n_s) umieszczona zostaje warstwa o współczynniku załamania n_l i grubości odpowiadającej jednej czwartej długości fali, dla której zaprojektowane jest pokrycie.



Rysunek 4.1: Działanie warstwy ćwierćfalowej. Fala pada na granicę ośrodków pod niezerowym kątem, aby klarowniej zobrazować zasadę działania. W rzeczywistości warstwy ćwierćfalowe projektowane są zazwyczaj dla padania prostopadłego wiązki o danej długości fali [Wiki].

Gdy fala przechodzi między ośrodkami następują dwa odbicia: od dolnej i górnej powierzchni warstwy. Jeśli drogi optyczne odbitych fal będą różnić się o $\frac{\lambda}{4}$ (a więc w rzeczywistości grubość pokrycia musi być równa $\frac{\lambda}{4n_l}$ przy założeniu padania prostopadłego) będą one w przeciwfazie, co spowoduje ich destruktywną interferencję. W przypadku gdy natężenia obu fal są równe, nastąpi całkowite wygaszenie fali odbitej. Aby ten warunek był spełniony, współczynnik załamania warstwy musi zostać specjalnie dobrany: $n_l = \sqrt{n_s n_o}$, co wynika bezpośrednio ze wzorów Fresnela dla padania prostopadłego ($\theta_p = 0$). Dla szkła o współczynniku załamania 1,5 konieczne jest użycie materiału o $n_l \approx 1,22$. Okazuje się jednak, że wybór konwencjonalnych materiałów o niskich współczynnikach załamania jest ograniczony. Najmniejsze wartości mogą zostać uzyskane poprzez zastosowanie fluorku magnezu (MgF_2 , $n = 1,38$) lub sodu (NaF , $n = 1,34$) [Mac11]. Możliwe jest oczywiście zastosowanie materiału o innym współczynniku załamania, jednakże efektywność pokrycia zostanie znacznie obniżona. Można je poprawić poprzez zastosowanie pokrycia typu V, które składa się z dwóch warstw. Nie powoduje ono całkowitego wygaszenia odbicia, lecz nie wymaga użycia materiałów o bardzo niskim współczynniku załamania. Co więcej, takie pokrycie zmniejsza odbicie dla szerszego zakresu spektralnego (patrz rys. 4.2). Kolejnym krokiem jest produkcja tzw. stosu ćwierćfalowego, czyli pokrycia składającego się z wielu warstw. Zostało ono zaproponowane już w roku 1947 [Wein47]. Działa szerokopasmowo, a zarazem ma większą efektywność w porównaniu do pokrycia typu V.

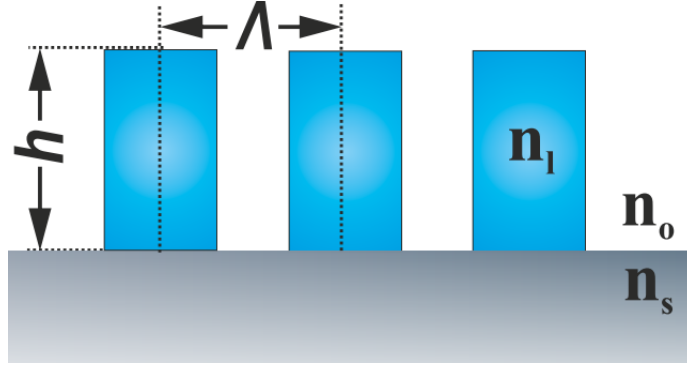


Rysunek 4.2: Porównanie efektywności pokryw różnego typu dla szkła typu Crown [Youn88].

4.2.1. Strukturalna warstwa ćwierćfalowa

Niewątpliwą wadą pokryw wymagających nałożenia wielu warstw jest skomplikowany proces wytwarzania oraz problematyczność integracji z włóknem światłowodowym lub elementami mikrooptycznymi. Rozwiązaniem może być użycie pojedynczej warstwy ćwierćfalowej, której materiał nie jest jednorodny. Najczęściej takie pokrycie składa się z regularnej macierzy mikroobiektów położonych w odległości Λ od siebie [Gran95, Hado00, Kana13, Scha11] — schematyczny przekrój przykładowej struktury przedstawia rys. 4.3. Jej efektywny współczynnik

załamania można kontrolować poprzez zmianę współczynnika wypełnienia (filling factor), a więc stosunku objętości materiału budującego obiekty i ośrodka, w którym są umieszczone (powietrza). Dzięki temu możliwe jest wytworzenie materiału o niemal arbitralnej wartości współczynnika załamania, a w konsekwencji otrzymanie współczynnika załamania mniejszego niż pozwalają na to jednorodne materiały.



Rysunek 4.3: Strukturalna warstwa ćwierćfalowa.

Efektywny współczynnik załamania struktury można zmniejszać poprzez zwiększanie odległości Λ między poszczególnymi obiektami. Jaka jest zatem najmniejsza wartość, którą można otrzymać? Aby odpowiedzieć na to pytanie trzeba zastanowić się nad naturą opisywanego pokrycia. Struktura widoczna na rys. 4.3 działa dla przechodzącej fali świetlnej jak binarna siatka dyfrakcyjna. Przy projektowaniu pokrycia antyrefleksyjnego istotne jest, aby nie zaburzało ono struktury przestrzennej wiązki. W szczególności niedopuszczalne jest powstawanie jakichkolwiek, wyższych niż zerowy, rzędów dyfrakcyjnych ze względu na straty energii. Aby siatka generowała jedynie zerowy rząd dyfrakcyjny konieczne jest spełnienie następującego warunku [Gran95]:

$$\frac{\Lambda}{\lambda} < \frac{1}{\max(n_o, n_s) + n_o \sin(\theta)} \quad (4.4)$$

Oznacza to, że dla fali o długości fali λ padającej pod kątem θ na siatkę, odległość między poszczególnymi obiektami musi być odpowiednio mała. Ma to bezpośrednią fizyczną interpretację: struktura musi być podfalowa. Tylko wtedy padająca fala będzie „widzieć” strukturę jako jednorodny materiał o zadanym efektywnym współczynniku załamania $n_{eff} < n_l$, a nie jako macierz odrębnych obiektów o współczynniku n_l .

Istnieje wiele metod, które pozwalają na otrzymywanie takich struktur m.in. trawienie wiązką jonów [Hado00] czy litografia UV [Kana13].

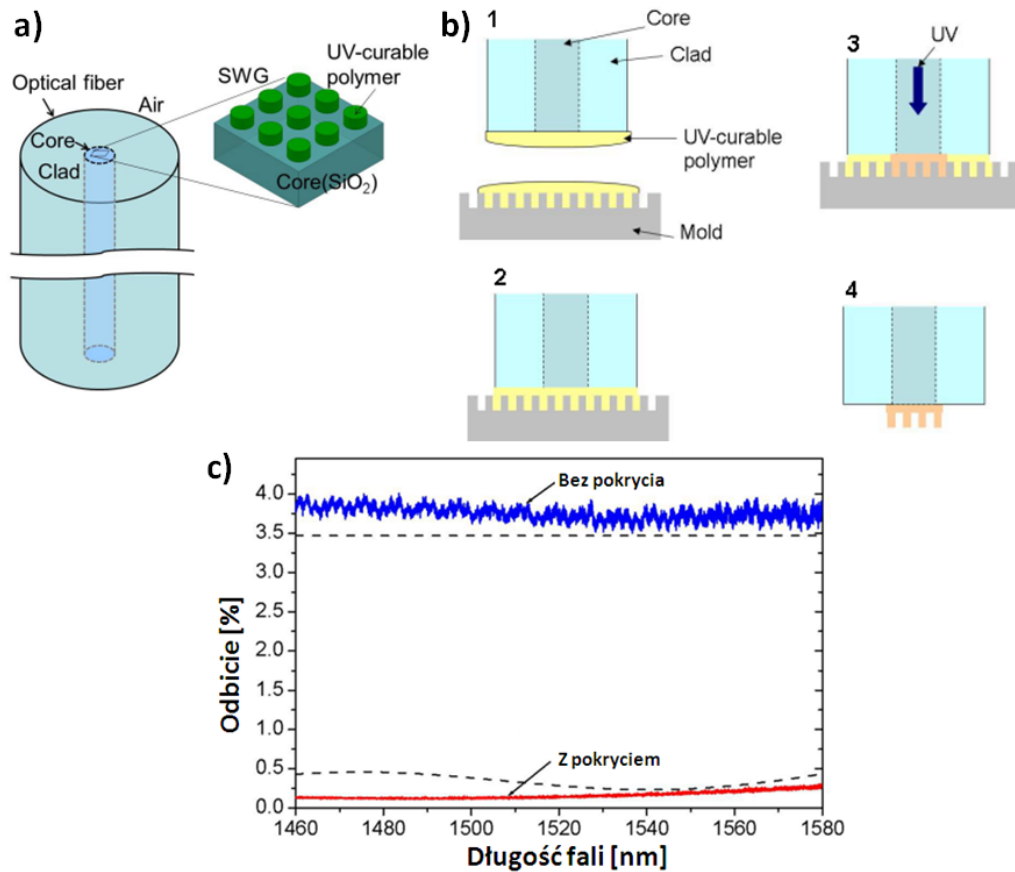
4.2.1.1. Strukturalna warstwa ćwierćfalowa zintegrowana z włóknem

Druga z wymienionych powyżej metod [Kana13] została wykorzystana do wytworzenia struktury bezpośrednio na czole światłowodu. Była ona punktem startowym rozważań dotyczących wygenerowania pokrycia antyrefleksyjnego przy użyciu fotolitografii 3D, dlatego celowe jest jej dokładniejsze zaprezentowanie.

W pracy tej autorzy starają się zminimalizować odbicie Fresnela na wyjściu z jednomodowego światłowodu telekomunikacyjnego (SM28, NA=0,22, $n_{core} = 1,458$) do powietrza. W tym celu na czole światłowodu wytworzona została strukturalna warstwa ćwierćfalowa składająca się z kwadratowej macierzy równoodległych walców (rys. 4.4(a)). Idealna warstwa

ćwierćfalowa zaprojektowana aby zredukować odbicie wiązki o długości fali $\lambda = 1550 \text{ nm}$ na wyjściu z wymienionego włókna powinna być wykonana z materiału o współczynniku załamania $n_l = 1,207$ ($n_l = \sqrt{n_s n_o}$) i mieć wysokość 321 nm ($h = \frac{\lambda}{4n_l}$).

Metoda wytwarzania przedstawiona jest na rys. 4.4(b). Światłowód pokryty jest materiałem światłoczułym, który ulega utwardzeniu pod wpływem promieniowania UV (1). Następnie zostaje dociśnięty do specjalnej formy (wykonanej przy pomocy trawienia wiązką atomową), której wymiary odpowiadają zaprojektowanej strukturze (2). Do światłowodu wprowadzane jest światło UV, które utwardza rezyst między formą a czołem włókna (3). Ze względu na trudności eksperymentalne nie udało się wiernie odtworzyć projektowanych parametrów: walce o wysokości 250 nm umieszczone były na warstwie utwardzonego rezystu o grubości $4,5 \mu\text{m}$ (4). Mimo tych niedoskonałości pokrycie cechowało się wysoką efektywnością zmniejszając odbicie poniżej $0,27\%$ w zakresie o szerokości 120 nm wycentrowanym na 1520 nm (rys. 4.4(c)).



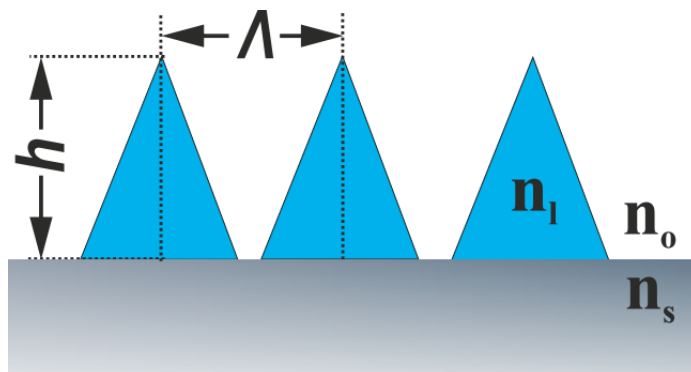
Rysunek 4.4: Strukturalna warstwa ćwierćfalowa na czole światłowodu (a), technika jej wytwarzania (b) oraz wykres przedstawiający zmierzone (linia ciągła) oraz zasymulowane (linia przerywana) odbicie bez i z pokryciem (c) [Kana13].

4.3. Warstwa gradientowa

Całkowicie odmiennym podejściem do zmniejszenia odbicia Fresnela jest zastosowanie gradientowej warstwy antyrefleksyjnej. W miejscu styku dwóch ośrodków o znacząco różnych współczynnikach załamania umieszcza się warstwę, której współczynnik załamania płynnie

zmienia się między tymi dwoma granicznymi wartościami. Takie pokrycie można traktować jak stos wielu cienkich warstw, między którymi różnica współczynników załamania będzie maleć do zera przy zwiększaniu ich liczby do nieskończoności (coraz cieńsze warstwy). Ponieważ wartość odbicia maleje wraz ze zmniejszającym się niedopasowaniem współczynników załamania (patrz wzór 4.3) — w idealnym przypadku transmisja powinna osiągnąć wartość 100%. Co więcej, w przeciwieństwie do warstw ćwierćfalowych, na efektywność takiego pokrycia nie wpływa bezpośrednio długość fali, dlatego może ono działać niezwykle szerokopasmowo.

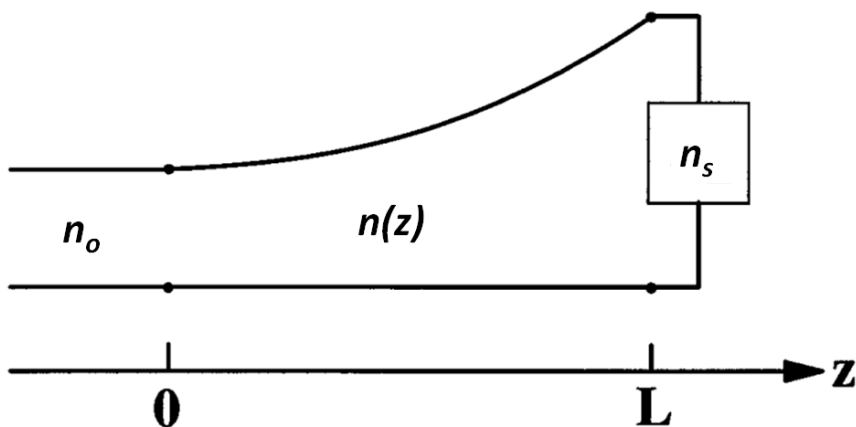
Co ciekawe, koncepcja ta sięga XIX wieku, kiedy była badana przez Josepha von Fraunhofera w 1818 [Mac11], a została ostatecznie zaproponowana przez Johna Williama Strutta, znanego częściej jako Lord Rayleigh. Badając transmisję promieni słonecznych przez ziemską atmosferę Rayleigh matematycznie udowodnił, że warstwa, której współczynnik załamania płynnie się zmienia powinna charakteryzować się niskim odbiciem dla bardzo szerokiego zakresu widma [Rayl1880]. Stosunkowo szybko opracowano metodę wytwarzania takich pokryć (Harold Dennis Taylor w 1904 [Mac11]). Jednakże, mimo że było to ponad pół wieku przed pierwszym zastosowaniem warstw ćwierćfalowych, czekano blisko 100 lat na jej upowszechnienie. Powodem jest skomplikowana procedura wytwarzania: oczywiście niemożliwe jest użycie tysięcy warstw składających się z jednorodnych materiałów o odpowiednio zmieniających się współczynnikach załamania. Pierwszym ograniczeniem jest brak dostępnych materiałów, ponadto trudno wyobrazić sobie przeprowadzenie tak złożonego procesu. Analogicznie do przypadku pokryć interferencyjnych sposobem rozwiązania tego problemu jest zastosowanie opisanych w poprzednim paragrafie warstw mikrostrukturalnych. Zamiast użycia wielu warstw o różnych współczynnikach załamania dużo bardziej korzystne jest jednak wykorzystanie pojedynczej powłoki, w której efektywny współczynnik załamania zmienia się wzdłuż osi pionowej struktury. Jest to możliwe poprzez zmianę stosunku objętości materiału budującego obiekty i ośrodka, w którym są umieszczone (powietrza) wzdłuż struktury. Schematyczny przekrój struktury, której objętość zmienia się liniowo z wysokością (ostrosłup kwadratowy bądź stożek) jest przedstawiony na rys. 4.5.



Rysunek 4.5: Warstwa z gradientowo zmieniającym się współczynnikiem załamania.

4.3.1. Poszukiwania idealnego profilu

Oczywiście nie każda warstwa, której współczynnik załamania płynnie zmienia się między dwoma zadanymi wartościami będzie idealnym pokryciem antyrefleksyjnym. Efektywny współczynnik załamania zawsze będzie zmieniał się według konkretnego profilu wzdłuż struktury (patrz rys. 4.6) i to właśnie jego kształt decyduje o jakości danego pokrycia. Jak zostało to wspomniane, kształt profilu zależy od tego, jak zmienia się współczynnika wypełnienia warstwy. Nie jest to jednak trywialna zależność, dlatego w celu odzyskania nawet najprostszych profili, konieczne jest przeprowadzenie symulacji numerycznych. Teoretyczne rozważania dotyczące optymalnego profilu prowadzone są od roku 1966, kiedy ukazała się inicjująca je praca [Turn66]. W tym paragrafie przedstawione zostaną kolejne kroki prowadzące do doskonalenia projektów pokryć. Aby to uczynić, konieczne jest uściślenie tego co powinno być rozumiane jako doskonałe gradientowe pokrycie antyrefleksyjne.



Rysunek 4.6: Przykładowy profil współczynnika załamania zmieniający się między dwoma wartościami n_o i n_s [Gran95].

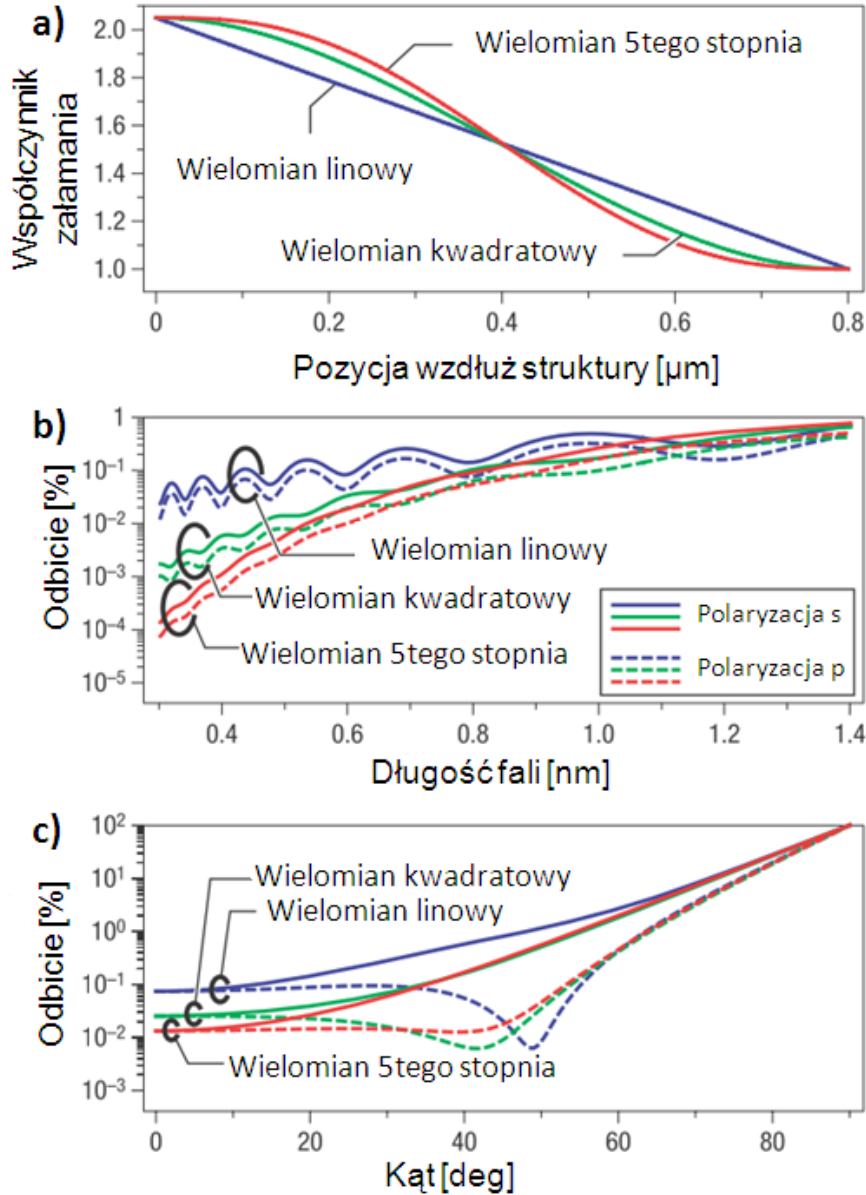
Głównym celem jest oczywiście zmniejszenie (bądź też całkowite wyeliminowanie) odbicia dla danej długości fali, dla której projektujemy pokrycie. Jednakże, jak zostało to opisane w paragrafie 4.2, wartość współczynnika odbicia zostaje zmniejszona nie tylko dla tej jednej konkretnej częstotliwości, ale dla całego pasma, którego szerokość zależy od typu pokrycia. Naturalnie im bardziej szerokopasmowo działa pokrycie tym bardziej jest uniwersalne. Ważnym aspektem jest także tolerancja pokrycia ze względu na kąt padania fali oraz jej polaryzację. Dotychczas rozważana była uproszczona sytuacja, w której kwestia polaryzacji była pomijalna, a wiązka padała prostopadle na granicę ośrodków. Pożądane jest, aby dana warstwa działała nie tylko w takiej sytuacji, ale również w bardziej ogólnym przypadku, gdy zmiana zarówno kąta, jak i kierunku polaryzacji nie wpływa na efektywność pokrycia.

Przez idealne pokrycie antyrefleksyjne rozumiana jest zatem warstwa minimalizująca odbicie dla możliwie najszerszego zakresu spektralnego oraz kąтового przy dowolnej polaryzacji. Bardzo interesujące wyniki teoretyczne dotyczące optymalnego profilu współczynnika załamania zostały przedstawione przez W. H. Southwella w roku 1983 [Sout83] i do dziś są punktem wyjścia dla prób dalszej optymalizacji [Gran95, Poit04]. Za pomocą stosunkowo prostych symulacji numerycznych Southwell porównywał profile opisywane przez wielomiany kolejnych stopni i wykazał, że dla struktur o rozmiarach zbliżonych do długości fali optymalne jest

użycie wielomianu piątego stopnia opisanego równaniem:

$$n_l(z) = n_s + (n_s - n_o) \left[10 \left(\frac{z}{h} \right)^3 - 15 \left(\frac{z}{h} \right)^4 + 6 \left(\frac{z}{h} \right)^5 \right] \quad (4.5)$$

Porównanie profili zadanych przez wielomian liniowy, kwadratowy i piątego stopnia przedstawione jest na rys. 4.7. Wykres (a) przedstawia kształt profili, wykres (b) porównanie efektywności struktur dla różnych polaryzacji i długości fali (przy padaniu prostopadłym), natomiast wykres (c) efektywność dla różnych kątów padania i długości fali $\lambda = 632,8 \text{ nm}$.



Rysunek 4.7: Porównanie efektywności wielomianowych profili struktur umieszczonych na granicy ośrodków o współczynnikach załamania $n_o = 1$ i $n_s = 2.05$ [Xi07].

Zaletą profilu Southwella i powodem, dla którego jest wciąż obecny w literaturze jest jego wysoka efektywność zestawiona z relatywnie prostą formą, która nie przekreśla możliwości jego

odtworzenia. Kolejne propozycje, mimo zbliżonych lub lepszych wyników, są opisywane bardziej skomplikowanymi funkcjami. Zostaną jedynie wymienione profile najczęściej spotykane w literaturze:

- Funkcja typu $\exp(\sin\alpha)$ [Poit04]
- Exponens [Gran95]:

$$n_l(z) = n_o \exp \left[\frac{z}{h} \ln \left(\frac{n_s}{n_o} \right) \right] \quad (4.6)$$

- Profil gaussowski [Gran95]:

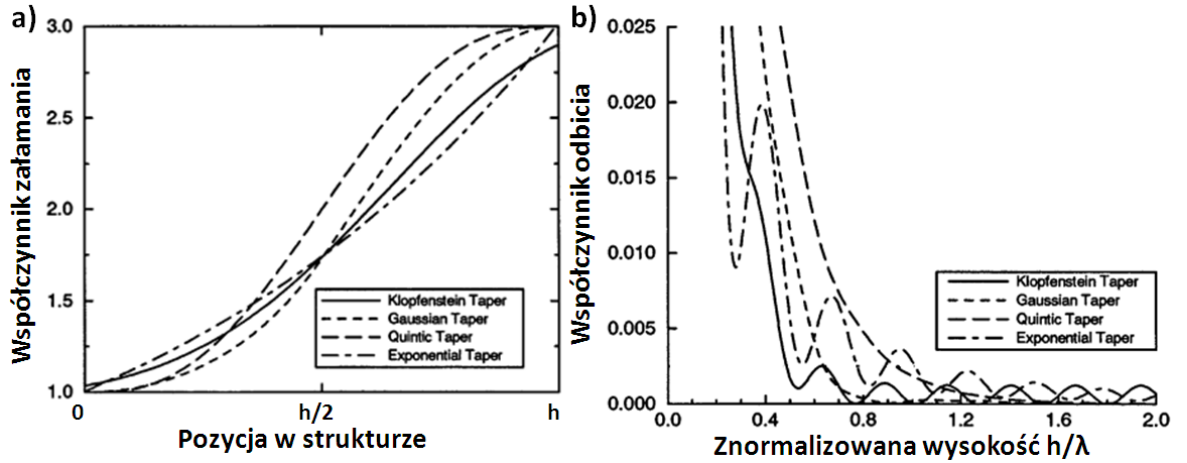
$$n_l(z) = \begin{cases} n_o \exp \left[2 \left(\frac{z}{h} \right)^2 \ln \left(\frac{n_s}{n_o} \right) \right] & \text{dla } 0 \leq z \leq \frac{h}{2} \\ n_o \exp \left[2 \left[1 - \left(1 - \frac{z}{h} \right)^2 \right] \ln \left(\frac{n_s}{n_o} \right) \right] & \text{dla } \frac{h}{2} \leq z \leq h \end{cases} \quad (4.7)$$

- Profil Klopfensteina [Gran95]:

$$n_l(z) = \sqrt{n_o n_s} \exp \left[\Gamma_m A^2 \Phi \left(2 \frac{z}{h} - 1, A \right) \right] \quad (4.8)$$

, gdzie $\Phi(x, A) = \int_0^x \frac{I_1(A\sqrt{1-y^2})}{A\sqrt{1-y^2}} dy$ i I_1 jest zmodyfikowaną funkcją Bessela, natomiast A jest zadane przez: $A = \cosh^{-1} \left[\frac{1}{2\Gamma_m} \ln \left(\frac{n_s}{n_o} \right) \right]$. $|\Gamma_m|^2$ ma wymiar natężeniowego współczynnika odbicia.

Porównanie profili oraz ich efektywności przedstawione jest na rys. 4.8.



Rysunek 4.8: Porównanie kształtu różnych profili współczynnika załamania (a) oraz ich efektywności (b) [Gran95].

Jak widać najlepsze wyniki daje profil Klopfensteina, który może działać dla ekstremalnie szerokiego pasma ($R < 0,2$ na przedziale $3-10 \mu m$, przy przejściu między ośrodkami o $\Delta n = 2$) i dla dużego zakresu kątów (do ok. 60°) [Gran95]. Jest on jednak opisywany przez bardzo skomplikowaną funkcję, której eksperymentalne odtworzenie nie wydaje się być możliwe.

Istotnym parametrem profili współczynnika załamania jest ich grubość h , która każdorazowo musi zostać określona numerycznie. Dokładna optymalna wartość zależy od danego profilu, jednakże generalnie przyjęte jest, że dla padania prostopadłego minimalna długość

drogi optycznej ($h n_l$) odpowiada około połowie długości fali, dla której projektowana jest warstwa [Mac11]. W przypadku gdy $h \ll \lambda$ warstwa jest zbyt cienka co oznacza, że pole elektromagnetyczne jest zbyt słabo modyfikowane, aby zmniejszyć wpływ gwałtownej zmiany współczynnika załamania. Gdy $h \gg \lambda$ zmiana współczynnika załamania jest zbyt wolna [Jaco66].

Nie jest to jednak reguła uniwersalna: jeśli celem jest zaprojektowanie warstwy bardzo dobrze działającej dla szerokiego zakresu kątów padania, jej grubość musi być odpowiednio większa ze względu na te same argumenty, które zostały przedstawione w poprzednim akapicie. Przy zwiększaniu kąta padania na warstwę o danej grubości rośnie długość drogi optycznej pokonywanej przez falę, a jednocześnie maleje gradient współczynnika załamania. Projektowanie warstw z ekstremalną tolerancją kątową jest tematem artykułu Dobrowolskiego i Poitrasa [Poit04]¹. Zaprezentowane wyniki wykazują, że przy użyciu zmodyfikowanego profilu wielomianu piątego stopnia możliwe jest zmniejszenie wartości współczynnika odbicia poniżej 0,05 nawet dla kąta 89° . W takim przypadku grubość warstwy musi wynosić co najmniej 50λ .

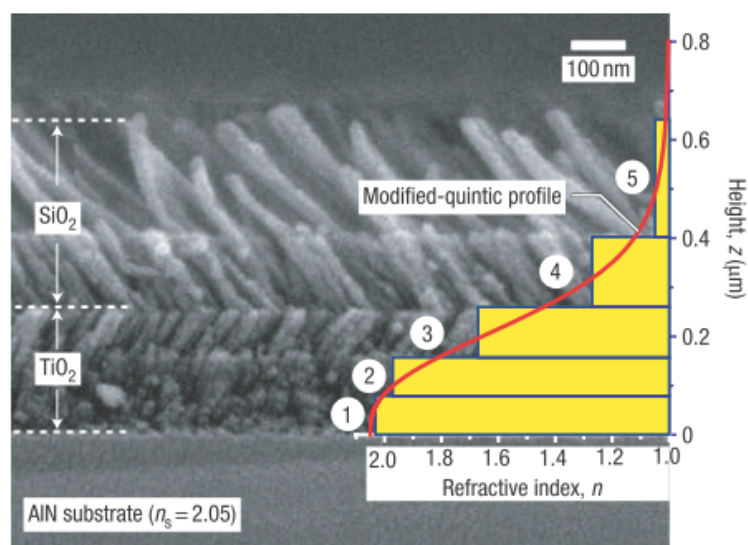
Należy jednak pamiętać, że jest to możliwe dla ograniczonego zakresu katowego — tak zaprojektowana warstwa nie będzie działać optymalnie dla padania prostopadłego. Co więcej, w przypadku dużych kątów znaczną rolę zaczyna odgrywać polaryzacja fali i optymalny profil dla polaryzacji s będzie inny niż dla p. Nasuwa to główny wniosek z powyższego paragrafu: niemożliwe jest uzyskanie idealnego profilu i konieczne jest każdorazowe przeprowadzenie procedury optymalizacji w zależności od potrzeb (długość fali, zakres spektralny, kąt padania, polaryzacja). Opisane tu poszukiwania nie są jednak bezowocne, gdyż ich wyniki pozwalają na jednoczesne spełnienie kilku z wymienionych warunków w szerokim zakresie i są punktem wyjścia wytwarzania pokryć AR.

4.3.2. Wytwarzanie

Jak zostało to opisane w poprzednim paragrafie, odpowiednio zaprojektowane pokrycie z gradientowym współczynnikiem załamania może w znacznym stopniu zmniejszać odbicie dla bardzo szerokiego zakresu spektralnego i katowego, niezależnie od polaryzacji. Dokładne odтворzenie nawet najprostszych z zaproponowanych profili współczynnika załamania jest jednak niezwykle trudne. W tym celu konieczna jest możliwość precyzyjnego kontrolowania współczynnika załamania. Otrzymanie konkretnej wartości współczynnika załamania dla danej objętości jest potencjalnie możliwe przy użyciu warstw strukturalnych, jednak w celu odтворzenia danego profilu konieczne byłoby nałożenie dużej ilości warstw jedna na drugiej. Naturalnie, jakość struktury rośnie z ilością warstw, ale ich ilość jest ograniczona. Ze względu na stabilność, wyprodukowanie struktury składającej się z więcej niż kilku warstw wydaje się być karkołomnym zadaniem.

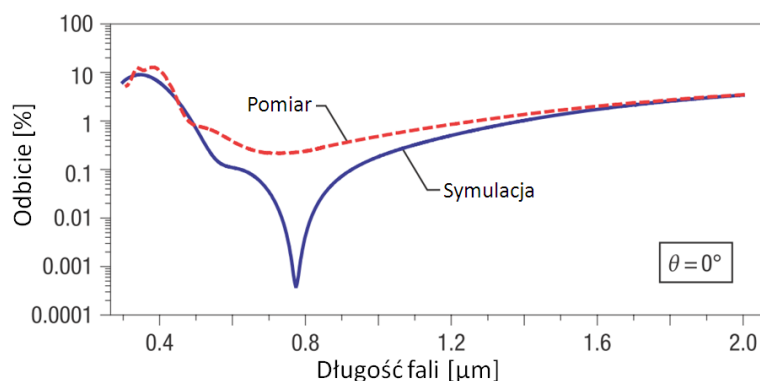
Mimo tych ograniczeń, opisana metoda jest niekiedy wykorzystywana. W jednej z prac nowojorscy naukowcy pokazują jak za pomocą 5 strukturalnych warstw można przybliżyć profil wielomianu piątego stopnia [Xi07]. Strukturalne warstwy wykonane są z dwóch materiałów: tlenku tytanu (TiO_2 — w zależności od współczynnika wypełnienia możliwe jest otrzymanie wartości współczynnika załamania w przedziale 1,05 do 1,45) oraz tlenku krzemu (SiO_2 — współczynnik załamania zmienny od 1,3 do 2,7). Rysunek 4.9 przedstawia zdjęcie przekroju pokrycia wykonane mikroskopem SEM wraz z wartościami współczynnika załamania kolejnych warstw, które porównane są z docelowym profilem.

¹Jest to druga część świetnej serii trzech artykułów, które dotyczą określania optymalnego profilu współczynnika załamania warstwy. W pierwszej części opisywane są symulacje numeryczne [Dobr02], w drugiej: teoria, natomiast w ostatniej: wyniki eksperymentalne dotyczące wytworzonych warstw [Dobr06].



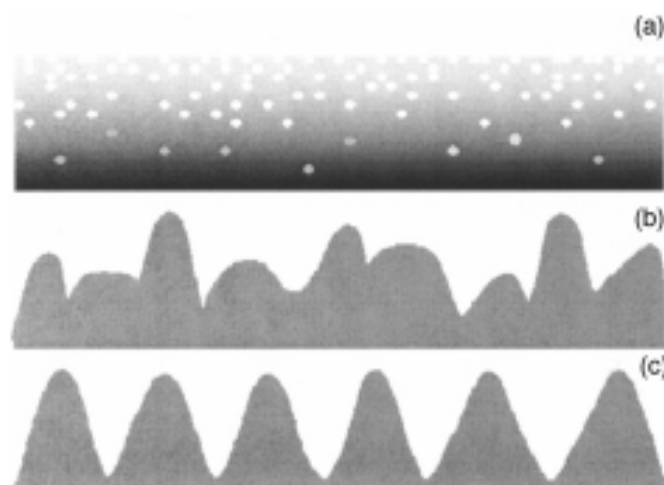
Rysunek 4.9: Próba eksperymentalnego odtworzenia profilu wielomianu piątego stopnia przy pomocy strukturalnych warstw [Xi07].

Pokrycie zostało zaprojektowane aby zmniejszać odbicie Fresnela przy przejściu z podłoża (azotek glinu — AlN) do powietrza. Pomiary wykazały, że struktura ma bardzo szeroką tolerancję kątową i zapewnia zmniejszenie odbicia poniżej 0,3 dla kątów sięgających 60° ($\lambda = 632.8 \text{ nm}$). Niestety nie jest nadzwyczaj efektywna, ani też nie działa szerokopasmowo dla przypadku padania prostopadłego (patrz wykres na rys. 4.10). Podobne wnioski przedstawione są w innych pracach wykorzystujących metodę nakładania kilku warstw [Dobr06].



Rysunek 4.10: Efektywność pokrycia opisanego w [Xi07].

Celem wytwarzania struktur antyrefleksyjnych na powierzchni elementów optycznych jest jednak najczęściej właśnie zredukowanie w jak największym stopniu współczynnika odbicia na danym zakresie spektralnym. Aby spełnić ten warunek możliwe jest zastosowanie bardziej naturalnej koncepcji, a mianowicie opracowanie metod pozwalających na wytwarzanie pojedynczych warstw, których współczynnik załamania zmienia się w przybliżeniu zgodnie z optymalnymi profilami opisanymi w poprzednim paragrafie. Można wyróżnić trzy różne sposoby osiągnięcia tego celu, są one przedstawione na rys. 4.11. W tej pracy ograniczono się od opisu struktur periodycznych.



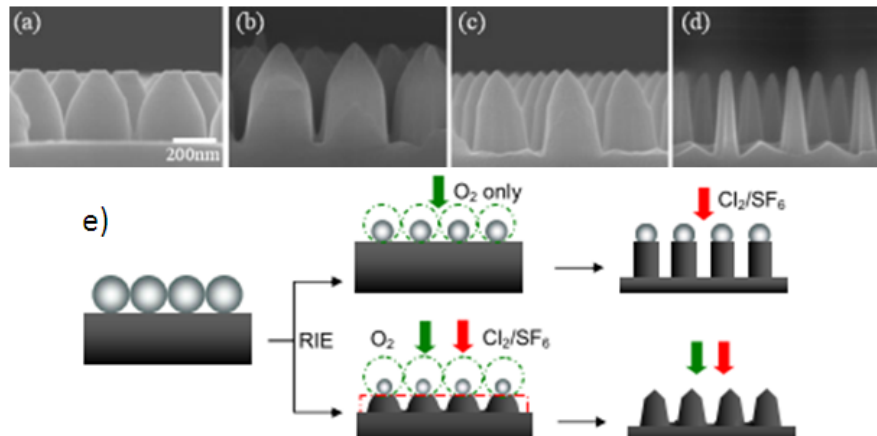
Rysunek 4.11: Struktury o zmiennym współczynniku załamania. Warstwa porowata (a), warstwa stochastyczna (b), warstwa periodyczna (c) [Schu06].

4.3.2.1. Wytwarzanie periodycznych struktur gradientowych

Wytworzenie pojedynczego obiektu (słupka), którego kształt pozwoli na realizację arbitralnego profilu współczynnika załamania nie wydaje się być możliwe przy użyciu obecnie dostępnych technik. Wiele metod pozwala jednak na otrzymanie elementów o formie zbliżonej do stożka (rys. 4.5 lub 4.11(c)). Ten paragraf ma na celu przedstawienie i porównanie pokryć antyrefleksyjnych wyprodukowanych przy wykorzystaniu różnych technik. Mimo że możliwości struktur o formie macierzy takich obiektów dalekie są od najciekawszych wyników teoretycznych rozważań, to jednak uzyskany gradient umożliwia znaczną redukcję współczynnika odbicia. Rozdzielczość danej metody określa rozmiary słupków, a te z kolei definiują minimalną wartość długości fali, dla której będzie działać projektowane pokrycie (patrz wzór 4.4). Większość opisywanych w tym paragrafie metod pozwala na otrzymanie rozdzielczości rzędu 200–400 nm, dlatego wytwarzane przy ich użyciu pokrycia pozwalają na efektywne działanie głównie w zakresie widzialnym i podczerwieni.

- Trawienie wiązką jonów

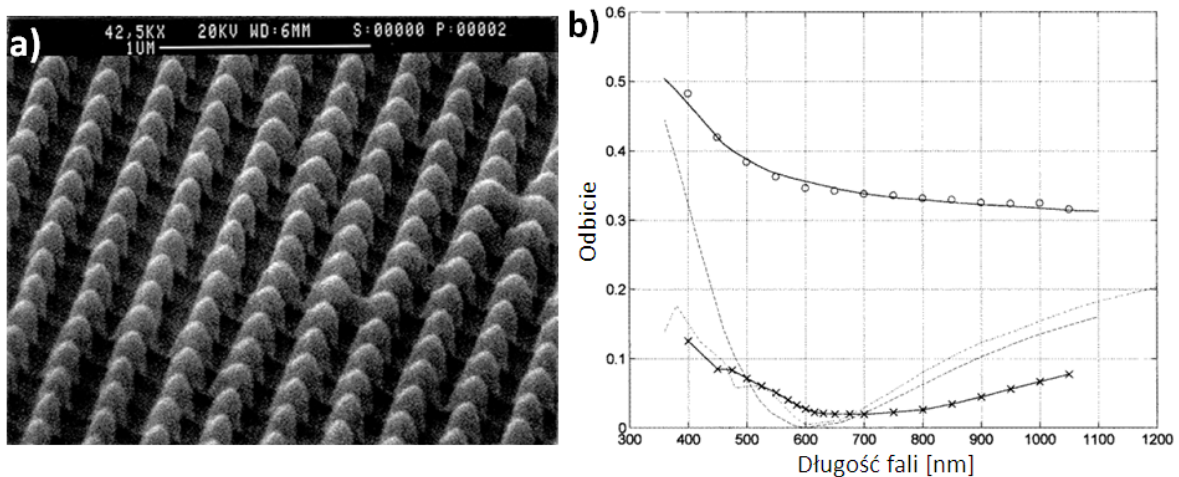
W tej metodzie wykorzystywana jest wiązka jonów trawiących materiał, z którego ma być wykonana struktura. W celu uzyskania pożądanych kształtów można stosować różne maski. W jednej z prac [Chen07] tajwańscy naukowcy użyli polistyrenowych mikrosfer nałożonych na warstwę krzemu (rys. 4.12(e)). Profil słupków, ich wysokość i odległość od siebie mogą być kontrolowane poprzez zmianę czasu ekspozycji wiązki lub też wielkość polistyrenowych sfer. Rysunek 4.12 prezentuje zdjęcia SEM struktur wyprodukowanych dla różnych czasów ekspozycji. Kształt pojedynczych elementów, a zarazem profil współczynnika załamania danej struktury widocznie się zmienia w poszczególnych przypadkach. Technika ta wydaje się oferować bardzo duże możliwości do eksperymentowania i poszukiwania coraz bardziej efektywnych profili.



Rysunek 4.12: Zdjęcia SEM struktur antyrefleksyjnych wykonanych poprzez trawienie warstwy krzemu wiązka jonów dla różnych czasów ekspozycji (a-d). Schemat metody wytwarzania powyższych struktur (e) [Chen07].

- Litografia interferencyjna

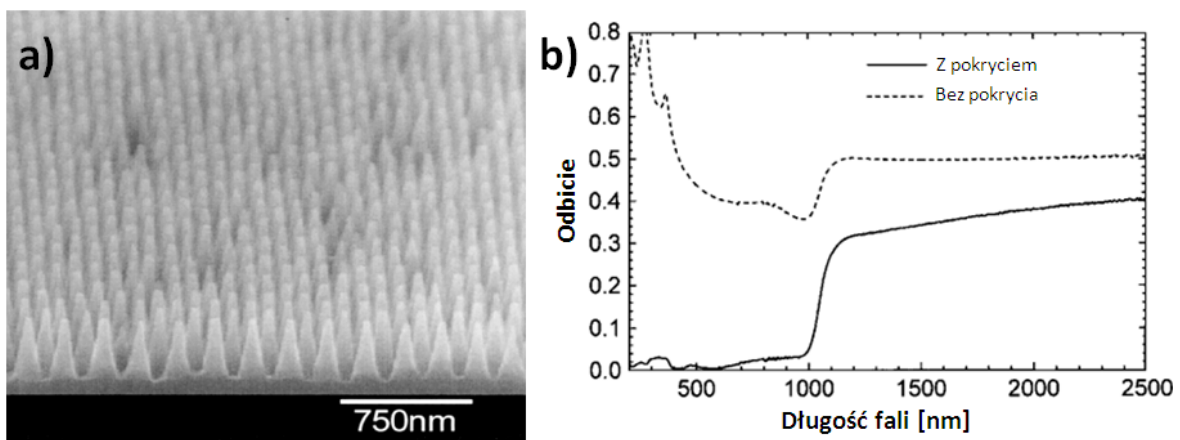
Metoda ta oparta jest na utwardzaniu specjalnego fotorezystu przy użyciu dwóch interferujących ze sobą wiązek. Na rys. 4.13(a) widoczna jest krzemowa struktura wytworzona przy użyciu tej techniki. Wysokość słupków i ich odległość od siebie zostały wybrane tak, aby zminimalizować odbicie dla 600 nm i były równe odpowiednio 100 i 260 nm. W celu otrzymania pokrycia wykonanego z krzemu konieczne było użycie otrzymanej struktury jako formy i zastosowanie trawienia wiązką jonów. Pokrycie umożliwiło kilkukrotne zmniejszenie współczynnika odbicia (rys. 4.13(b)). Warto zwrócić uwagę na fakt, iż struktura tego typu może działać zdecydowanie bardziej szerokopasmowo niż standardowa warstwa ćwierćfalowa.



Rysunek 4.13: Struktura antyrefleksyjna wykonana przy użyciu techniki litografii interferencyjnej (a) oraz wyniki pomiarów jej efektywności (b). Górna linia ciągła oraz przerywana odnoszą się odpowiednio do odbicia od krzemowego podłoża oraz zasymulowanego odbicia od takiego podłoża ze standardową warstwą ćwierćfalową zaprojektowaną na 600 nm. Dolna linia ciągła i przerywana odnosi się natomiast do odbicia od wyprodukowanej struktury oraz symulacji działania struktury binarnej o współczynniku wypełnienia równym $\frac{1}{2}$ i złożonej z walców o wysokości 100 nm [Lala97].

- Litografia elektronowa

Jedną z metod, których rozdzielczość pozwala na wykonanie struktur AR pracujących w świetle widzialnym jest litografia wiązką nie jonów, a elektronów. Metoda ta została wykorzystana przez japońską grupę [Kana99], która jest również odpowiedzialna za inną, bardzo istotną pracę opisaną w paragrafie 4.2.1.1. Za pomocą wiązki elektronów możliwe było pokrycie krzemowego podłoża macierzą słupków (rys. 4.14(a)) o wysokości 350 nm. Ich kształt, a więc zarazem także profil współczynnika załamania może być kontrolowany poprzez zmianę czasu ekspozycji. Słupki są w odległości 150 nm, co powoduje, że struktura jest podfalowa również dla światła widzialnego.

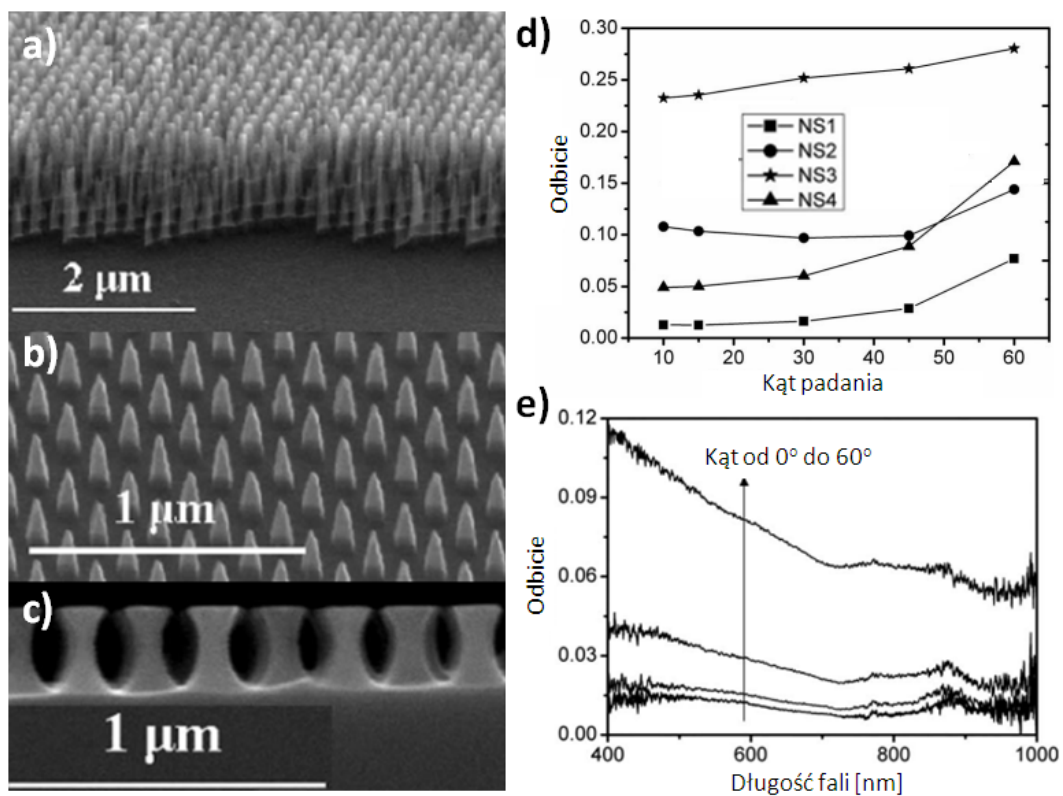


Rysunek 4.14: Struktura antyrefleksyjna (SWS) wykonana przy użyciu techniki litografii elektronowej (a) oraz wyniki pomiarów jej efektywności (b) [Kana99].

Wyniki pomiarów odbicia przy propagacji przez strukturę i przez samo podłoże są przedstawione na rys. 4.14(b). Widoczne jest znaczne zmniejszenie odbicia dla długości fali mniejszej niż $1\ \mu\text{m}$. Co więcej, pokrycie działa dla dużego zakresu kątów padania — nie przekracza 8% dla kątów mniejszych niż 60° . Zakres pomiarowy sięga aż do 200 nm, jednak należy oczekiwać, że dla zakresu UV struktura będzie wprowadzać efekty dyfrakcyjne.

- Litografia nanoimprint

Autorzy pracy opisanej w poprzednim punkcie sugerują, że wykonana przez nich struktura może być w łatwy sposób powielana przy użyciu litografii typu nanoimprint (nanostemplowania). Technika ta polega na odciskaniu specjalnej formy w materiale, z którego ma zostać wykonana kopia struktury. Wykonana w ten sposób periodyczna struktura gradientowa została opisana w [Chen09]. Trzy różne, wykonane przy użyciu litografii interferencyjnej, formy służyły do wyprodukowania w krzemie pokryw, które widoczne są na rys. 4.15. Opisana metoda jest bardzo interesująca ze względu na możliwość szybkiego wytworzenia dużej ilości kopii danego obiektu. Wcześniej opisane metody wymagają użycia stosunkowo skomplikowanych i bardziej kosztownych metod, dlatego w celu potencjalnej produkcji na większą skalę dużo bardziej opłacalne wydaje się być ich powielanie.

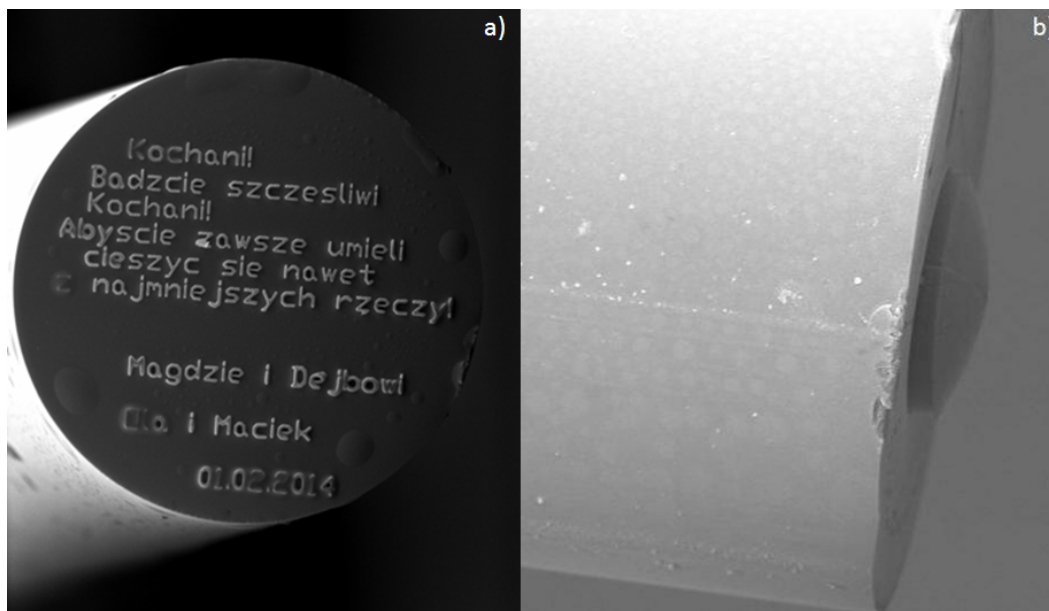


Rysunek 4.15: Struktury antyrefleksyjne wykonane przy użyciu techniki litografii typu nanoimprint (a-c). Wyniki pomiarów odbicia w zależności od kąta padania dla próbek NS1–3 (a-c) oraz NS4 (brak zdjęcia — jest to struktura typu NS1 o zmienionych parametrach) oraz wyniki pomiarów efektywności struktury NS1 dla kątów padania odpowiednio: 0° , 10° , 30° , 45° i 60° (e) [Chen09].

Rozdział 5

Wytwarzanie struktur AR na włóknie światłowodowym

Kiedy opanowana została technika bezpośredniego druku laserowego na czole światłowodu, przyszedł czas na wykorzystanie jej w praktyce i zrealizowanie konkretnego rozwiązania, które potencjalnie będzie miało swoje zastosowanie, np. w przemyśle. Moment, w którym sama technologia nie stanowi już wyzwania otwiera nam praktycznie nieograniczone możliwości. Fotolitografia 3D umożliwia wydrukowanie struktur o praktycznie dowolnym kształcie. Czynniki ograniczającymi są jedynie wytrzymałość mechaniczna utwardzonego rezystu, rozdzielczość metody oraz nasza wyobraźnia. Jednak nie wszystkie kształty, które ludzki umysł może zaproponować przyniosą w tej dziedzinie interesujące rezultaty. Istotna jest nie tyle forma struktury, co funkcja jaką może ona spełniać wpływając na własności fali elektromagnetycznej, która na nią pada. Ten fakt oczywiście znacznie ogranicza ilość obiektów, które *warto* wydrukować.

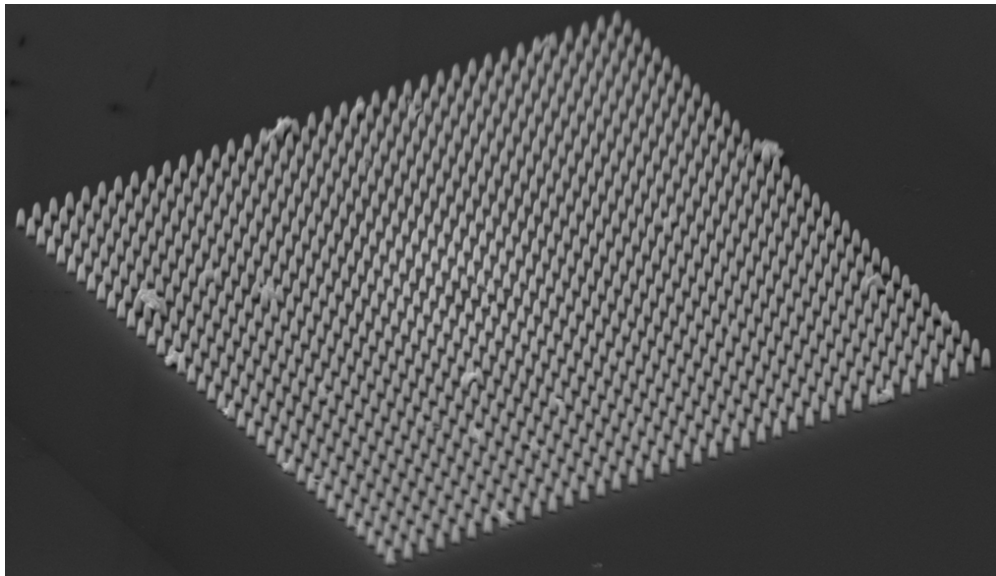


Rysunek 5.1: Przykłady struktur 2D i 3D o różnym potencjale aplikacyjnym. Życzenia ślubne wydrukowane na czole włókna SMF-28 (a) i płasko-wypukła soczewka pokrywająca rdzeń włókna HI-1060 (b).

Ze względu na stosunkowo prostą formę, a zarazem ciekawe i oczywiste zastosowanie pierwsza próba została podjęta w celu wyprodukowania pokrycia zmniejszającego odbicie Fresnela w jednomodowym światłowodzie telekomunikacyjnym. W tym rozdziale opisany jest proces wytwarzania takiej struktury na czole włókna światłowodowego SMF-28 (jednomodowe dla długości fali 1550 nm, apertura numeryczna $NA = 0,14$, współczynnik załamania rdzenia $n_{core} = 1,4682$ i średnica modu $d = 10,4 \pm 0,5 \mu m$). Na początku przedstawiona jest sama koncepcja i to, w jaki sposób zmieniała się w trakcie badań. Następnie zaprezentowano rezultaty odpowiednich symulacji, które doprowadziły do wyprodukowania zaprojektowanego pokrycia oraz wyniki pomiarów pozwalających na scharakteryzowanie samej struktury i jej efektywności.

5.1. Idea pokrycia AR na włóknie

Opisywany pomysł został zainspirowany dwoma artykułami. Pierwszy jest pracą japońskich naukowców, którzy wyprodukowali strukturalną warstwę ćwierćfalową zintegrowaną z włóknem optycznym (szczegółowo opisana w paragrafie 4.2.1.1), natomiast drugi jest opisem filtrów barwnych wykonanych w Pracowni Nanostruktur Fotonicznych na Wydziale Fizyki UW przy użyciu fotolitografii 3D [Nawr13]. Początkowa koncepcja zakładała bezpośrednie odtworzenie pokrycia antyrefleksyjnego opisanego w pierwszej pracy za pomocą dobrze opanowanej struktury typu Las Kolumn przedstawionej na rys. 5.2. Jest to macierz mikrosłupków wytworzonych poprzez utwardzenie pojedynczej, pionowej linii za pomocą układu Photonic Professional. Ze względu na eliptyczny kształt voxela, słupki mają elipsoidalne zakończenia, jednakże w pierwszym przybliżeniu traktowane były jako płaskie walce.

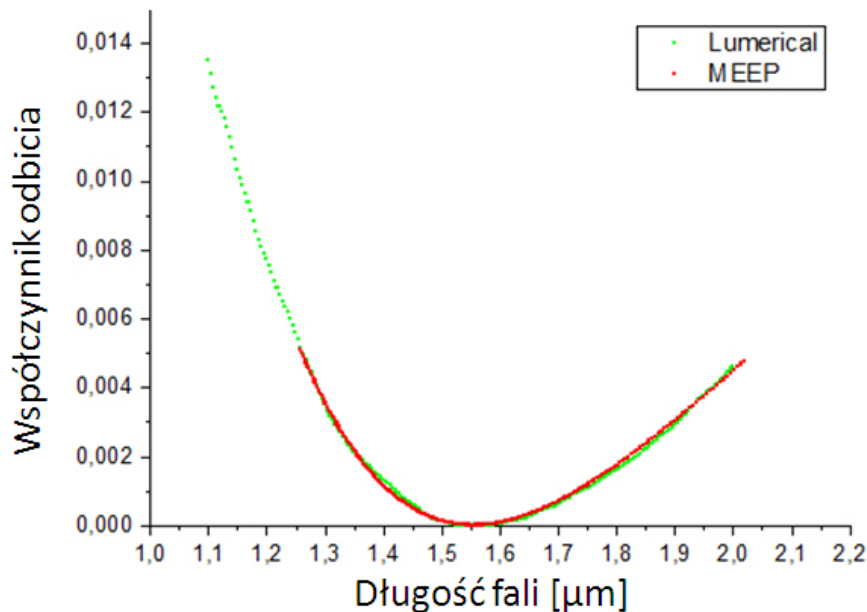


Rysunek 5.2: Struktura typu Las Kolumn. Odległość między słupkami wynosi 900 nm.

W rozdziale 4.2.1 zostało opisane, że periodyczna warstwa ćwierćfalowa, jeśli tylko nie wprowadza dyfrakcji, jest równoważna standardowej ćwierćfalówce o zadanym, odpowiednio mniejszym współczynniku załamania. To założenie nie jest jednak oczywiste, dlatego zdecydowano się rozpocząć dalsze rozważania od zasymulowania działania obu struktur i porównania otrzymanych wyników.

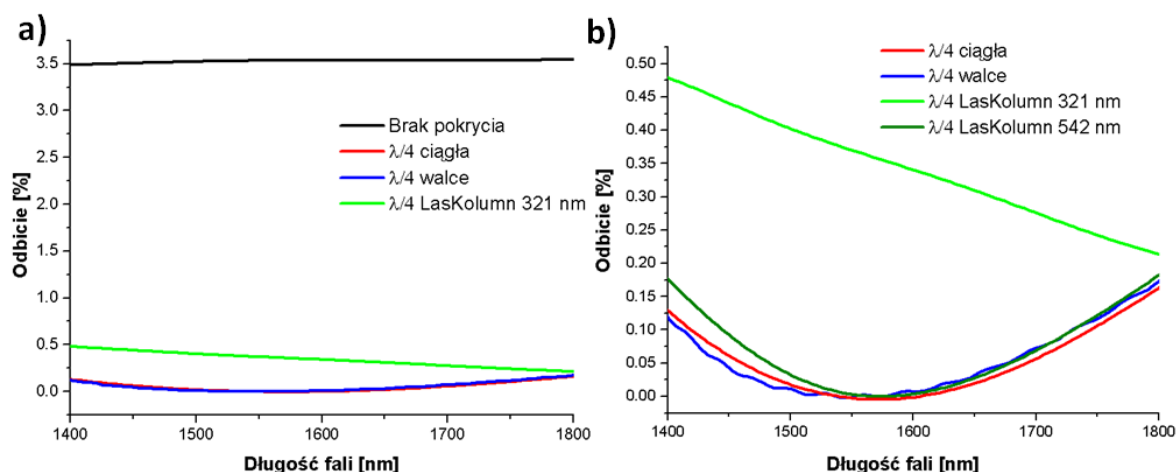
5.1.1. Symulacje propagacji światła w strukturach mikrooptycznych

Na rynku dostępnych jest wiele programów, które umożliwiają przeprowadzania symulacji propagacji fali elektromagnetycznej przez zadany ośrodek. Zazwyczaj bazują one na metodzie skończonych różnic w domenie czasowej (FDTD — Finite Difference Time Domain [Yee66]). W ramach tej pracy wykorzystywane były dwa programy: MEEP — bezpłatne i otwarte oprogramowanie stworzone na Massachusetts Institute of Technology [Osko10] oraz komercyjny FDTD Solutions sprzedawany przez firmę Lumerical [FDTD]. W początkowej fazie wykorzystywany był MEEP, jednak ze względu na dużo prostszą i bardziej intuicyjną obsługę w dalszej części prac zdecydowano się na wykorzystywanie programu FDTD Solutions. W celu upewnienia się, że przy pomocy obu programów można otrzymać równoważne wyniki dokonano porównania symulacji przejścia fali świetlnej przez strukturalną warstwę ćwierćfalową złożoną z mikrowalców (patrz paragraf 4.2.1.1). Wyniki przedstawia rys. 5.3 — nie stwierdzono istotnych rozbieżności.



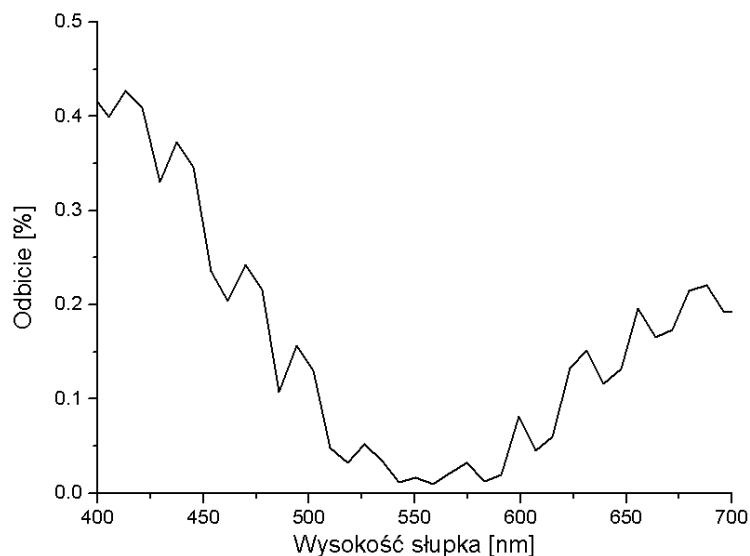
Rysunek 5.3: Porównanie wyników symulacji strukturalnej warstwy ćwierćfalowej otrzymanej przy użyciu programów MEEP oraz FDTD Solutions (Lumerical)

Rysunek 5.4(a) przedstawia wyniki symulacji efektywności pokryw antyrefleksyjnych różnego typu. Symulowana jest propagacja impulsu o szerokim widmie, który przechodzi z ośrodka o współczynniku załamania $n = 1,458$ (co odpowiada rdzeniowi włókna wykorzystywanego w [Kana13]) do powietrza ($n = 1$). Wykres przedstawia odzyskane wartości odbicia dla różnych pokryw. Widoczne jest, że działanie standardowej, jednorodnej warstwy ćwierćfalowej ($\lambda/4$ ciągła) o grubości 321 nm w przybliżeniu odpowiada strukturalnej warstwie złożonej z walców o tej samej wysokości ($\lambda/4$ walce — powiększenie na rys. 5.4(b)). Oba pokrycia zapewniają całkowitą redukcję odbicia dla długości fali 1550 nm i jednocześnie znaczne zmniejszenie strat na całym symulowanym zakresie w porównaniu do sytuacji bez pokrycia ($R=3,53\%$ dla $\lambda = 1550$ nm).



Rysunek 5.4: Porównanie efektywności warstw antyrefleksyjnych różnego typu

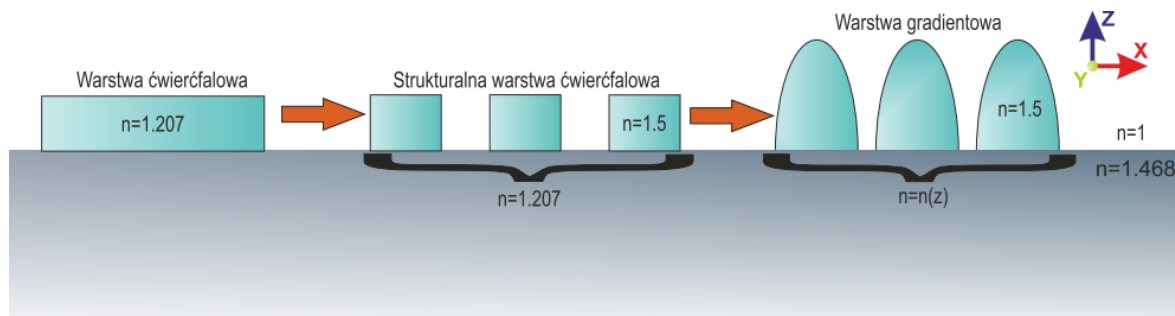
W pierwszym przybliżeniu traktowano Las Kolumn jako macierz walców. Kolejnym krokiem było przeprowadzenie bardziej realistycznych symulacji, gdzie wzięto pod uwagę elipsoidalny kształt voxela. Co ciekawe, znaleziona krzywa ($\lambda/4$ LasKolumn 321 nm) znacznie odbiega od wcześniej opisanych wyników, a sama struktura charakteryzuje się dużo gorszą efektywnością. Konieczna była więc optymalizacja parametrów struktury o takim kształcie. Program FDTD Solutions pozwala w prosty sposób na przeprowadzenie takiej procedury poprzez porównywanie współczynników odbicia dla fali o długości 1550 nm padającej na strukturę o wysokości z wybranego zakresu. Przebieg wartości przedstawiony jest na rys. 5.5. Wysokość, dla której odbicie przyjmuje minimalną wartość, wybierana jest jako optymalna.



Rysunek 5.5: Wyniki optymalizacji wysokości struktury (dla wartości średnicy pojedynczych słupków i odległości między nimi odpowiednio: 420 nm i 600 nm). Krok między poszczególnymi punktami wynosi 8 nm

Okazuje się, że efektywne zredukowanie odbicia jest możliwe, ale dla wysokości słupków równej 542 nm lub 560 nm — większej niż wartość odpowiadająca warstwie ćwierćfalowej (patrz rys. 5.4 i 5.5). Co więcej, symulacje przeprowadzone dla dużo większego zakresu widmowego (1,1–2 μm) pokazały, że takie pokrycie działa bardziej szerokopasmowo, niż warstwa ćwierćfalowa. Okazuje się, że chociaż przy strukturach o rozmiarach opisywanych w [Nawr13] efekt zaokrąglenia górnej części słupka jest pomijalny, to przy obiektach mniejszych niż połowa voxela będzie on kluczowy. Pojedynczy element struktury należy traktować nie jako walec, ale półelipsoidę.

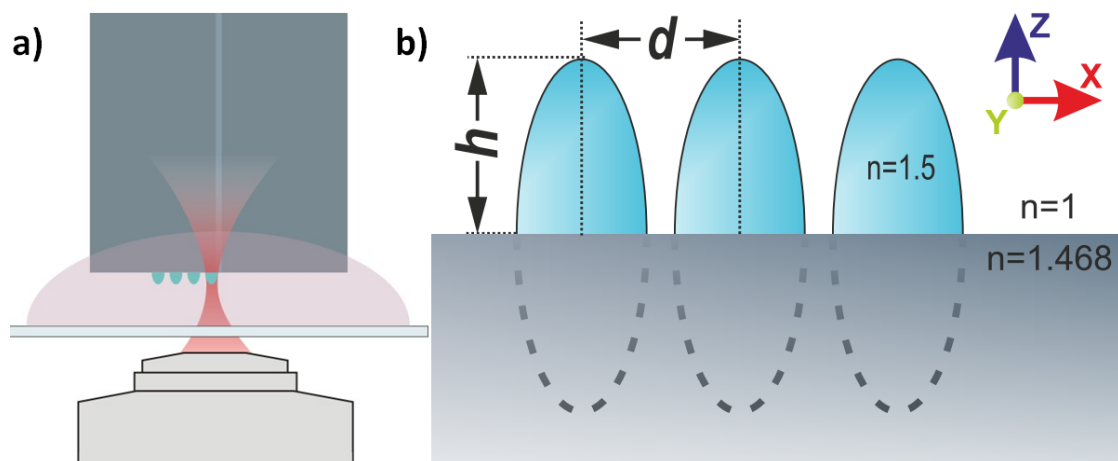
Oznacza to, że kształt obiektów ma zasadnicze znaczenie: współczynnik załamania będzie się zmieniał nie tylko w zależności od wypełnienia, ale również przestrzennie wzdłuż struktury. A zatem pokrycie antyrefleksyjne, które możemy wytworzyć przy użyciu opisanego układu będzie pokryciem gradientowym. Jego zasada działania opiera się na całkowicie odmiennych procesach niż w przypadku strukturalnej warstwy ćwierćfalowej, której odtworzenie było na początku planowane. Schematyczną ewolucję pomysłu przedstawia rys. 5.6.



Rysunek 5.6: Ewolucja idei pokrycia antyrefleksyjnego zintegrowanego z włóknem światłowodowym.

5.2. Projekt gradientowej struktury AR

Poszczególne obiekty tworzące macierz Lasu Kolumn są tworzone poprzez utwardzenie pojedynczej, pionowej linii. Z tego względu ich parametry są ściśle związane z kształtem i wymiarami voxela w używanym układzie (patrz rys. 2.2(b)). W używanej konfiguracji, jeśli wysokość słupka nie przekracza 500 nm, należy przyjąć, że jego kształt nie jest elipsoidalnie zakończonym walcem, ale półelipsoidą. Jej maksymalna średnica podstawy wynosi 400 nm i będzie się odpowiednio zawężać przy zmniejszaniu wysokości obiektów poniżej 500 nm. Jak zostało to opisane w poprzednim paragrafie, oszacowano, że optymalna wysokość słupka oscyluje właśnie w okolicach 500 nm. Konsekwencją tego faktu jest to, że elementy struktury mogą zostać wytworzone poprzez naświetlenie pojedynczego punktu (voxela) na granicy włókno - rezyst. Proces ten przedstawiony jest na rys. 5.7(a). W przypadku gdy wiązka zogniskowana jest dokładnie na granicy powierzchni, utwardzony obiekt będzie półelipsoidą o wysokości połowy voxela (500 nm). Zmiana wysokości jest możliwa poprzez „zanurzanie” ogniska w głąb włókna, bądź jego opuszczanie.



Rysunek 5.7: Wytwarzanie elementów struktury poprzez pojedyncze ekspozycje (a) (rysunek z pracy [Kowa14]). Obrócony o 180° względem rysunku (a) schemat struktury wytworzonej na czole światłowodu (b). Przerywaną linią zaznaczono część voxela „zanurzoną” wewnątrz światłowodu, która nie powoduje utwardzenia materiału światłoczułego.

W celu uzyskania jak najlepszych efektów niezbędne jest znalezienie optymalnych parametrów struktury: wysokości h i odległości pomiędzy poszczególnymi elementami d (rys. 5.7(b)). Średnica podstawy jest ściśle związana z wysokością, dlatego konieczne było przeprowadzenie szeregu symulacji. Były one przeprowadzone zgodnie z procedurą optymalizacyjną programu FDTD Solutions opisaną w poprzednim paragrafie.

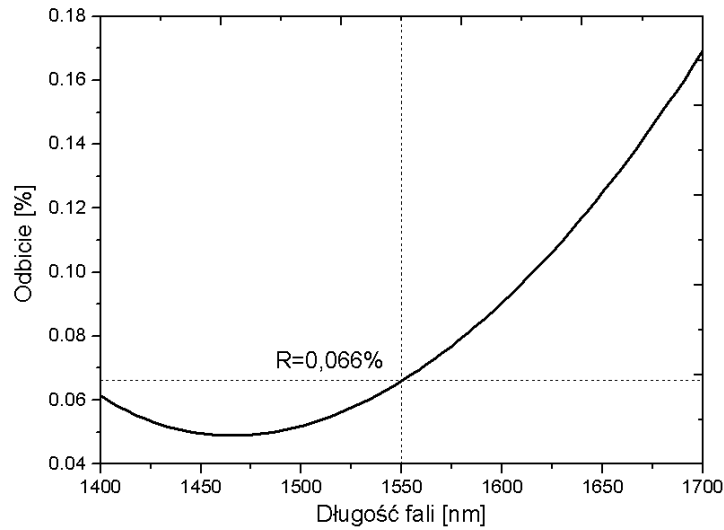
- Najpierw znajdowana była optymalna wysokość słupka (dla początkowych wartości średnicy i odległości odpowiednio 420 nm i 600 nm).
- Następnie, dla tak znalezionej wysokości zmieniana była średnica i dla tych wartości przeprowadzano proces optymalizacji odległości między słupkami.
- Dla tych wartości po raz kolejny poszukiwana była optymalna wysokość.
- Proces był iteracyjnie powtarzany, aż do uzyskania różnic rzędu 5 nm w kolejnych krokach.

Za pomocą tej procedury znalezione zostały optymalne parametry struktury:

Odległość między słupkami, d	450 nm
Średnica słupka	370 nm
Wysokość słupka, h	450 nm

Tablica 5.1: Optymalne parametry gradientowej struktury antyrefleksyjnej.

Efektywność działania gradientowej struktury antyrefleksyjnej o takich parametrach jest przedstawiona na rys. 5.8.



Rysunek 5.8: Efektywność zoptymalizowanej gradientowej warstwy antyrefleksyjnej.

Zastanawiający może być efekt porównania otrzymanych wyników z wykresem przedstawionym na rys. 5.4(b), gdzie symulowana struktura o wysokości 542 nm charakteryzuje się dużo wyższą efektywnością. W początkowych symulacjach posługiwano się wartościami zaproponowanymi w [Kana13] (średnica 521 nm) i nie brano pod uwagę ograniczeń używanego układu. Otrzymanie pojedynczych obiektów o większej średnicy jest oczywiście możliwe — w tym celu należałoby drukować je nie za pomocą naświetlenia jednej, lecz dwóch (lub większej ilości) nakładających się na siebie linii [Stau10]. W tej pracy zdecydowano się jednak na pozostanie przy pojedynczych naświetleniach ze względu na prostotę tego rozwiązania przy wciąż zadowalającej efektywności.

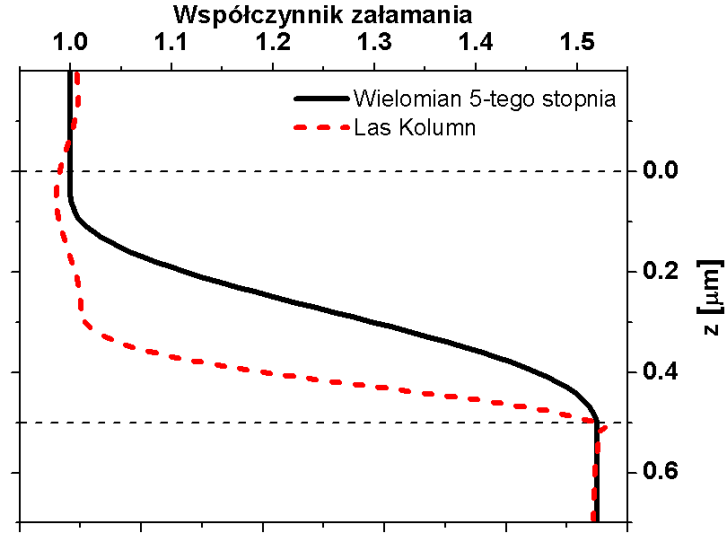
Kolejną wątpliwość nasuwa wartość długości fali, dla której krzywa przyjmuje minimum. Okazuje się jednak, że znowu kluczową rolę odgrywa średnica słupka. Dla rozważanych wartości można było znaleźć parametry, dla których krzywa ma minimum dla 1550 nm, jednakże wielkość odbicia w takim przypadku była wciąż wyższa niż na rys. 5.8.

Ze względu na swoją periodyczność, struktura ma oczywiście naturę transmisyjnej siatki dyfrakcyjnej. Należy się upewnić czy optymalna wartość odległości między pojedynczymi obiektami zapewnia spełnienie warunku na wyeliminowanie wszystkich, oprócz zerowego, rzędów dyfrakcji. Dla znalezionych wartości, równanie 4.4 określa maksymalną wartość odległości jako równą 926 nm. Wartość ta jest ponad dwukrotnie większa niż otrzymana, dlatego efekty dyfrakcyjne nie będą obserwowane — dla pasma telekomunikacyjnego struktura jest podfalowa.

5.2.1. Profil współczynnika załamania

Jak zostało to opisane w paragrafie 4.3.1, kształt profilu zmian współczynnika załamania wzdłuż pokrycia ma zasadnicze znaczenie dla jego efektywności. W tej pracy nie podjęto prób odtworzenia któregośkolwiek z opisanych teoretycznie profili, a jedynie wykorzystano kształt voxela, który pozwala na płynną zmianę współczynnika załamania. W paragrafie 4.3.2 pokazano, że struktury, których profile są zbliżone do zaproponowanych, optymalnych krzywych dają bardzo zadowalające wyniki. Zasadne wydaje się więc porównanie przebiegu zmian współczynnika załamania projektowanej struktury (Las Kolumn) z którymś z profili opisanych w 4.3.1. Rysunek 5.9 przedstawia porównanie z profilem opisany wielomianem

piątego stopnia. Przerywanymi liniami zaznaczony jest obszar, w którym znajduje się struktura.



Rysunek 5.9: Porównanie profilu zmian współczynnika załamania projektowanej struktury z profilem wielomianowym (piątego stopnia). Struktura o wysokości 500 nm wyprodukowana jest na granicy ośrodków o współczynnikach załamania odpowiednio 1,5 i 1.

Profil współczynnik załamania $n(z)$ został odzyskany za pomocą symulacji wykonanej w programie MEEP. Mierzone jest przesunięcie fazowe fali dla punktów o różnym położeniu na osi Z (od 0 do 1), a efektywny współczynnik załamania to jego pochodna.

$$\Phi(l) = \int_0^l n(z) dz = \frac{\varphi(l) - \varphi(0)}{2\pi} \lambda \quad (5.1)$$

$$n(l) = \frac{d\Phi(l)}{dl} \quad (5.2)$$

Różnica faz została wyznaczona za pomocą transformaty Fouriera pola elektrycznego $E_x(t)$ w dwóch punktach na osi Z. Źródłem widocznych na wykresie oscylacji jest interferencja fali padającej z częściowo odbitą falą wewnątrz struktury.

Autorem opisanych na rys. 5.9 wyników symulacji jest dr Jakub Haberko (Wydział Fizyki i Informatyki Stosowanej, Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie).

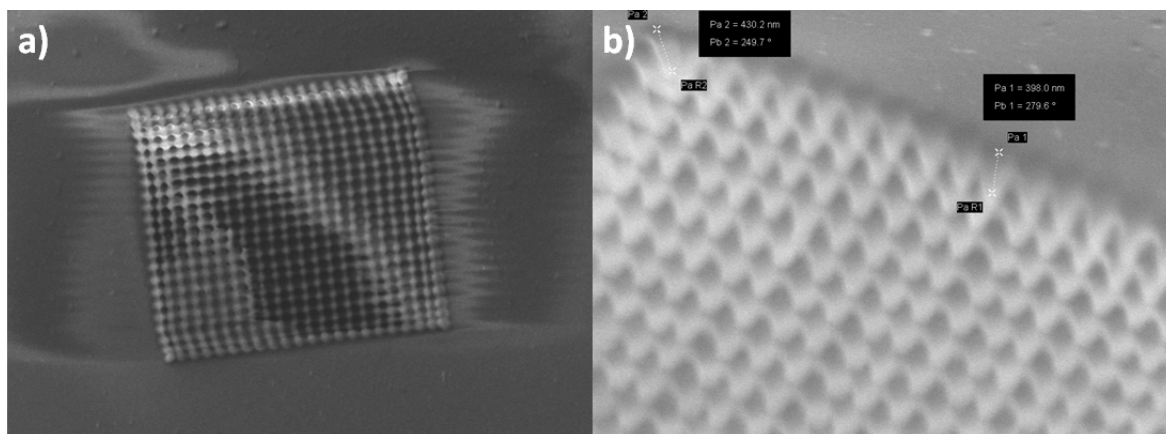
5.3. Wytwarzanie struktur gradientowych na światłowodzie

Struktura scharakteryzowana przez optymalne parametry opisane w tabeli 5.1 ma kształt części voxela. Dlatego możliwe jest jej wytworzenie poprzez serię pojedynczych ekspozycji, tj. utwardzenie pojedynczych punktów wiązką zogniskowaną dokładnie na granicy powierzchni włókno - rezyst. Jednakże, ze względu na niedostateczną dokładność przy określaniu tej pozycji (patrz paragraf 3.3.1) zdecydowano się na inną metodę. Zamiast pojedynczych punktów drukowane są pionowe linie o wysokości $1\ \mu m$ (jak w standardowym Lesie Kolumn o takiej wysokości)¹. Druk przeprowadzany jest w kierunku zmniejszającej się pozycji Z, natomiast

¹Całkowita długość utwardzonej w kropli linii wynosiłaby zatem $2\ \mu m$: linia o długości $1\ \mu m$ i wysokość jednego voxela równa $1\ \mu m$.

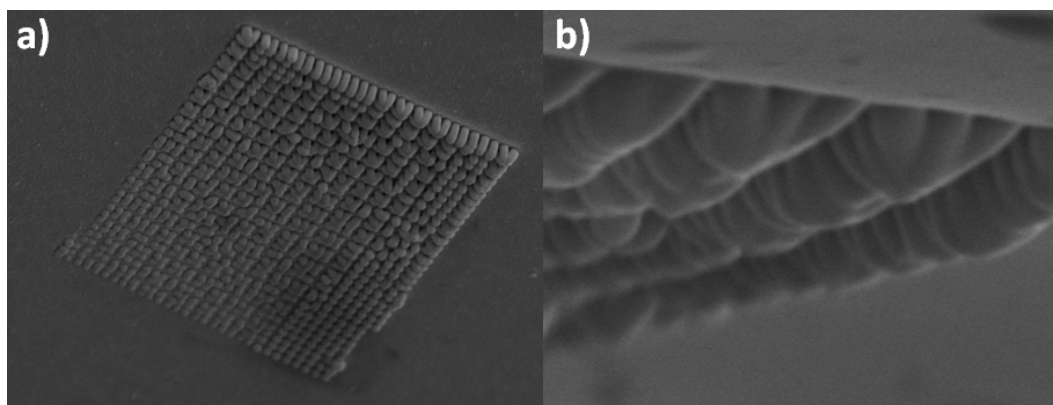
punkt startowy zostaje ustalony na takiej pozycji *Z wewnątrz* światłowodu, aby po ukończeniu drukowania linii odpowiednia część voxela utwardziła rezyst *na zewnątrz* włókna, na jego czole. Użycie tej metody nie powoduje znacznego wydłużenia procesu — wydrukowanie kwadratowej macierzy o 22 rzędach tą metodą zajmuje ok. 3 minut.

Aspekty opisane w paragrafie 3.3 w znacznym stopniu utrudniły wyprodukowanie struktury o oczekiwanych parametrach oraz osiągnięcie znaczącej powtarzalności przy wytwarzaniu kolejnych próbek. Jak pokazuje wykres na rys. 5.4(b), zmiana wysokości słupka o ok. 200 nm powoduje znaczące zmiany efektywności struktury. Z tego powodu, dokładność znajdowania pozycji powierzchni światłowodu jest w przypadku druku tej struktury bardzo istotna. Oszacowana dokładność metody znajdowania powierzchni wynosi ok. ± 200 nm, jednak dla niektórych próbek (nie udało się ustalić powodu tego zachowania) jest znacząco niższa. Konsekwencją tego było otrzymywanie struktur o wysokości znacząco przewyższającej projektowane 450 nm (punkt startowy zbyt nisko), lub też brak jakichkolwiek efektów (punkt startowy zbyt wysoko, wiązka na całej długości linii wewnątrz włókna). Ten problem uniemożliwił otrzymanie jakiegokolwiek powtarzalności procesu i wymagał wytwarzania struktur metodą prób i błędów. Za każdym razem konieczne jest charakteryzowanie struktury za pomocą mikroskopu optycznego (brak możliwości określenia wysokości i innych parametrów struktury) lub też mikroskopu SEM. W drugim przypadku konieczna jest obserwacja włókna bez uprzedniego pokrycia warstwą złota. W używanym mikroskopie jest to możliwe, jednak jakość obrazu drastycznie spada (patrz rys. 5.10). Utrudnia to dokładne określenie parametrów obiektu, jednakże pozwala dokonać pierwszego przybliżenia bez niszczenia właściwości optycznych pokrycia (warstwa złota wprowadza duże odbicie).



Rysunek 5.10: Zdjęcia wykonane mikroskopem SEM bez pokrycia próbki warstwą złota.

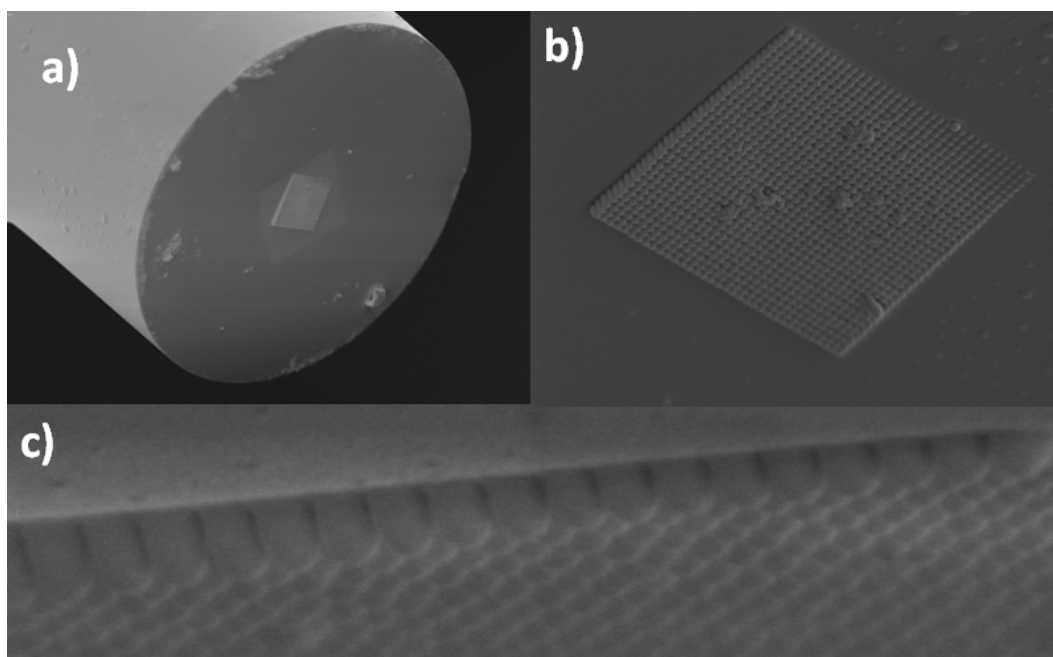
Innym problemem jest zlepianie się słupków w trakcie wywoływania. Efekt ten zachodzi szczególnie często w przypadku wysokich obiektów ($h > 1 \mu m$), które mają tendencję do łączenia się w grupy (patrz rys. 5.11). Kolejną przeszkodą w uzyskaniu pokrycia o wysokiej jakości są zanieczyszczenia widoczne m.in. na rys. 5.12(b). W celu ich uniknięcia należy dołożyć szczególnych starań aby w trakcie drukowania układ był odizolowany od jakichkolwiek drgań, które mogą powodować względne przesunięcia próbki i obiektu. Większość widocznych artefaktów to grupy pozlepianych słupków o dużo wyższej wysokości, które powstały najprawdopodobniej właśnie na skutek drgań.



Rysunek 5.11: Łączenie się pojedynczych elementów struktury w grupki. Zdjęcia wykonane mikroskopem SEM.

Struktura powinna całkowicie pokrywać rdzeń włókna, dlatego jej środek znajduje się w centrum włókna. Ze względu na wysoką precyzję stolika piezo kontrolującego ruch w płaszczyźnie XY możliwe jest wybranie dowolnego punktu startowego druku z nanometrową dokładnością.

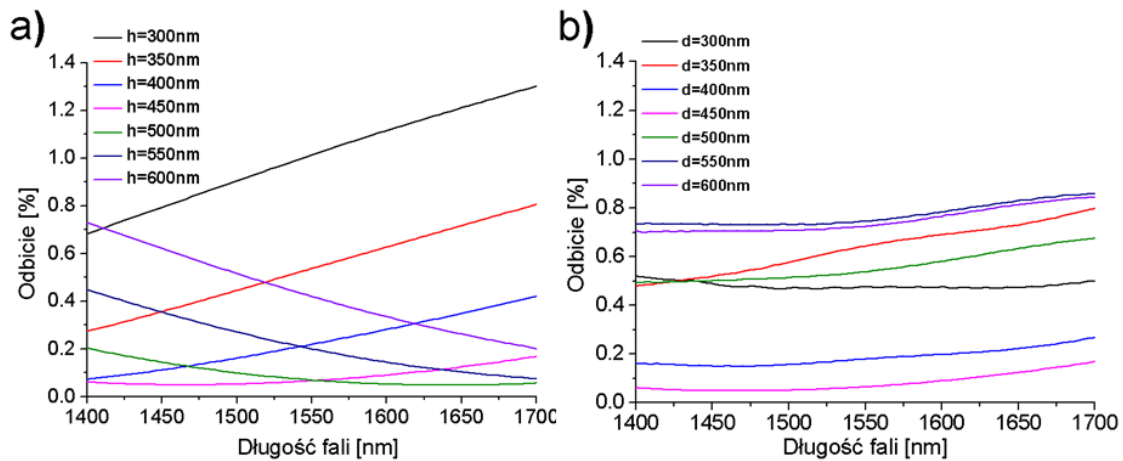
Ostatnią ważną kwestią jest nachylenie powierzchni włókna. Przy każdej próbie przeprowadzana była procedura korekcji (dokładnie opisana w paragrafie 3.3.3), jednakże nigdy nie udało się całkowicie wyeliminować tego błędu. Konsekwencją jest oczywiście zmiana wysokości poszczególnych elementów w zależności od położenia, co w krańcowym przypadku może doprowadzić do wydrukowania tylko części struktury (patrz rys. 3.7). Na rys. 5.12 widoczna jest macierz słupków, w której najwyższy obiekt ma wysokość ok. 800 nm, natomiast najniższy jest ledwie widoczny i ma wysokość ok. 50 nm.



Rysunek 5.12: Konsekwencje nachylenia włókna w trakcie druku — wysokość słupków zmienia się wzdłuż struktury od ok. 800 nm do ok. 50 nm. Zdjęcia wykonane mikroskopem SEM.

5.3.1. Tolerancja gradientowej struktury AR na niedoskonałości

Jak zostało to przedstawione w poprzednim paragrafie, praktycznie niemożliwe jest wyprodukowanie struktury wiernie odpowiadającej zaprojektowanym parametrom. Co więcej, niektóre parametry (np. wysokość) mogą się w istotny sposób zmieniać wzdłuż struktury. Z tego powodu konieczne było zbadanie funkcjonowania pokrycia również w przypadkach odbiegających od optymalnego. W tym celu porównano wyniki symulacji pokryć o różnej wysokości przy stałej wartości odległości pomiędzy pojedynczymi obiektami (rys. 5.13(a)) oraz dla zmiennej odległości przy stałej wysokości (rys. 5.13(b)).



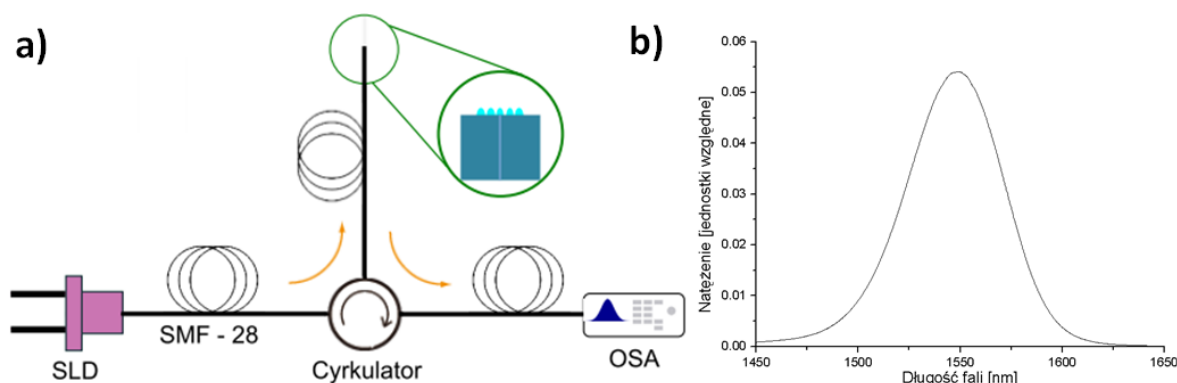
Rysunek 5.13: Porównanie efektywności struktury dla różnych wartości wysokości h przy stałej odległości $d = 450 \text{ nm}$ (a) oraz dla różnych wartości odległości d przy stałej wysokości $h = 450 \text{ nm}$ (b) (wyniki z pracy [Kowa14]).

W wykorzystywanym układzie przesunięcia w płaszczyźnie XY kontrolowane są przez bardzo dokładny stolik piezo, co umożliwia odpowiednią kontrolę nad parametrem odległości. Drugi wykres przedstawiony więc został jedynie w celach poglądowych.

Oczywiście wraz z oddalaniem się od zaprojektowanych parametrów efektywność pokrycia ulega pogorszeniu. Jednakże nawet przy znaczących różnicach rzędu 100 nm działanie struktury jest wciąż zadowalające i pozwala na kilkunastokrotne zmniejszenie odbicia w stosunku do przypadku bez pokrycia (3,53% dla $\lambda = 1550 \text{ nm}$). Okazuje się, że struktura wykazuje się stosunkowo dużą tolerancją na niedoskonałości i chociaż zmiana istotnych własności pogarsza jej parametry, to jednak nie jest to zmiana krytyczna. Z tego powodu należy oczekiwać, że pokrycia, w których wysokość poszczególnych elementów nie jest stała również będą charakteryzować się istotnym zmniejszeniem strat ze względu na odbicie.

5.4. Pomiary własności gradientowych struktur AR

Ze względu na brak powtarzalności i ograniczoną kontrolę nad wysokością struktury, w celu uzyskania pokrycia o parametrach jak najbardziej zbliżonych do optymalnych, konieczne było wyprodukowanie i zbadanie dużej ilości próbek. Każdorazowo po wytworzeniu struktury mierzona była jej efektywność. W celu zmierzenia wielkości odbicia Fresnela światłowodu zaprojektowany został specjalny układ, którego schemat przedstawiony jest na rys. 5.14(a).



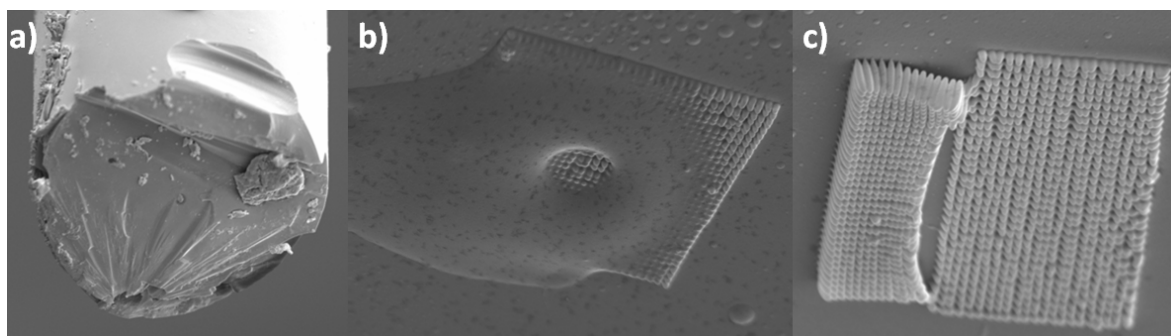
Rysunek 5.14: Schemat układu charakteryzującego efektywność pokrycia (a) i widmo używanej diody superluminescencyjnej (b).

Układ oparty jest na cyrkulatorze światłowodowym. Jest to urządzenie, które umożliwia separację sygnałów biegnących w przeciwnych kierunkach. Standardowy cyrkulator ma trzy porty: światło wprężnięte w port 1 zawsze opuszcza urządzenie portem 2, natomiast światło wprężnięte w port 2 opuszcza je portem 3. Światło superluminescencyjnej diody (SLD, widmo na rys. 5.14(b), $FWHM = 54,6 \text{ nm}$, $\lambda_0 = 1547,5 \text{ nm}$) wprężane jest do portu 1 cyrkulatora (jednomodowy dla $\lambda = 1550 \text{ nm}$, FCIR-1550-3L10-FC/APC, Haphit). Do końcówki portu 2 przyspawany zostaje kawałek światłowodu SMF-28 ze strukturą antyrefleksyjną umieszczoną na jego czole. Część światła, które ulegnie odbiciu Fresnela, opuści zatem cyrkulator portem 3. Ten port połączony jest z analizatorem widma (OSA, AQ6370C, Yokogawa), który umożliwia uzyskanie charakterystyki odbitej wiązki. Aby odzyskać współczynnik odbicia (R_c) konieczne jest zmierzenie całkowitego natężenia światła z diody (wzór 4.3). W tym celu mierzono odbicie od włókna bez pokrycia (port 3) i sumowano je ze zmierzonym natężeniem światła opuszczającego w takim przypadku port 2 (bezpośredni pomiar światła z diody nie uwzględnia strat doznawanych na cyrkulatorze). Porównawczy pomiar współczynnika odbicia od „gołego” światłowodu (R_{uc}) wykorzystywany był następnie w celu określenia efektywności pokrycia AR (R_{uc}/R_c).

5.5. Wyniki pomiarów gradientowych struktur AR

W celu otrzymania pokrycia o jak najlepszych właściwościach wyprodukowano i scharakteryzowano przy użyciu wyżej opisanego układu ok. 30 próbek. W tym paragrafie przedstawione są najciekawsze wyniki i wnioski.

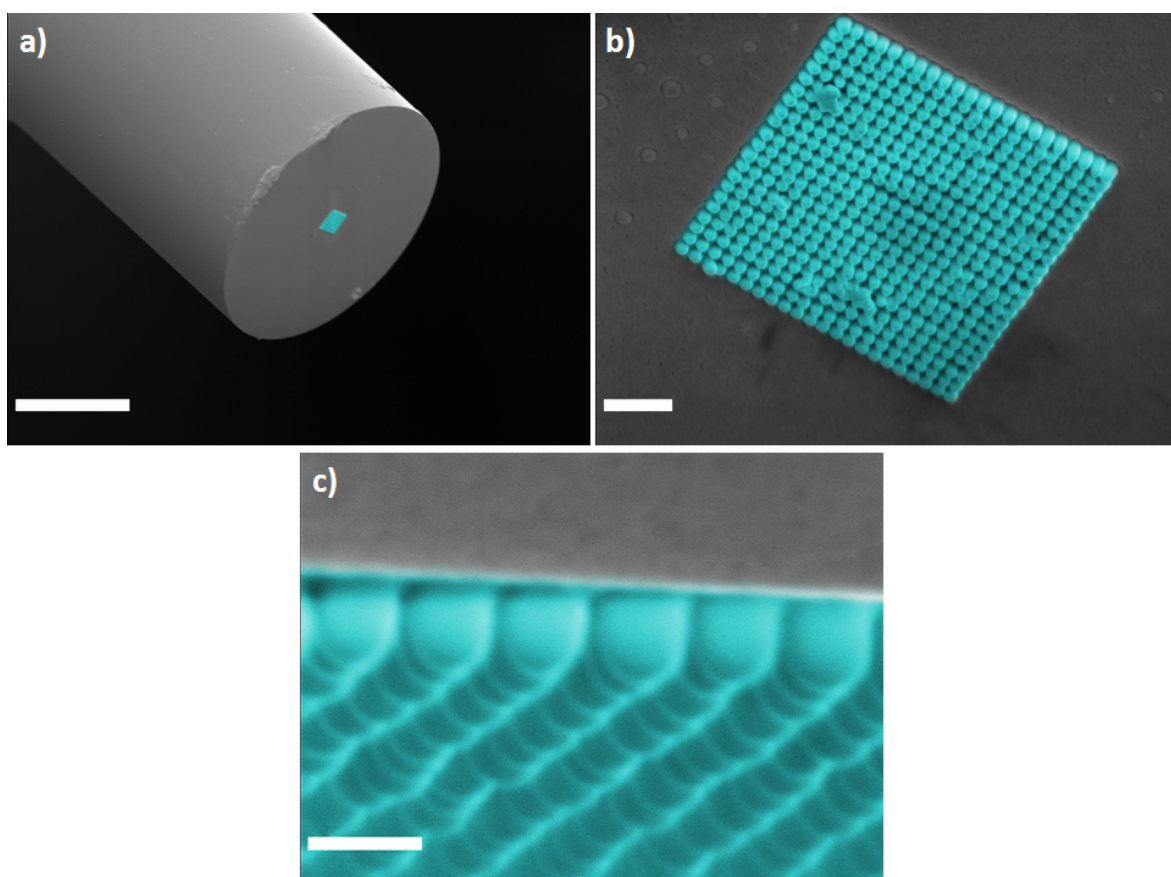
Po przeprowadzeniu pomiarów odbicia konieczne jest przeprowadzenie analizy struktury oraz czoła światłowodu przy użyciu mikroskopu SEM. Wielokrotnie pomiary odbicia dawały bardzo obiecujące rezultaty, jednak w niektórych przypadkach nie było to spowodowane wysoką jakością pokrycia, lecz przeciwnie — uszkodzeniami struktury lub samego włókna. W takim przypadku zmniejsza się ilość strat ze względu na odbicie Fresnela, lecz wiązka rozprasza się na niedoskonałościach, jej kształt zostaje zaburzony, a całkowite straty oczywiście rosną. Niezbędnym wymogiem jest całkowity brak zmian wprowadzonych przez pokrycie w strukturze wiązki. Jako że samo badanie włókna z pokryciem przy użyciu mikroskopu SEM może wydawać się niewystarczające, dokonano również bezpośredniego pomiaru kształtu wiązki po przejściu przez strukturę. Wyniki przedstawione są w paragrafie 5.5.2.



Rysunek 5.15: Nie wszystko struktura AR co do tyłu nie świeci. Przykłady próbek, które w znacznym stopniu zmniejszały zmierzony współczynnik odbicia, lecz nie ze względu na wysoką efektywnością pokrycia, a uszkodzenie włókna (a) lub struktur (b, c).

5.5.1. Najlepsza próbka

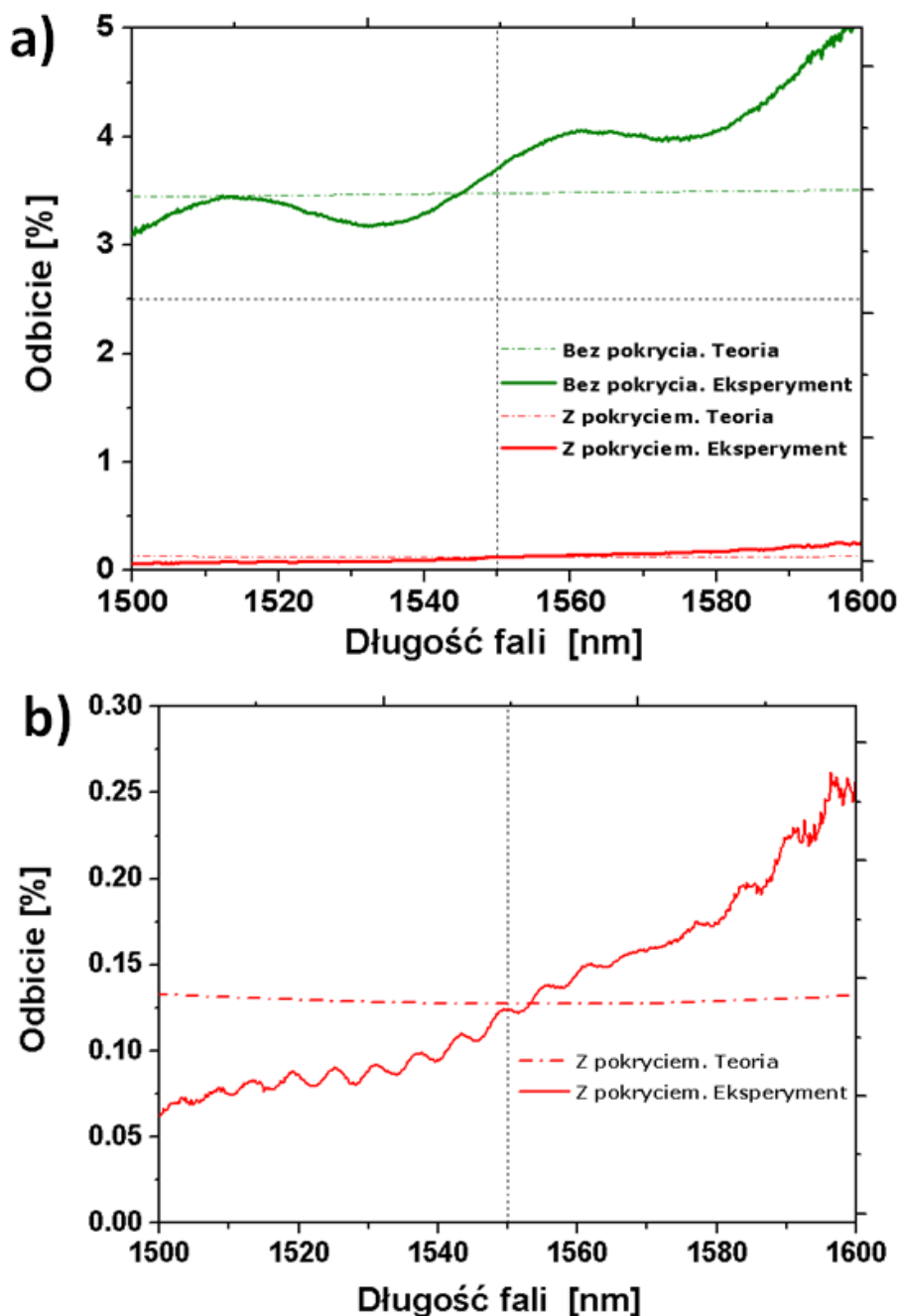
Ze względu na opisane wyzwania eksperymentalne, ze zbioru wszystkich próbek, które zostały wykonane, tylko kilka miało formę zbliżoną do projektowanej (tabela 5.1). Struktura, której parametry (tabela 5.2) najlepiej odpowiadają optymalnym, zgodnie z oczekiwaniami charakteryzuje się zarazem najwyższą efektywnością.



Rysunek 5.16: Zdjęcia struktury antyrefleksyjnej wykonane mikroskopem SEM. Skala wynosi odpowiednio: 50, 2 i $0,5 \mu m$. Kolory zmienione w celu zwiększenia przejrzystości rysunku (zdjęcia z pracy [Kowa14]).

Odległość między słupkami, d	450 nm
Średnica słupka	$367 \pm 7 \text{ nm}$
Wysokość słupka, h	$280\text{--}520 \text{ nm}$

Tablica 5.2: Parametry wytworzonej struktury antyrefleksyjnej widocznej na rys. 5.16.



Rysunek 5.17: Pomiar efektywności struktury antyrefleksyjnej widocznej na rys. 5.16. Porównanie odbicia dla światłowodu bez i z pokryciem (a). Liniami przerywanymi zaznaczone wyniki symulacji dla odpowiednich przypadków (teoria). Powiększone porównanie wyników pomiarów i symulacji dla włókna z pokryciem (b) (wyniki z pracy [Kowa14]).

Zdjęcia SEM struktury wyprodukowanej na czole światłowodu przedstawia rys. 5.16. Również w tym przypadku nie udało się w pełni zredukować problemu nachylenia próbki, które wynosiło $0,85^\circ$ i $0,52^\circ$ dla osi X i Y. Spowodowało to zmianę wysokości słupków między 280 a 520 nm, co z kolei odpowiada zmianom średnicy u podstawy ± 7 nm. Widoczne jest także, że nie udało się uniknąć zanieczyszczających artefaktów. Pomimo tego faktu oraz zmieniającej się wzdłuż pokrycia wysokości słupków, uzyskano bardzo dobrą efektywność. Wyniki pomiarów przedstawione są wykresach na rys. 5.17. Dla długości fali $\lambda = 1550$ nm odbicie zostało zmniejszone prawie 30-krotnie do 0,12% i nie przekracza 0,27% dla zakresu 1500–1600 nm.

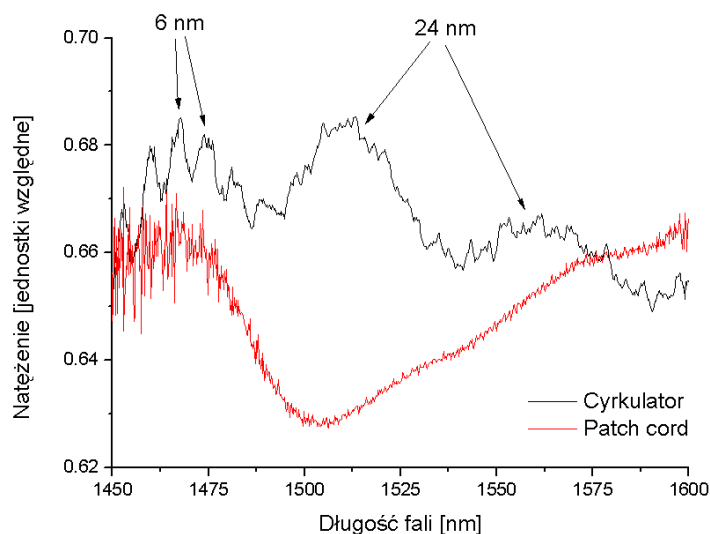
5.5.1.1. Porównanie pomiarów z symulacjami

Wyniki pomiarów widoczne na rys. 5.17 porównane zostały z wynikami symulacji. W przypadku symulowania propagacji przez włókno z pokryciem użyte zostały zmierzone wartości jego parametrów (tabela 5.2). W pierwszym przybliżeniu wyniki są podobne, jednak widoczne na wykresach różnice są zastanawiające. W przypadku pomiarów dla włókna bez pokrycia krzywa jest nachylona i występują charakterystyczne oscylacje o okresie ok. 24 nm. Ta sama tendencja występuje w przypadku włókna z pokryciem — dodatkowo pojawiają się oscylacje o mniejszym okresie ok. 6 nm. Ze względu na nie długookresowe oscylacje nie są na pierwszy rzut oka widoczne, jednak dokładniejsza analiza potwierdza, że krzywa jest dodatkowo zmodulowana również z okresem 24 nm.

Efekty oscylacji mogą być konsekwencją występowania etalonów wewnątrz układu pomiarowego. Na cyrkulatorze lub na złączach pomiędzy poszczególnymi elementami układu mogą tworzyć się mikrorezonatory Fabry-Perot, które powodują opisane modulacje. Ich okres $\Delta\lambda$ definiowany jest między innymi przez długość rezonatora l ($2nl$ to całkowita droga optyczna przebyta w rezonatorze przy jednym odbiciu):

$$\Delta\lambda = \frac{\lambda_0^2}{2nl} \quad (5.3)$$

Dla szkła o współczynniku załamania $n = 1,5$ i centralnej długości fali $\lambda_0 = 1550$ nm daje to długości rezonatorów ok. $33 \mu\text{m}$ i $133 \mu\text{m}$ (odpowiednio dla $\Delta\lambda = 24$ nm i 6 nm).



Rysunek 5.18: Pomiary transmisji przez cyrkulator i przez kabel światłowodowy (Patch cord). W przypadku usunięcia z układu cyrkulatora charakterystyczne oscylacje znikają.

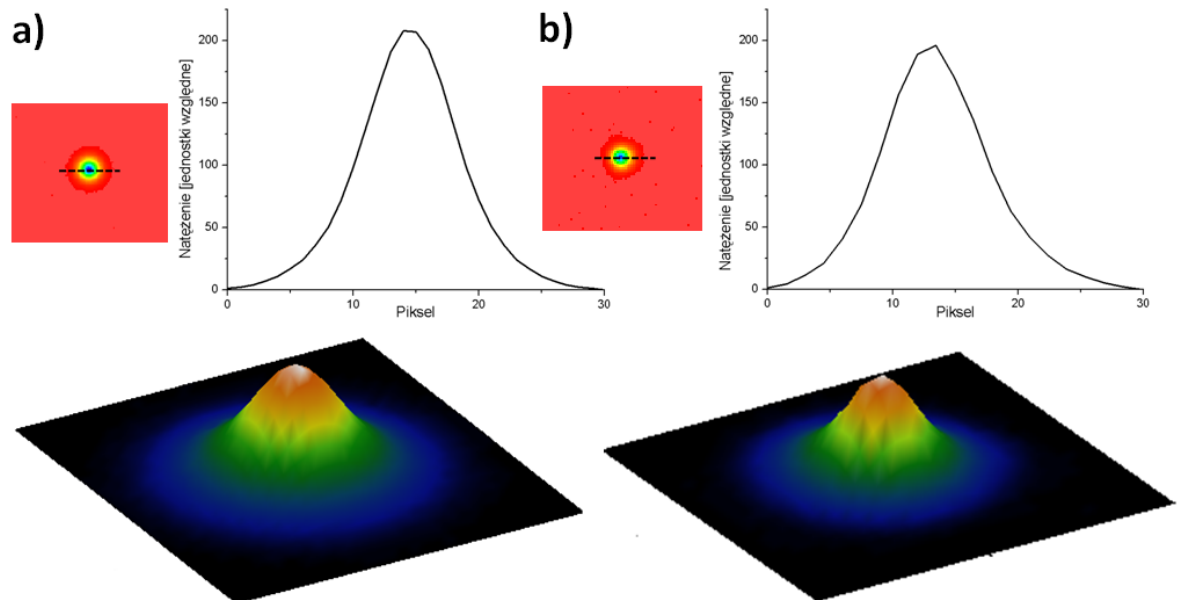
W celu określenia elementu generującego oscylacje przeprowadzono pomiar transmisji przez układ pomiarowy i wyniki porównano z przypadkiem, gdy cyrkulator został zastąpiony kablem światłowodowym (patch cord). Na rys. 5.18 widoczne jest, że w przypadku usunięcia cyrkulatora zarówno krótko, jak i długookresowe modulacje znikają. Należy więc wnioskować, że nie złącza, ale właśnie ten element wprowadza efekty interferometryczne.

Nie tłumaczy to jednak nachylenia krzywej — najprawdopodobniej jest to konsekwencja spektralnych właściwości cyrkulatora, który został zaprojektowany na 1550 nm.

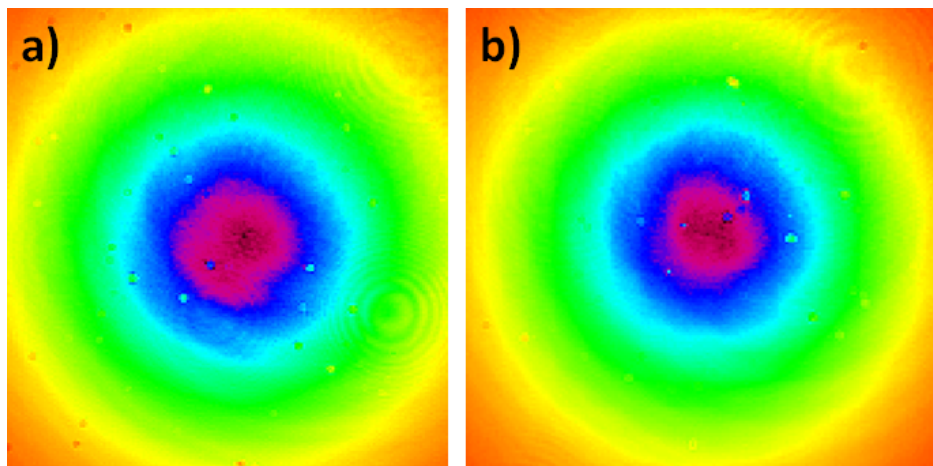
5.5.2. Jakość wiązki

Odbicie zostało znacznie zmniejszone w przypadku użycia pokrycia, jednakże pomiary wykonane przy użyciu analizatora widma nie mówią nic o kształcie wiązki opuszczającej włókno. Struktura nie powinna wprowadzać dyfrakcji, ponieważ spełniony jest warunek opisany wzorem 4.4. W celu upewnienia się, że tak jest w rzeczywistości i że struktura wiązki nie jest zaburzona dokonano porównania zdjęć wiązek wychodzących ze światłowodu bez i z pokryciem. Do światłowodu sprzęgnięte zostało światło lasera o długości fali 1550 nm, dzięki czemu w badanym włóknie nie propagują się wyższe mody i możliwa jest obserwacja tylko podstawowego, gaussowskiego modu TEM_{00} . Odległość włókna od matrycy kamery (InGaAs, Xeva-1.7-320, XenICs) była kontrolowana przy pomocy stolika przesuwanego.

Rysunki 5.19 i 5.20 przedstawiają zdjęcia wiązek emitowanych przez światłowód bez (a) i ze strukturą wydrukowaną na jego czole (b) umieszczony odpowiednio w odległości 3 cm i 200 μm od matrycy kamery. W celu jeszcze bardziej klarownego zobrazowania wyników na rys. 5.19 dołączone zostały trójwymiarowe mapy natężenia pikseli zdjęć oraz wykresy przedstawiające przekroje przez zdjęcie wiązek.



Rysunek 5.19: Zdjęcia wiązki emitowanej przez światłowód bez (a) i z opisywanym pokryciem antyrefleksyjnym (b). Wykresy przedstawiają przekrój przez przerywaną linię widoczną na zdjęciu. Poniżej trójwymiarowe mapy natężenia pikseli odpowiadające poszczególnym zdjęciom. Czoło włókna znajdowało się w odległości ok. 200 μm od matrycy kamery.



Rysunek 5.20: Zdjęcia wiązki emitowanej przez światłowód bez (a) i z opisywanym pokryciem antyrefleksyjnym (b). Czoło włókna znajdowało się w odległości ok. 3 cm od matrycy kamery. Punkty widoczne na zdjęciach to wadliwe piksele w matrycy kamery.

Niezależnie od odległości włókna od kamery nie stwierdzono występowania jakichkolwiek, wyższych niż zerowy, rzędów dyfrakcyjnych. Co więcej, struktura AR nie zaburza w istotny sposób kształtu wiązki, która po przejściu przez nią zachowuje kształt podstawowego modu gaussowskiego.

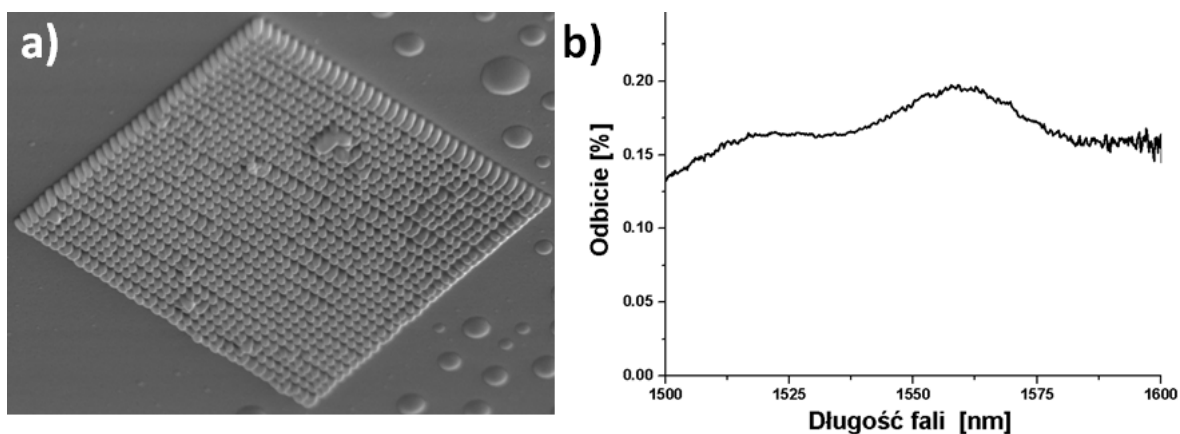
Natężenia wiązek (dane przez natężenie pikseli na kamerze) były porównywalne, co oznacza, że materiał, z którego wykonana jest struktura nie absorbuje światła w badanym zakresie częstości. Aby potwierdzić tę tezę wykonano pomiar transmisji wiązki przez warstwę utwardzonego rezystu o grubości ok. $170\text{ }\mu\text{m}$. Warstwę uzyskano poprzez utwardzenie kropli żywicy umieszczonej między dwoma szkiełkami mikroskopowymi; wyniki porównano z transmisją przez dwa złączone szkiełka bez rezystu. Nie stwierdzono istotnych różnic, dlatego przyjęto, że materiał jest przezroczysty dla używanej długości fali (1550 nm).

5.5.3. Inne próbki gradientowych struktur AR

W tym paragrafie przedstawione są wyniki pomiaru efektywności dwóch innych próbek, których parametry w większym stopniu odbiegają od optymalnych. Na wykresach nie przedstawiono wyników pomiarów dla włókna bez pokrycia, gdyż były one analogiczne do wyników widocznych na rys. 5.17. Obie próbki są kwadratowymi macierzami równoodległych słupków o 35 rzędach.

• Próbka 1

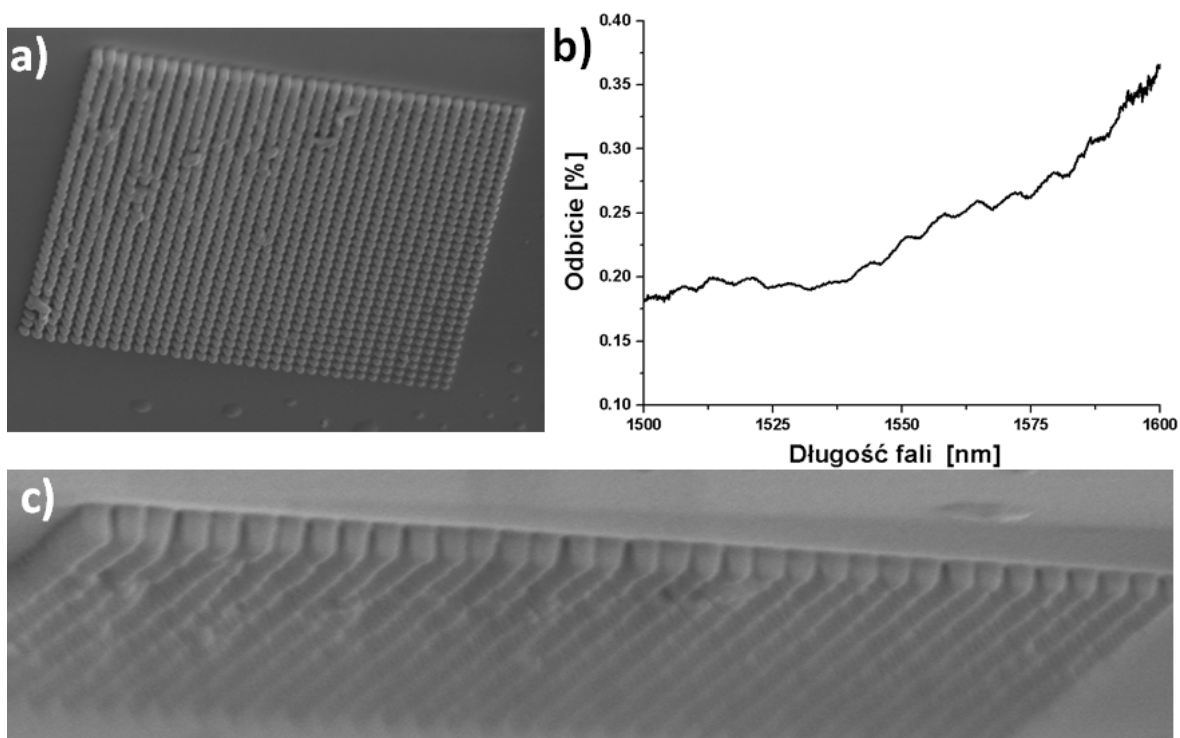
Wysokość słupków tej struktury jest dużo wyższa niż optymalne 450 nm i mieści się w przedziale $700\text{--}800\text{ nm}$. Widoczne jest również, że dwa ostatnie rzędy w prawej części rysunku są skleione — nie powinno to jednak wpływać na działanie pokrycia, ponieważ jest to obszar położony poza rdzeniem. Warto zauważyć, że mimo pogorszenia efektywności dla $\lambda = 1550\text{ nm}$ w stosunku do wyników przedstawionych na rys. 5.17 odbicie nie przekracza $0,2\%$ w mierzonym zakresie spektralnym



Rysunek 5.21: Zdjęcia SEM struktury (a) i wyniki pomiarów jej efektywności (b). Odległość między słupkami wynosi 450 nm.

• Próbka 2

Próbka charakteryzuje się dużym gradientem wysokości słupków, która zmienia się w przedziale 300–700 nm. Mimo to, efektywność struktury jest zbliżona do analizowanej w paragrafie 5.5.1.



Rysunek 5.22: Zdjęcia SEM struktury (a, c) i wyniki pomiarów jej efektywności (b). Odległość między słupkami wynosi 450 nm.

Pomimo parametrów znacznie odbiegających od projektowanych działanie obu próbek pozwala na co najmniej kilkunastokrotne zmniejszenie współczynnika odbicia na analizowanym zakresie widmowym. Potwierdza to przedstawione w paragrafie 5.3.1 teoretyczne rozważania dotyczące tolerancji pokrycia na zmianę jego istotnych parametrów.

5.6. Podsumowanie

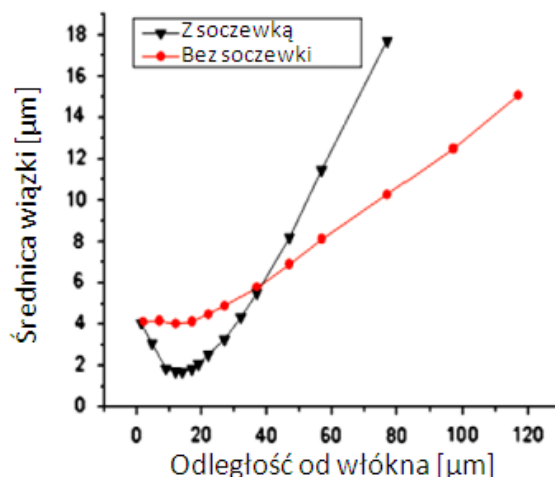
Podsumowując przedstawione wyniki, zaprojektowano gradientowe pokrycie antyrefleksyjne, które w prosty sposób może zostać wyprodukowane na czole światłowodu przy użyciu fotolitografii 3D. Przeprowadzono szereg symulacji w celu odzyskania optymalnych parametrów struktury dla telekomunikacyjnej długości fali 1550 nm. Ze względu na ograniczenia układu nie udało się wiernie odtworzyć zaprojektowanego pokrycia, jednak pokazano, że pokrycie tego typu charakteryzuje się wysoką tolerancją na niedoskonałości. Wykonane pokrycie umożliwia prawie 30-krotnie zmniejszenie odbicia Fresnela światłowodu SMF-28 do 0,12% i jednocześnie nie zaburza struktury wiązki.

Opisana metoda powinna zostać w przyszłości udoskonalona w celu uzyskania lepszych wyników, a przede wszystkim zwiększenia powtarzalności procesu. Możliwe jest wyprodukowanie macierzy słupków o większej średnicy poprzez druk za pomocą dwóch (lub większej liczby) nakładających się na siebie linii. Zgodnie z przeprowadzonymi symulacjami umożliwiłoby to dalsze polepszenie efektywności pokrycia. Interesujące byłoby również opracowanie charakterystyki struktur dla szerszego zakresu widma np. poprzez zastąpienie diody superluminescencyjnej źródłem supercontinuum. Wyniki zaprezentowane w paragrafie 4.3.2 pokazują, że gradientowe struktury odbiciowe powinny działać również dla dużego zakresu kątów padania i bez względu na polaryzację. Te własności mogą zostać zbadane poprzez pomiary przeprowadzone na strukturze wytworzonej na szkiełku.

Rozdział 6

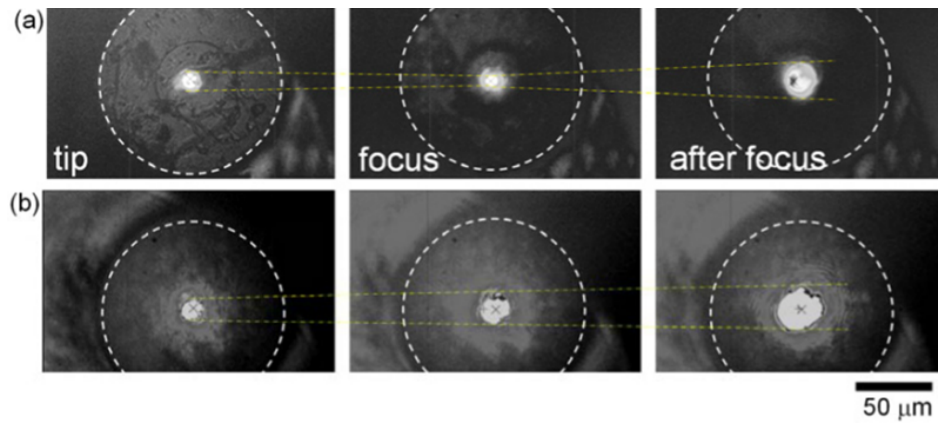
Mikrosoczewki

Mikrosoczewki były jednymi z pierwszych struktur mikrooptycznych, które próbowano zintegrować z włóknami optycznymi. Wiązka propagująca się w światłowodzie jednomodowym ma rozmiary rzędu kilku mikronów odpowiadające w przybliżeniu wielkości rdzenia. Natychmiast po opuszczeniu włókna światło silnie się rozbiega z charakterystycznym kątem emisji określonym przez wartość apertury numerycznej. Zastosowanie soczewek skupiających pozwala na zwiększenie efektywności sprzęgania światła do włókna. W obrazie optyki geometrycznej oznacza to, że zwiększa się zakres akceptowalnych kątów padania promieni na rdzeń, co z kolei odpowiada wyższej aperturze numerycznej. Wiązka emitowana przez światłowód z soczewką powinna więc charakteryzować się większą rozbieżnością — tak jest w istocie, co przedstawiają rys. 6.1 i 6.2 (zdjęcia i wykres pochodzą z różnych prac i nie odnoszą się do tego samego eksperymentu).



Rysunek 6.1: Wielkość wiązki opuszczającej światłowód w zależności od odległości dla włókna z płasko-wypukłą soczewką o promieniu krzywizy $7\ \mu\text{m}$ (czarna krzywa) i bez niej (czerwona) [Cojo10].

Widoczna jest różnica między charakterystycznym rozbieganiem się wiązki opuszczającej włókno bez struktury i propagacją światła przechodzącego przez soczewkę. Wiązka najpierw ogniskowana jest do rozmiarów mniejszych niż w standardowym przypadku, a następnie silnie się rozbiega. Warto zwrócić uwagę na niewielką wartość odległości ogniska od czubka światłowodu, co wynika z promienia krzywizny równego $7\ \mu\text{m}$ (rys. 6.1).



Rysunek 6.2: Wielkość wiązki na czole włókna (tip), w odległości $33\mu m$ (ogniskowa soczewki) oraz $100\mu m$ od niego dla włókna z płasko-wypukłą soczewką (a) i bez niej (b) [Mali10].

Parametry wiązki emitowanej przez jednomodowy światłowód przez soczewkę można znaleźć korzystając z obrazu propagacji wiązek gaussowskich. Znając własności początkowe (na wyjściu ze rdzenia) można przy pomocy standardowej metody macierzy ABCD znaleźć wielkość przewężenia wiązki, jej położenie czy zasięg Rayleigha. Odpowiednie równania przedstawione są w [Lee85] i pozwalają znaleźć zarówno propagację wiązki, jak i optymalną wartość promienia krzywizny soczewki płasko-wypukłej, dla której ognisko przyjmuje najmniejsze rozmiary.

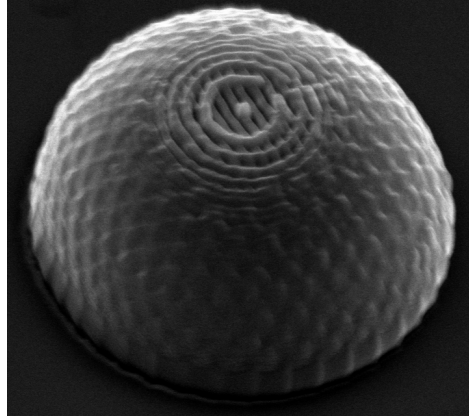
Ze względu na zastosowania oraz ciekawe własności wiązek emitowanych przez włókna z soczewką zdecydowano się podjąć próbę wyprodukowania takich struktur przy użyciu układu DLW.

6.1. Wytwarzanie mikrosoczewek przy użyciu fotolitografii 3D

W celu wytworzenia mikrosoczewki o zadanych parametrach przy użyciu układu Photonic Professional konieczne jest przygotowanie specjalnego skryptu. W przeciwieństwie do struktury antyrefleksyjnej opisanej w poprzednim rozdziale, przygotowanie takiego projektu jest nietrywialnym zadaniem. Aby wygenerować skrypt dla trójwymiarowego obiektu o dużych rozmiarach i skomplikowanej strukturze można posłużyć się dwoma metodami. Pierwszą jest utworzenie pliku przez samodzielnie napisany program, natomiast drugą wykorzystanie aplikacji Slicer. Jest to aplikacja stworzona przez firmę Nanoscribe, która konwertuje projekt 3D zapisany w formacie STL do postaci gotowej do druku. Sam projekt może zostać wykonany przy użyciu programu Autodesk Inventor bądź pokrewnego. Początkowo druga metoda wydaje się być bardzo interesująca, ponieważ zaoszczędza dużo pracy, ma jednak ona swoje poważne wady.

Zgodnie z nazwą, aplikacja Slicer służy do „szatkowania” trójwymiarowego projektu na dwuwymiarowe powierzchnie. Te z kolei zostaną wytworzone poprzez druk równoodległych linii położonych w ustalonej od siebie odległości. Aby otrzymać strukturę o dobrej jakości, konieczne jest dobranie takiego interwału, aby sąsiadujące linie pokrywały się w jak największym stopniu. Zmniejszanie odległości między nimi będzie jednak zwiększać ich liczbę i w konsekwencji czas druku. Konieczne jest zatem znalezienie optymalnej wartości interwału w zależności od jakości powierzchni jaka jest wymagana. Oprócz tego kluczowe jest również znalezienie odpowiedniego sposobu druku, czyli metody dzielenia obiektu 3D na powierzchnie i linie. Slicer umożliwia jedynie 3 najprostsze możliwości cięcia: wzdłuż każdej z osi X, Y

i Z. Jest to wystarczające w przypadku struktury takiej jak np. sześcian, lecz nie przyniesie dobrych rezultatów przy druku obiektów sferycznych. Rysunek 6.3 przedstawia soczewkę płasko-wypukłą wydrukowaną przy użyciu tej aplikacji — widoczna jest niedostateczna jakość powierzchni obiektu.



Rysunek 6.3: Zdjęcia SEM soczewki płasko-wypukłej wydrukowanej z wykorzystaniem aplikacji Slicer. Średnica wynosi ok. $15\ \mu m$.

Należy zaznaczyć, że w tym przypadku interwał cięcia był zbyt duży i poprzez jego zmniejszenie można uzyskać lepsze rezultaty. Nie będą one jednak w pełni zadowalające, gdyż w przypadku cięcia osiowego zawsze występuje charakterystyczny efekt „kanciastości” struktury [Guo06]. Można go uniknąć poprzez samodzielne wygenerowanie skryptu metodą tzw. cięć radialnych. W przypadku soczewki płasko-wypukłej, która jest pewnym wycinkiem sfery, metoda ta polega na podzieleniu całego obiektu na koliste plastry — powierzchnie położone w pewnej odległości od siebie w osi Z. Pierwszy krok jest zatem standardowym cięciem osiowym, każda z powierzchni składa się jednak nie z prostych linii, ale z równoodległych, koncentrycznych okręgów.

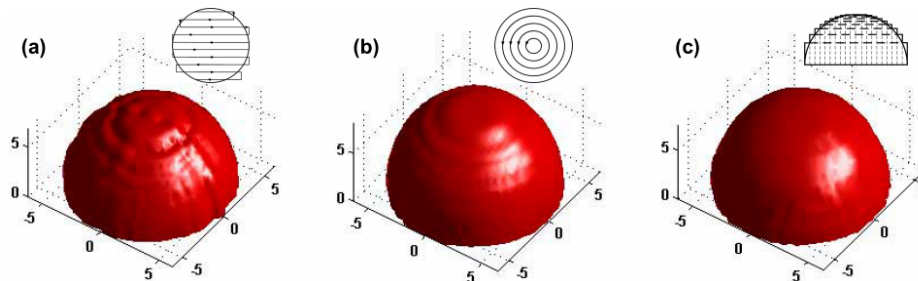
Radialny charakter druku pozwala otrzymać dużo lepszą jakość powierzchni sferycznych (patrz rys. 6.4 i 6.9), konieczne jest jednak dobranie optymalnych wartości interwału (odległości) zarówno przy cięciu radialnym, jak i osiowym. W przypadku cięcia radialnego sprawa jest stosunkowo oczywista: tak jak dla aplikacji Slicer, w celu skrócenia druku należy wybrać największą możliwą wartość, przy której otrzymana powierzchnia jest gładka. Dla cięć w osi Z wybór stałego interwału nie jest jednak optymalny. Ze względu na sferyczny kształt, gradient zmian średnicy koła — plastra będzie się zwiększał wraz z rosnącymi wartościami Z. Gładkość powierzchni będzie więc dużo gorsza w górnej części struktury. Aby rozwiązać ten problem konieczne jest wybranie zmiennego interwału, który będzie malał wraz z rosnącą pozycją Z cięcia. Rysunek 6.4 przedstawia porównanie cięcia osiowego, radialnego oraz radialnego ze zmiennym interwałem. Wysokość i-tego cięcia zmienia się zgodnie z funkcją zaproponowaną przez autorów cytowanej pracy.

$$Z_i = \sqrt{R^2 - (i\Delta xy)^2} \quad (6.1)$$

gdzie Δxy jest interwałem radialnym, natomiast R promieniem podstawy. Widoczna jest znaczna poprawa gładkości tak wydrukowanej powierzchni.

W środowisku LabView została napisana specjalna aplikacja, która umożliwia wygenerowanie skryptu definiującego płasko-wypukłą soczewkę o zadanych parametrach zgodnie z

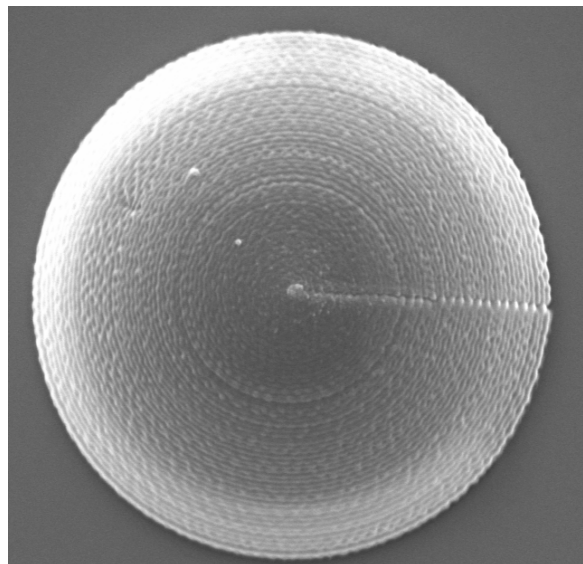
metodą cięcia radialnego z interwałem zmieniającym się według wzoru 6.1. Program przyjmuje na wejściu wartość interwału radialnego, promień krzywizny, grubość centralną oraz brzegową, natomiast na wyjściu podaje gotowy skrypt oraz obraz zaprojektowanego kształtu. Jednocześnie przygotowana została analogiczna aplikacja umożliwiaющая wydrukowanie soczewki stożkowej (axicon) o zadanych parametrach.



Rysunek 6.4: Symulacje efektów druku dla różnych metod cięcia: cięcia osiowego (a), radialnego (b) oraz radialnego ze zmiennym interwałem w osi Z (c) [Guo06].

6.1.1. Jakość powierzchni

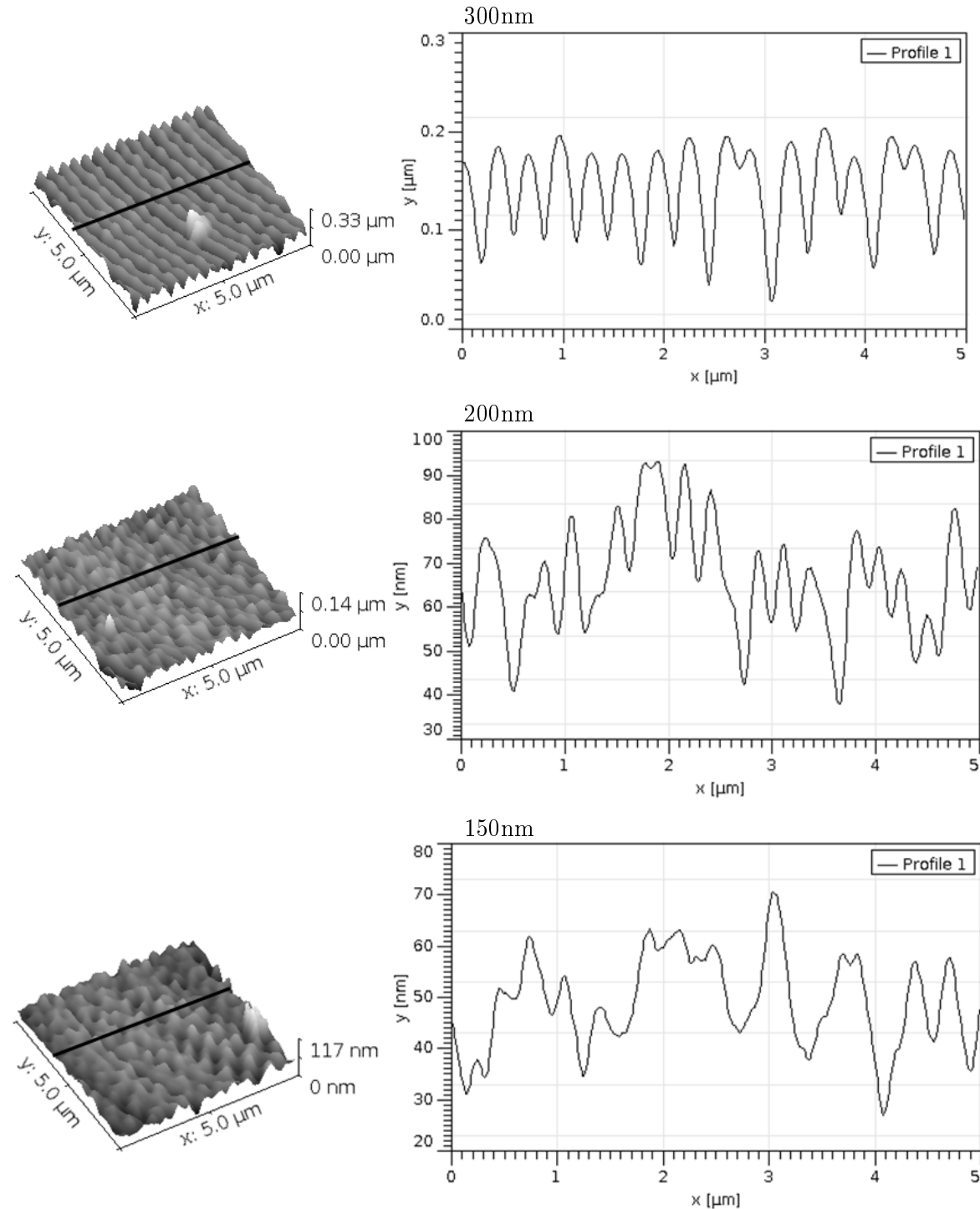
Rysunek 6.5 przedstawia zdjęcie SEM soczewki wykonanej przy użyciu skryptu wygenerowanego przez opisaną aplikację. Zmienny interwał osiowy umożliwił otrzymanie odpowiedniego kształtu. Interwał radialny był w tym przypadku równy 300 nm i widoczne jest, że jest to wartość zbyt duża, gdyż można z łatwością wyodrębnić poszczególne linie.



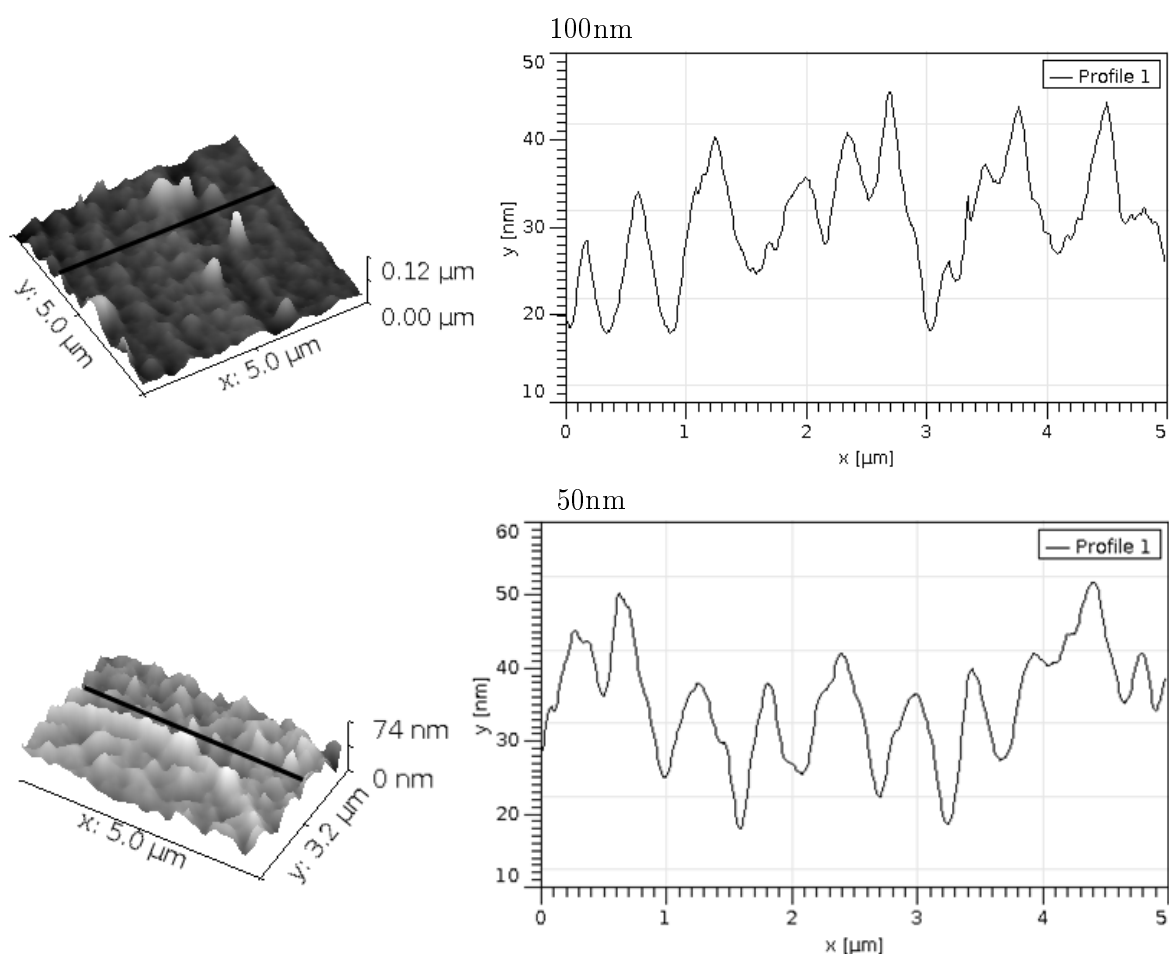
Rysunek 6.5: Zdjęcia SEM soczewki płasko-wypukłej wydrukowanej przy wykorzystaniu aplikacji LabView dla interwału radialnego równego 300 nm. Średnica wynosi ok. 40 μm .

Jakość powierzchni jest kluczowa, aby soczewka nie zaburzała struktury wiązki, dlatego konieczne było znalezienie optymalnej wartości interwału radialnego, przy której linie zlewają się w gładką powierzchnię. W tym celu przeprowadzono analizę gładkości powierzchni przy użyciu mikroskopu sił atomowych (Multimode AFM z kontrolerem Nanoscope IIIa, Digital Instruments, Veeco Metrology). Na szkiełku wykonano szereg próbek o różnych wartościach

interwału radialnego od 300 do 50 nm. Każda z próbek była płaskim, dwuwymiarowym kołem — w kontekście druku 3D odpowiada to pojedynczemu „plastrowi“ w osi Z. Wyniki przedstawione są na rys. 6.6 oraz 6.7, dla każdej próbki badany był obszar o wymiarach $5 \times 5 \mu\text{m}$ (za wyjątkiem próbki o interwale 50 nm, której przebadany został obszar $5 \times 3,2 \mu\text{m}$).



Rysunek 6.6: Mapy 3D wyników pomiarów wykonanych mikroskopem AFM dla próbek z interwałem radialnym odpowiednio: 300, 200 i 150 nm. Wykresy z prawej odpowiadają przekrojowi zaznaczonemu czarną linią.

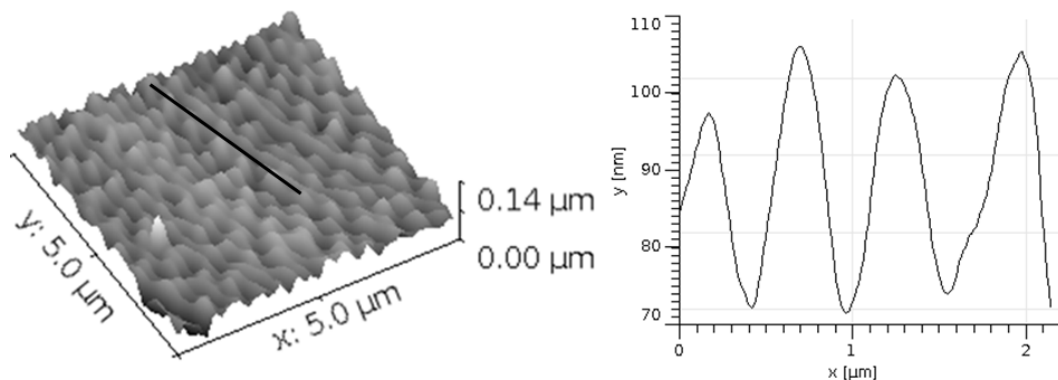


Rysunek 6.7: Mapy 3D wyników pomiarów wykonanych mikroskopem AFM dla próbek z interwałem radialnym odpowiednio: 100 i 50 nm. Wykresy z prawej odpowiadają przekrojowi zaznaczonemu czarną linią.

Widoczne jest, że dla próbki o największym interwale równym 300 nm, linie praktycznie nie są ze sobą połączone — oscylacje wysokości są regularne i równe ok. 150 nm. Każda kolejna próbka wykazuje relatywną poprawę i coraz trudniej rozróżnić poszczególne linie. Różnice wysokości są oczywiście nadal widoczne, lecz stopniowo zmienia się ich źródło. Dla pierwszej próbki jest to głównie brak pokrywania się linii; dla następnych: niedoskonałości powierzchni immanentnie związane z wykorzystywaną techniką i układem. Warto zwrócić uwagę, że skala na kolejnych wykresach nie jest jednakowa. Występujące na niektórych próbkach (150 nm) pojedyncze, znaczne zaburzenia powierzchni są prawdopodobnie spowodowane przez drgania w trakcie druku (patrz paragraf 5.3). Interesujący wydaje się również kształt pojedynczej linii, której wysokość widocznie oscyluje co przedstawione jest na rys. 6.8. Wahanie są rzędu 30 nm, co nie ma wpływu na optyczną jakość struktury i czyni je pomijalnym, lecz zastanawiający jest ich regularny charakter. Nie udało się ustalić powodu takiego zachowania, jednakże może to być spowodowane przez niestabilność lasera.

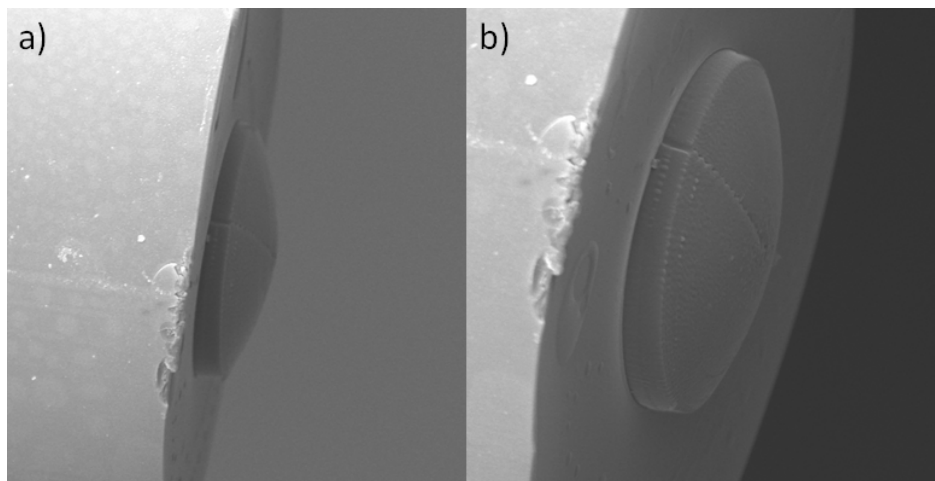
Gładkość powierzchni dwóch ostatnich próbek (rys. 6.7) jest zbliżona, stąd wniosek, że dalsze zmniejszanie interwału nie poprawiłoby otrzymywanych rezultatów. Dla rozmiarów voxela w używanym układzie nie jest to zaskakujące. Różnice wysokości próbki wykonanej z interwałem 150 nm wynoszą ok. 40 nm. Wycinki poszczególnych okręgów wciąż są rozróżnialne, lecz otrzymana gładkość wydaje się być w zupełności zadowalająca w obliczu

opisanego charakteru pojedynczej linii. Czas druku obiektu z takim krokiem jest zarazem 3-krotnie krótszy niż w przypadku interwału równego 50 nm, dlatego zdecydowano się na wybór właśnie tej wartości.



Rysunek 6.8: Oscylacyjny charakter pojedynczej linii druku.

Rysunek 6.9 przedstawia zdjęcia SEM płasko-wypukłej soczewki wydrukowanej na czole światłowodu przy użyciu opisanej powyżej aplikacji LabView ze zmiennym interwałem radialnym o wartości 150 nm. Użycie zmiennego interwału umożliwiło uzyskanie odpowiedniego, sferycznego kształtu w górnej części struktury, natomiast wybrana wartość kroku zapewniła akceptowalną jakość powierzchni. Widoczna jest asymetria obiektu wynikająca z nachylenia czoła włókna w trakcie druku, w tym przypadku nie została zastosowana redukcja tego błędu.



Rysunek 6.9: Zdjęcia SEM soczewki płasko-wypukłej wydrukowanej na czole światłowodu HI-1060. Skrypt przygotowany przy wykorzystaniu aplikacji LabView dla interwału radialnego równego 150 nm.

Na rys. 6.9 i 6.5 widoczna jest jeszcze jedna wyraźna niedoskonałość powierzchni. Jest nią prosta linia przecinająca strukturę od jej środka do jednego z brzegów. Jest to tzw. zszycie, które jest efektem obranej metody druku i wyznacza punkt startowy i końcowy druku każdego okręgu. Po wydrukowaniu go laser jest na krótki moment wyłączany, próbka jest przesuwana wzdłuż osi X na odległość odpowiadającą krokowi interwału radialnego i drukowany jest kolejny, sąsiedni okrąg. To właśnie ta nieciągłość procesu druku powoduje występowanie

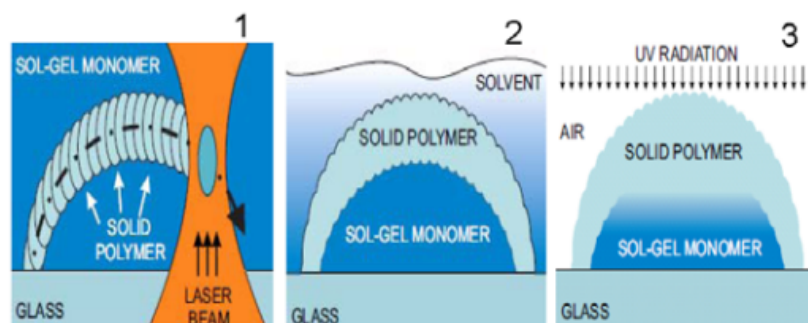
charakterystycznego zszycia. W celu jego uniknięcia należy odpowiednio zmniejszyć natężenie światła laserowego, aby pojedyncza linia nie wywoływała fotopolimeryzacji i wydrukować okrąg poprzez kilkukrotną ekspozycję. Jest to możliwe ze względu na tzw. pamięć rezystu, który w przypadku gdy natężenie światła jest zbyt niskie by wywołać utwardzenie, nie wraca do stanu początkowego, ale przyjmuje stan pośredni. W uproszczeniu, każda kolejna podprogowa ekspozycja niejako przybliża daną objętość do fotopolimeryzacji. Jeśli natężenie lasera jest odpowiednio skompensowane przez ilość ekspozycji możliwe jest utwardzenie linii. Opisana metoda znacznie wydłuża proces druku, lecz nie wywołuje powstawania zszycia.

6.1.2. Podsumowanie

W ramach tej pracy wykonana została stosunkowa duża część działań w kierunku integracji mikrosoczewek z włóknami optycznymi, dlatego zasadna wydaje się ich kontynuacja. Ze względu na rozmiary wiązki w ognisku (rzędu pojedynczych mikrometrów), w celu zbadania działania struktur proponowana jest metoda ostrza noża (Knife-Edge) [Knife]. W przypadku przewężeń wiązek nie-gaussowskich (generowanych np. przez axicon) ostrze noża należy zastąpić skanowaniem przestrzennym przy użyciu apertury o mikrometrowej średnicy. Struktury zaprezentowane w tym rozdziale zostały wydrukowane przy użyciu obiektywu $\times 100$. Soczewki nie wymagają jednak druku szczegółów o bardzo małych rozmiarach, dlatego paradoksalnie, im większy voxel tym lepiej. W takim przypadku wysoka rozdzielczość nie jest kluczowa, natomiast zmniejszenie dokładności umożliwi skrócenie czasu druku, który w przypadku elementów o takich rozmiarach może wynosić nawet kilka godzin. Z tego powodu zaleca się korzystanie z obiektywu $\times 63$.

6.2. Soczewki z kropli

Jak zostało to opisane w poprzednim paragrafie, druk objętościowej struktury o dużych rozmiarach, jaką jest soczewka wymaga wielu godzin. Z tego względu nie jest to optymalna metoda w przypadku, gdy konieczne jest wytworzenie wielu kopii, np. w celu wyprodukowania macierzy soczewek. W celu skrócenia czasu druku zaproponowano kilka rozwiązań. Pierwszym jest wspomniane powyżej użycie voxela o większych rozmiarach, jednakże pożądane skrócenie czasu druku o np. trzy rzędy wielkości wymagałoby na tyle drastycznego zmniejszenia dokładności, że ta metoda nie jest akceptowalna. Inny, ciekawszy pomysł przedstawiony jest na rys. 6.10.

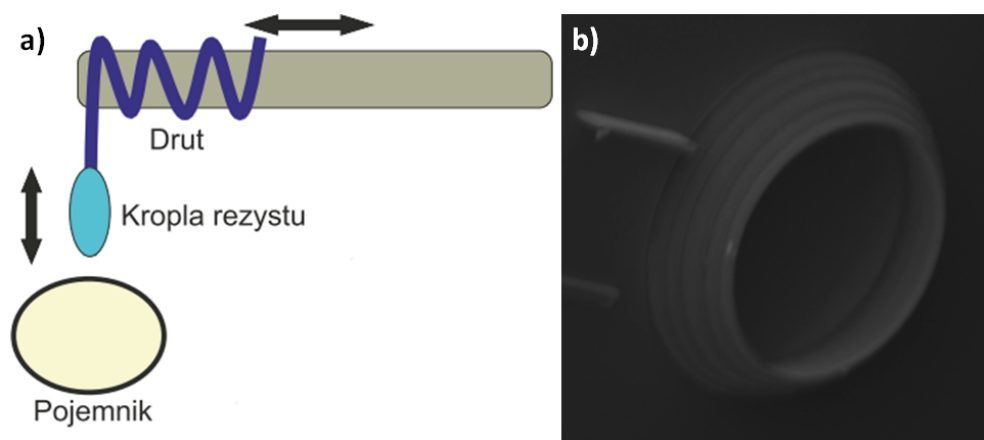


Rysunek 6.10: Metoda przyspieszenia druku soczewki. Naświetlany jest jedynie zewnętrzny obszar struktury, pod którym pozostaje płynny rezyst (1). Następnie obiekt jest wywołany (2) i oświetlany promieniami UV powodującym fotopolimeryzację wewnętrznej części mikrosoczewki [Mali10].

Za pomocą standardowego druku utwardzany jest tylko zewnętrzny obszar obiektu, pod którym umieszczony jest nienaświetlony rezyst. Po wywołaniu cała objętość jest następnie oświetlana wiązką UV o dużych rozmiarach (bez potrzeby skanowania) w celu polimeryzacji całej objętości. Czas druku ograniczany jest przez wytrzymałość naświetlonego rezystu, którego grubość musi być na tyle duża, aby w trakcie wywoływania struktura nie została zniszczona. Zastosowanie tej metody umożliwiło ok. 340-krotne skrócenie wymaganego czasu z 14,7 godziny do 2,6 minuty [Mali10].

Kolejnym pomysłem jest wydrukowanie specjalnego kołowego pojemnika, a następnie napełnienie go kroplą ciekłego fotorezystu. Ilość substancji powinna zostać tak dobrana by wypełniła pojemnik i utworzyła menisk. Sferyczna powierzchnia soczewki może zostać w ten sposób otrzymana bez żadnych dodatkowych ingerencji, jedynie przy wykorzystaniu efektu, który jest konsekwencją napięcia powierzchniowego. Rezyst utwardzany jest następnie za pomocą lampy UV, natomiast parametry tak otrzymanej soczewki mogą być kontrolowane poprzez zmianę rozmiarów pojemnika oraz ilość wtłoczonej cieczy. Jej typ (wypukła bądź wklęsła) zależy będzie natomiast od właściwości utwardzonego i ciekłego rezystu, a mianowicie od rodzaju menisku, który utworzy się na styku tych dwóch faz.

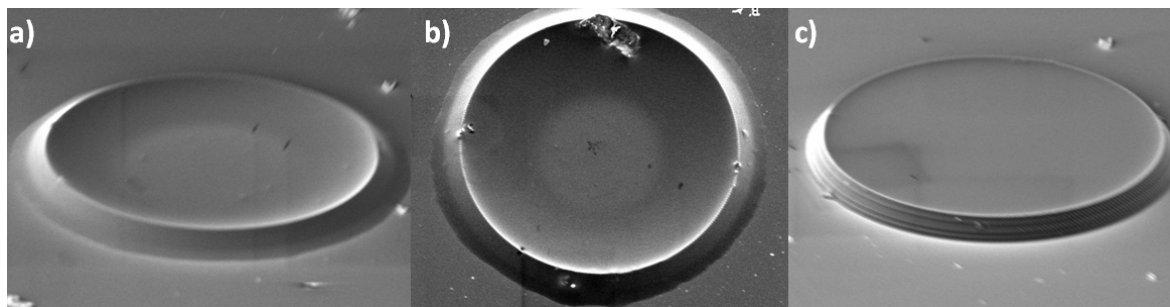
W celu zbadania powyższej metody przygotowano specjalny program napisany w środowisku LabView umożliwiający druk pojemnika o zadanych parametrach (średnica, wysokość ścianki oraz jej grubość). Przykładowy pojemnik przedstawiony jest na rys. 6.11(b), widoczny jest charakterystyczny kształt ścianki o trójkątnym przekroju. Początkowo podjęto próby napełniania pojemników za pomocą drucika zanurzonego w rezyście, schemat tej prostej metody przedstawiony jest na rys. 6.11(a).



Rysunek 6.11: Schemat metody napełniania pojemnika przy pomocy drutu (bez zachowania proporcji) (a) i zdjęcie SEM przykładowego pojemnika (b).

Drucik o średnicy ok. $70\mu m$ zawijany jest dookoła grubszego drutu (w celu wyeliminowania części drgań), a ten z kolei mocowany jest na stoliku przesuwym. W kropli nieutwardzonej żywicy IP-L zanurzana jest końcówka drucika, dzięki czemu zbiera się na niej część substancji światłoczułej (przyjmując kształt eliptycznej kropli). Przy użyciu mikroskopu optycznego drut ustawiany jest bezpośrednio nad wybranym pojemnikiem i możliwa jest próba jego napełnienia. Przeniesienie kropli do pojemnika nie jest prostym zadaniem; drut opuszczany jest aż do momentu gdy dotknie podłoża, a następnie umożliwia się kontakt kropli ze ściankami. Cały proces utrudnia fakt, że kropla zbiera się w odległości kilkunastu mikronów od końca drutu. Ponieważ ilość rezystu na końcu drucika jest dużo większa niż objętość standardowego pojemnika, często występuje efekt „przelania”. Za pomocą metody prób i błędów udało się

napelnić kilka pojemników, zdjęcia wybranych próbek przedstawia rys. 6.12. Widoczne jest, że ciekły fotorezyst bardzo dobrze zwilża rezyst utwardzony: w przypadku częściowego napełnienia substancja zawsze zbiera się przy ściankach. Konsekwencją tego faktu jest tworzenie przez siły napięcia powierzchniowego menisku wklęsłego — z tego powodu niemożliwe jest wykonanie tą techniką mikrosoczewek płasko-wypukłych, a jedynie płasko-wklęsłych.



Rysunek 6.12: Zdjęcia SEM pojemników częściowo napełnionych (a, b) oraz pełnego (c).

Powyższa metoda nie pozwala oczywiście na jakąkolwiek kontrolę parametrów wytwarzanych obiektów. Objętość cieczy jaką należy wprowadzić do pojemnika o średnicy $150\ \mu\text{m}$ i wysokości $8\ \mu\text{m}$ wynosi ok. $0,1\ \text{nl}$, dlatego w celu precyzyjnego napełniania konieczne jest użycie wyrafinowanego urządzenia do mikroiniekcji. Urządzenie FemtoJet firmy Eppendorf jest specjalną pompą, umożliwiającą niezwykle precyzyjne (rzędu femtolitrów) dozowanie cieczy poprzez specjalną pipetę o mikronowej aperturze. Podjęto próbę wykorzystania mikroiniektora należącego do Wydziału Biologii Uniwersytetu Warszawskiego w celu napełnienia pojemników wytworzonych na szkiełku mikroskopowym. Została zakończona niepowodzeniem ze względu na niedrożność mikropipet, które przeznaczone są do pracy z płynami o lepkości zbliżonej do wody. Fotorezyst IP-L charakteryzuje się dużo większą lepkością i w konsekwencji doprowadzał do zatykania się pipet o rozmiarach apertur sięgających kilkudziesięciu mikronów. Ze względu na niedostateczną dokładność urządzeń obsługujących pipety o dużej aperturze precyzyjne dozowanie substancji światłoczułej nie było możliwe, co doprowadzało do przelewania pojemników. Dalsze eksperymenty zostały zarzucone, jednakże rozwiązaniem opisanego problemu może być użycie rzadszego fotorezystu lub też rozcieńczenie IP-L.

Rozdział 7

Podsumowanie

Wykonane prace umożliwiły opanowanie standardowej techniki fotolitografii 3D przy użyciu układu Photonic Professional, pozwalając na zaprojektowanie metody druku bezpośrednio na czole światłowodu. Opracowana metoda została poddana wielu testom, co doprowadziło do zdefiniowania zarówno możliwości układu, jak i jego ograniczeń. Zmodyfikowany układ pozwala na wytwarzanie na czole włókna optycznego struktur o parametrach identycznych jak w przypadku standardowego druku. Głównymi wyzwaniami eksperymentalnymi było precyzyjne określanie pozycji styku powierzchni włókno - rezyst oraz wykluczenie ruchu włókna i jego nachylenia. Podjęta próba optymalizacji zapewniła redukcję nachylenia czoła włókna poprzez procedurę korekcji tego błędu. Wpływ względnego ruchu na wyniki został zminimalizowany. Mimo podjętych prób, nie udało się znacznie poprawić dokładności znajdowania powierzchni i pozostano przy standardowej metodzie.

Druga część prac dotyczy wykorzystania opisanego układu w celu integracji struktur z włóknami światłowodowymi. Głównym zagadnieniem było wyprodukowanie pokrycia zmniejszającego odbicie na wyjściu ze światłowodu telekomunikacyjnego za pomocą płynnie zmieniającego się współczynnika załamania. Dokonany przegląd prac oraz wykonanie licznych symulacji za pomocą programów bazujących na metodzie FDTD umożliwiło zaprojektowanie struktury o optymalnych parametrach. Ze względu na niedoskonałości układu nie udało się uzyskać pokrycia o parametrach wiernie odpowiadających znalezionym, jednak za pomocą kolejnych symulacji zaprezentowano, że pokrycie tego typu charakteryzuje się wysoką tolerancją na błędy wykonania. Dokonano analizy szeregu wykonanych próbek: za pomocą zbudowanego układu pomiarowego zbadana została efektywność pokryć (zmniejszenie współczynnika odbicia) natomiast analiza struktury przestrzennej możliwa była dzięki wykorzystaniu mikroskopu SEM. Wyprodukowane pokrycie pozwoliło na 30-krotnie zmniejszenie odbicia Fresnela włókna SMF-28 do 0,12% dla długości fali 1550 nm przy jednoczesnym braku zaburzeń struktury wiązki.

Następnym celem było wytwarzanie mikrosoczewek — ze względu na diametralnie inny charakter tej i powyżej opisanej struktury napotkano zupełnie nowe wyzwania. W celu uzyskania powierzchni sferycznej o wysokiej gładkości, kluczowy okazał się sposób druku. Przy pomocy specjalnie napisanej aplikacji w środowisku LabView dokonano optymalizacji metody druku. Wartości odpowiednich parametrów znalezione zostały poprzez porównanie wyników pomiarów powierzchni różnych próbek przy użyciu mikroskopu sił atomowych. Długotrwała awaria układu Photonic Professional uniemożliwiła przeprowadzenie kolejnych eksperymentów mających na celu wyprodukowanie soczewek różnego typu oraz ich scharakteryzowanie.

Ostatni eksperyment jest jednocześnie chronologicznie pierwszym i dotyczy wytwarzania mikrosoczewek bezpośrednio z kropli fotorezystu umieszczonej w specjalnym zbiorniczku. Za-

kładano, że powyższa metoda może pozwolić na znaczne skrócenie procesu wytwarzania takich obiektów. Wymaga ona niezwykle precyzyjnej kontroli dozowania substancji światłoczułej, która jest możliwa tylko przy użyciu specjalistycznych urządzeń. Wykonane próby przy użyciu mikroiniektora FemtoJet zakończyły się niepowodzeniem ze względu na zbyt dużą lepkość rezystu. Wcześniejsze eksperymenty dotyczące napełniania pojemników dużo prostszymi metodami umożliwiły jednak zebranie ciekawych wniosków dotyczących natury wykorzystywanej substancji.

7.1. Plany na przyszłość

Niniejsza praca jest zapisem pierwszych eksperymentów przeprowadzonych w Pracowni Nanostruktur Fotonicznych w celu umożliwienia bezpośredniego druku laserowego na czole światłowodów. Ze względu na jej lokalnie nowatorski charakter autor ma nadzieję, że opracowane procedury, otrzymane wyniki i wyciągnięte wnioski będą pożyteczne dla następców kontynuujących rozpoczęte badania. Uzyskane rezultaty pozwalają stwierdzić, że jest to kierunek, który warto rozwijać i który kryje w sobie bardzo duży potencjał. W związku ze swoimi możliwościami, opisana technika i nieskończona ilość form, jakie może wytworzyć stanowią olbrzymie pole do popisu dla kreatywności badaczy, którzy powinni czerpać w równej mierze ze swej wiedzy optycznej, jak i artystycznej fantazji i wyobraźni. Odpowiednia proporcja tych dwóch czynników z pewnością umożliwi tworzenie nowych, ciekawych koncepcji.

Aby do tego doszło pomocne może być również rozwinięcie niektórych zagadnień, które zostały tylko częściowo poruszone w ramach tej pracy.

- Układ doświadczalny

1. Z pewnością kluczowe jest zwiększenie dokładności określania pozycji powierzchni czoła włókna w celu lepszej kontroli procesu oraz zapewnienia jego powtarzalności.
2. Opisana technika korekcji nachylenia włókna może zostać udoskonalona np. poprzez zastosowanie specjalnego stolika umożliwiającego ruch obrotowy.
3. W przypadku druku większych struktur, bardzo istotne jest zagadnienie dryfu włókna w osi Z — należy dokładniej zbadać systematykę tego problemu i na jej podstawie starać się go skompensować.

- Gradientowe pokrycia antyrefleksyjne

1. W celu projektowania struktur fotonicznych niezwykle ważne są dokładne informacje dotyczące współczynnika załamania, dlatego niezbędne jest przeprowadzenie wiarygodnych pomiarów relacji dyspersyjnej fotorezystu IP-L.
2. Możliwe jest dalsze rozwijanie tematu wytwarzania gradientowych pokryć antyrefleksyjnych. Interesujące byłoby scharakteryzowanie działania struktury wyprodukowanej na włóknie dla szerszego zakresu spektralnego (źródło supercontinuum).
3. Wyniki zaprezentowane w paragrafie 4.3.2 pokazują, że gradientowe struktury odbiciowe powinny działać również dla dużego zakresu kątów padania i bez względu na polaryzację. Te własności mogą zostać zbadane poprzez pomiary przeprowadzone na strukturze wytworzonej na szkiełku i byłyby bardzo wartościowym dopełnieniem dotychczasowo zebranych informacji.

4. Wykonane symulacje wykazały, że struktura złożona ze słupków o większej średnicy będzie cechować się większą efektywnością. Te wyniki należy potwierdzić poprzez testowanie nowych profili współczynnika załamania struktury — np. druk pojedynczych obiektów za pomocą więcej niż jednej linii.

- Mikrosoczewki

1. Kwestie techniczne dotyczące druku mikrosoczewek zarówno na szkiełku, jak i na światłowodzie zostały dokładnie zbadane, lecz awaria systemu uniemożliwiła scharakteryzowanie takich obiektów. Biorąc pod uwagę przeprowadzoną w ramach tej pracy optymalizację procesu wytwarzania mikrosoczewek, należy dokonać ich analizy poprzez pomiary struktury przestrzennej oraz propagacji wiązki opuszczającej światłowod z soczewką. Pomiar wiązek gaussowskich odpowiadających soczewkom sferycznym jest możliwy poprzez zastosowanie techniki ostrza noża. W przypadku soczewek stożkowych generujących wiązki Bessela należy przeprowadzić skanowanie przestrzenne przy użyciu apertury o mikrometrowej średnicy.

Dodatek A

Druk na włóknie — procedura

Proces druku na włóknie nie jest bardzo skomplikowany, jednak jego opracowanie wymagało dość dużo czasu. Zawiera kilka aspektów, do których dochodzono metodą prób i błędów, a które mogą wydawać się nieoczywiste. Stąd też w celu ułatwienia pracy następcom podana zostaje jego szczegółowa procedura (skrótowy opis przedstawiony jest w paragrafie 3.2):

1. Uruchomić system Nanoscribe według standardowej procedury [Nawr12].
2. Przygotować próbkę: wyjąć kasety Nanoscribe, oczyścić szkiełko mikroskopowe i przykleić je do specjalnej szufladki. Jest to wykonana na warsztatach kopia kasety Nanoscribe z jednym otworem i kilkoma pozycjami roboczymi, które są niezbędne, aby ruch stolika przesuwnego z zamocowanym włóknom nie był ograniczony. Następnie nałożyć na górną powierzchnię szkiełka kroplę żywicy, a na dolną kroplę olejku immersyjnego (jeśli jest potrzebny).
3. Umieścić szufladkę w urządzeniu — ma ona trzy pozycje, w których może być ustawiona w zależności od używanego stolika. W przypadku standardowego stolika (Optosigma) ustawić kasety w pierwszej możliwej pozycji (płytko wsunięta). W programie Nanowrite zmienić uchwyt próbki (sample holder) na *Nowystolik_fiber*.
4. W uchwycie stolika przesuwnego zamocować pomocniczy światłowod oświetlający, do którego przy pomocy obiektywu wpuszczane jest światło czerwonej diody LED. Warto do tego celu użyć światłowodu wielomodowego w celu zwiększenia ilości światła na wyjściu. Włókno zamocować z boku rowka, w którym umieszczony zostanie światłowod, na którego czole ma być przeprowadzony druk (światłowod roboczy). Powinien on znajdować się powyżej i pod kątem w stosunku do niego aby oświetlać całą powierzchnię włókna. Wygodnie jest zamocować oświetlający światłowod na stałe przy pomocy taśmy klejącej.
5. Umieścić gładko ucięty roboczy światłowod w uchwycie w specjalnym rowku. Włączyć diodę LED światłowodu oświetlającego (diodę oświetlającą) — pozycję światłowodu roboczy dobrać tak aby był oświetlony (widoczny kształt w wiązce oświetlającej). Jednocześnie im krótszy odcinek wysunięty jest poza uchwyt tym lepiej — zmniejszy to niechciane przesunięcia światłowodu. Wprząc czerwoną diodę LED do światłowodu roboczego (diodę roboczą) — powinna być to dioda, której natężenie można kontrolować.
6. Zainstalować stół, w którym zamocowane są oba światłowody i obniżyć ich pozycję, aby włókno robocze było w odległości ok. 1–2 mm nad powierzchnią szkiełka. Ustawić maksymalne natężenie diody włókna roboczego i wyłączyć diodę oświetlającą.

7. Znaleźć włókno robocze poprzez skanowanie próbki w osiach X i Y. Standardowa pozycja (stolik Optosigma) wynosi: $X = -300 \mu m$, $Y = 200 \mu m$, lecz może różnić się o ok. $200 \mu m$ w zależności od ustawienia. Jeśli występują problemy ze znalezieniem włókna roboczego należy zwiększyć jego odległość od szkiełka, postarać się zmaksymalizować natężenie światła wychodzącego i ustawić minimalną skalę natężenia w ustawieniach kamery.
8. Po znalezieniu na kamerze obrazu plamki światła odpowiadającej rdzeniowi powoli obniżamy światłowód, aż plamka osiągnie rozmiary nieznacznie większe od oczekiwanych (porównaj rys. 3.2). Natężenie światła i skalę kamery odpowiednio zmieniamy aby uniknąć nasycenia kamery. Włączyć diodę oświetlającą — na kamerze powinien ukazać się obraz całej powierzchni światłowodu. Możliwe, aczkolwiek niekonieczne jest wyłączenie diody roboczej.
9. Punkt przecięcia krzyża współrzędnych aplikacji Nanowrite nie znajduje się dokładnie w punkcie, gdzie zaczyna się druk — ma to znaczenie gdy konieczne jest wydrukowanie struktury w konkretnie zadanym miejscu powierzchni włókna. Aby wycentrować krzyż należy narysować strukturę testową (linię prostą) na powierzchni szkiełka i odpowiednio zmienić pozycję ramion krzyża.
10. Aby znaleźć położenie w osi Z powierzchni światłowodu należy znaleźć pozycję powierzchni szkiełka - rezyst, a następnie ręcznie przesunąć obiektyw w górę o kilkadziesiąt mikrometrów. Ważne jest, aby ta wartość nie była większa niż odległość robocza obiektywu (ok. $170 \mu m$ dla obiektywu $\times 100$), ponieważ jest to domyślna odległość włókna roboczego od obiektywu. Następnie obniżamy stolik obserwując wykres Find Interface do momentu, aż pojawi się sygnał odpowiadający powierzchni włókno - rezyst. Na kamerze powinien być widoczny ostry obraz powierzchni światłowodu.
11. Proces znajdowania dokładnej wartości położenia włókna w osi Z w danym punkcie jest nieoczywisty. Przede wszystkim należy pamiętać, że przy użyciu funkcji *Find Interface* możliwe jest zdefiniowanie pozycji nie punktu startowego druku, ale punktu położonego ok. $45 \mu m$ poniżej startowej współrzędnej Y. Po wybraniu odpowiedniego punktu należy ręcznie przesunąć obiektyw, aby jego ognisko znalazło się **powyżej** powierzchni światłowodu (ok. $2-3 \mu m$) — pomocny może być wskaźnik *Focal Plane* w aplikacji Nanowrite. Ponieważ sygnał od styku powierzchni włókno - rezyst jest bardzo słaby zmniejszyć wartość *Amplitude Threshold* do 1 w okienku *Interface Finder*. Znaleźć pozycję powierzchni poprzez kliknięcie przycisku *Find Interface*. Jeśli pozycja nie zostanie znaleziona powtórzyć cały proces. W przypadku gdy po kilku próbach procedura nie przynosi efektów zmienić miejsce, w którym szukana jest współrzędna powierzchni. Jeśli nachylenie włókna nie jest znaczące, możliwe jest użycie uzyskanej wartości również w okolicach badanego punktu (standardowo akceptowalne jest kilkanaście mikrometrów).
12. Przeprowadzić proces redukcji nachylenia włókna (patrz paragraf 3.3.3) i załadować poprawiony skrypt.
13. Wybrać punkt startowy, znaleźć położenie powierzchni i przeprowadzić proces druku.
14. Wywołać strukturę poprzez umieszczenie światłowodu na ok. 3 minuty we fiolet z propanolem. Dłuższe wywoływanie nie jest niezbędne ze względu na małą ilość ciekłej substancji światłoczułej pozostałej na włóknie.

Bibliografia

- [Albe09] C. J. Alberts, S. De Man, J. W. Berenschot, V.J Gadgil, M.C. Elwenspoek, D. Iannuzzi, *Fiber-top refractometer*, Meas. Sci. Technol. 20, 034005, 2009.
- [Bian13] S. Bianchi, V. P. Rajamanickam, L. Ferrara, E. Di Fabrizio, C. Liberale, R. Di Leonardo, *Focusing and imaging with increased numerical apertures through multimode fibers with micro-fabricated optics*, Opt. Lett. 38, 4935-4938, 2013.
- [Cabr06] S. Cabrini, et al., *Axicon lens on optical fiber forming optical tweezers, made by focused ion beam milling*, Microelectron. Eng. 83, 804-807, 2006.
- [Chen07] H. L. Chen, S. Y. Chuang, C. H. Lin, Y. H. Lin, *Using colloidal lithography to fabricate and optimize sub-wavelength pyramidal and honeycomb structures in solar cells*, Opt. Express 15, 14793-14803, 2007.
- [Chen09] Q. Chen, G. Hubbard, P. A. Shields, C. Liu, D. W. E. Allsopp, W. N. Wang, S. Abbott, *Broadband moth-eye antireflection coatings fabricated by low-cost nano-imprinting*, Appl. Phys. Lett. 94, 263118, 2009.
- [Cohe74] L. G. Cohen, M. V. Schneider, *Microlenses for Coupling Junction Lasers to Optical Fibers*, Appl. Opt. 13, 89-94, 1974.
- [Cojo10] G. Cojoc, et al., *Optical micro-structures fabricated on top of optical fibers by means of two-photon photopolymerization*, Microelectron. Eng. 87, 876-879, 2010.
- [Dobr02] J. A. Dobrowolski, D. Poitras, P. Ma, H. Vakil, M. Acree, *Toward Perfect Antireflection Coatings: Numerical Investigation*, Appl. Opt. 41, 3075-3083, 2002.
- [Dobr06] J. A. Dobrowolski, Y. Guo, T. Tiwald, P. Ma, D. Poitras, *Toward perfect antireflection coatings. 3. Experimental results obtained with the use of Reststrahlen materials*, Appl. Opt. 45, 1555-1562, 2006.
- [FDTD] <https://www.lumerical.com/tcad-products/fdtd/>
- [Fraz09] O. Frazão, et al., *Fabry-Perot refractometer based on an end-of-fiber polymer tip*, Opt. Lett. 34, 2474-2476, 2009.
- [Gran95] E. B. Grann, M. G. Varga, D. A. Pommet, *Optimal design for antireflective tapered two-dimensional subwavelength grating structures*, J. Opt. Soc. Am. A 12, 333-339, 1995.
- [Guo06] R. Guo, S. Xiao, X. Zhai, J. Li, A. Xia, W. Huang, *Micro lens fabrication by means of femtosecond two photon photopolymerization*, Opt. Express 14, 810-816, 2006.

- [Hado00] K. Hadobas, S. Kirsch, A. Carl, M. Acet, E. F. Wassermann, *Reflection properties of nanostructure-arrayed silicon surfaces*, Nanotechnology 11, 161-164, 2000.
- [Hecht] E. Hecht, *Optyka*, Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa 2012.
- [Iann07] D. Iannuzzi, et al., *Fibre-top cantilevers: design, fabrication and applications*, Meas. Sci. Technol. 18, 3247, 2007.
- [Jaco66] R. Jacobsson, *Light reflection from films of continuously varying refractive index*, Progress in Optics Vol. 5 pod redakcją E. Wolfa, North-Holland, Amsterdam 1966.
- [Jrad08] S. Jradi, Olivier Soppera, D. J. Loughnot, *Fabrication of polymer waveguides between two optical fibers using spatially controlled light-induced polymerization*, Appl. Opt. 47, 3987-3993, 2008.
- [Jrad09] S. Jradi, et al., *Tailoring the geometry of polymer tips on the end of optical fibers via control of physico-chemical parameters*, Opt. Mater. 31, 640-646, 2009.
- [Serb04] J. Serbin, A. Ovsianikov, B. Chichkov, *Fabrication of woodpile structures by two-photon polymerization and investigation of their optical properties*, Opt. Express 12, 5221-5228, 2004.
- [Kana99] Y. Kanamori, M. Sasaki, K. Hane, *Broadband antireflection gratings fabricated upon silicon substrates*, Opt. Lett. 24, 1422-1424, 1999.
- [Kana13] Y. Kanamori, M. Okochi, K. Hane, *Fabrication of antireflection subwavelength gratings at the tips of optical fibers using UV nanoimprint lithography*, Opt. Express 21, 322-328, 2013.
- [Knife] http://massey.dur.ac.uk/resources/grad_skills/KnifeEdge.pdf
- [Kowa14] M. Kowalczyk, J. Haberkowicz, P. Wasylczyk, *Microstructured gradient-index anti-reflective coating fabricated on a fiber tip with direct laser writing*, Opt. Express (accepted), 2014.
- [Krau96] T. F. Krauss, R. M. DeLaRue, S. Brand; R. Brand, *Two-dimensional photonic-bandgap structures operating at near-infrared wavelengths*, Nature 383, 699-702, 1996.
- [Lala97] P. Lalanne, G. M. Morris, *Antireflection behavior of silicon subwavelength periodic structures for visible light*, Nanotechnology 8, 53-56, 1997.
- [Lee85] K. S. Lee, F. S. Barnes, *Microlenses on the end of single-mode optical fibers for laser applications*, Appl. Opt. 24, 3134-3139, 1985.
- [Mac11] A. Macleod, *Thin-film optical filters*, Rozdział 15, Institute of Physics Publishing, Bristol and Philadelphia 2001.
- [Mali10] M. Malinauskas, et al., *Femtosecond laser polymerization of hybrid/integrated micro-optical elements and their characterization*, J. Opt. 12, 124010, 2010.
- [Mali12] M. Malinauskas, et al., *Laser fabrication of various polymer microoptical components*, Eur. Phys. J. Appl. Phys. 58, 20501, 2012.

- [Marq14] V.A. Márquez-Cruz, J.A. Hernández-Cordero, *Fiber optic Fabry-Perot sensor for surface tension analysis*, Opt. Express 22, 3028-3038, 2014.
- [Nano] <http://www.nanoscribe.de/>
- [Nawr12] M. Nawrot, *Struktury fotoniczne wytwarzane metodą fotolitografii 3D*, Praca magisterska, Warszawa 2012.
- [Nawr13] M. Nawrot, Ł. Zinkiewicz, B. Włodarczyk, P. Wasylczyk, *Transmission phase gratings fabricated with direct laser writing as color filters in the visible*, Opt. Express 21, 31919-31924, 2013.
- [Osko10] A. F. Oskooi, D. Roundy, M. Ibanescu, P. Bermel, J. D. Joannopoulos, S. G. Johnson, *MEEP: A flexible free-software package for electromagnetic simulations by the FDTD method*, Comput. Phys. Comm. 181, 687–702, 2010.
- [Pclab] <http://pclab.pl/art35727.html>
- [Poit04] D. Poitras, J. A. Dobrowolski, *Toward Perfect Antireflection Coatings. 2. Theory*, Appl. Opt. 43, 1286-1295, 2004.
- [Pras03] M. Prasciolu, et al., *Design and fabrication of on-fiber diffractive elements for fiber-waveguide coupling by means of e-beam lithography*, Microelectron. Eng. 67, 169-174, 2003.
- [Rayl1880] J. S. Rayleigh, *On reflection of vibrations at the confines of two media between which the transition is gradual*, Proc. London Math. Soc. 11, 51–56, 1880.
- [Rill10] M. S. Rill, *Three-Dimensional Photonic Metamaterials by Direct Laser Writing and Advanced Metallization Techniques*, Rozdział 3, Praca doktorska, Karlsruhe 2010.
- [Scha11] U. B. Schallenberg, *Nanostructures versus thin films in the design of antireflection coatings*, Proc. SPIE 8168-59, 2011.
- [Schu06] U. Schulz, *Review of modern techniques to generate antireflective properties on thermoplastic polymers*, Appl. Opt. 45, 1608-1618, 2006.
- [Seda12] Z. Sedaghat, et al., *Near-field optical imaging with a nanotip grown on fibered polymer microlens*, Appl. Phys. Lett. 100, 033107, 2012.
- [Sout83] W. H. Southwell, *Gradient-index antireflection coatings*, Opt. Lett. 8, 584-586, 1983.
- [Stau10] I. Staude, M. Thiel, S. Essig, C. Wolff, K. Busch, G. von Freymann, M. Wegener, *Fabrication and characterization of silicon woodpile photonic crystals with a complete bandgap at telecom wavelengths*, Opt. Lett. 35, 1094-1096, 2010.
- [Sun08] C.-H. Sun, P. Jiang, B. Jiang, *Broadband moth-eye antireflection coatings on silicon*, Appl. Phys. Lett. 92, 061112, 2008.
- [Tan09] K. M. Tan, et al., *In-fiber common-path optical coherence tomography using a conical-tip fiber*, Opt. Express 17, 2375-2384, 2009.

- [Turn66] A. F. Turner, P. W. Baumeister, *Multilayer mirrors with high reflectance over an extended spectral region*, Appl. Opt. 5, 69–76, 1966.
- [Wein47] W. Weinstein, *The reflectivity and transmissivity of multiple thin coatings*, J. Opt. Soc. Am., 37 (7), 576-81, 1947.
- [Wiki] <http://wikipedia.org>
- [Will11] H.E. Williams, D.J. Freppon, S.M. Kuebler, R.C. Rumpf, M.A.Melino, *Fabrication of three-dimensional micro-phonic structures on the tip of optical fibers using SU-8*, Opt. Express 19, 22910-22922, 2011.
- [Vieu00] C. Vieu, F. Carcenac, A. Pépin, Y. Chen, M. Mejias, A. Lebib, L. Manin-Ferlazzo, L. Couraud, H. Launois, *Electron beam lithography: resolution limits and applications*, Appl. Surf. Sci. 164, 111-117, 2000.
- [Yabl87] E. Yablonovitch, *Inhibited spontaneous emission in solid-state physics and electronics*, Phys. Rev. Lett. 58, 2059-2062, 1987.
- [Yee66] K. Yee, *Numerical solution of initial boundary value problems involving Maxwell's equations in isotropic media*, IEEE Antennas Propag. Mag. 14 (3), 302–307, 1966.
- [Youn88] J.M. Young, *AR coating: a definition*, Optical World 17, 1988.
- [Xi07] J.-Q. Xi, M. F. Schubert, J. K. Kim, E. F. S Schubert, M. Chen, S.-Y. Lin, W. Liu, J. A. Smart, *Optical thin-film materials with low refractive index for broadband elimination of Fresnel reflection*, Nature Photon. 1, 176-179, 2007.
- [Zeiss] <http://www.smecc.org/ziess.htm>, *Carl Zeiss - A History Of A Most Respected Name In Optics*.