

# Optische Eigenschaften von FOTURAN II® während UV-Belichtung und Tempern, untersucht mittels Spektrometrie und Interferenzlithographie

Hans-Dieter Bauer, Ioannis Pantouvakis, Christian Warneke, Patrick Rose  
Hochschule RheinMain, Fachbereich Ingenieurwissenschaften, Rüsselsheim  
mailto: [hans-dieter.bauer@hs-rm.de](mailto:hans-dieter.bauer@hs-rm.de)

Die Änderung der optischen Eigenschaften beim Belichten und nachfolgenden Tempern des photostrukturierbaren Glases FOTURAN II® wurden untersucht. Dazu wurden Absorptionsspektren in Abhängigkeit von UV-Dosis und Temperzeit gemessen und interferenzlithographisch hergestellte Volumen-Phasengitter auf ihr Beugungsverhalten untersucht. Eine Effizienz um 10% konnte erzielt werden.

## 1 Einführung

Das photoätzbare Glas FOTURAN von SCHOTT dient i.d.R. der Herstellung von mikromechanischen oder -fluidischen Strukturen. Der Typ FOTURAN II zeichnet sich dabei durch eine deutlich verbesserte Homogenität aus [1].

Die Strukturierung erfolgt bekanntlich zuerst über einen UV-Belichtungsschritt, der ein latentes Bild erzeugt, charakterisiert durch eine Oxidation von  $Ce^{3+}$ -Ionen zu  $Ce^{4+}$  und die Reduktion von Ag zu  $Ag^+$ . Im zweiten Schritt, dem Tempern bei etwa 500°C, bilden sich Ag-Cluster, die dann bei noch höheren Temperaturen als Kristallisationskeime dienen und so zur Ausbildung einer Glaskeramik führen. Die keramisierten Bereiche können mit einer Selektivität von typ. 20:1 aus dem unbelichteten und damit nach wie vor amorphen Glas herausgeätzt werden, etwa durch flusssäurehaltige Ätzflüssigkeiten.

Die freigeätzten Wände der entstandenen Strukturen weisen eine Rauigkeit im Bereich mehrerer  $\mu m$  auf, entsprechend der Größe der gebildeten Kristallite. Dadurch sind solche Strukturen für mikrooptische Anwendungen, die solche Flächen nutzen, ungeeignet.

Diffraktiv-optische Strukturen allerdings werden üblicherweise im Bulk eines optischen Materials realisiert. Für ihre Herstellung könnte auf einen Ätzprozess verzichtet werden. Deswegen war das Ziel der vorgestellten Arbeiten, die erreichbaren Änderungen des Brechungsindex von FOTURAN zu untersuchen, also die Auswirkungen von UV-Belichtung und Temperung (vor der Keramisierung) auf die Brechzahl.

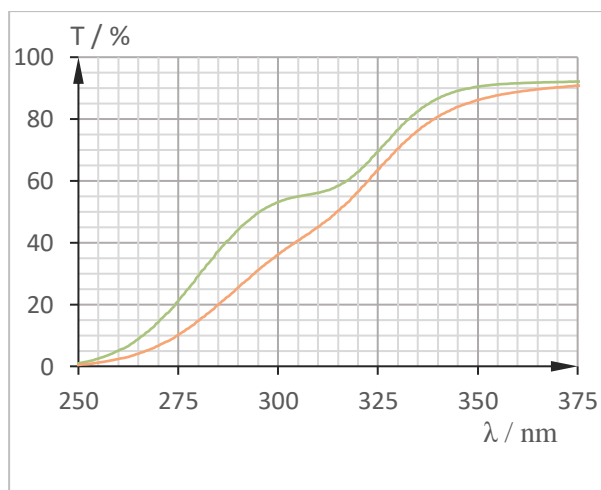
## 2 Experimentelles

Die Belichtung der FOTURAN-Proben wurde mit einem Kimmon Helium-Cadmium-Laser bei 325nm durchgeführt. Die Absorptionsspektren wurden mit einem UV-VIS-Spektrometer Lambda750 von PerkinElmer vermessen. Der Brechungsindex wurde mit einem Prismenkoppler-Refraktometer Metricon

2000 bestimmt. Das Tempern erfolgte mit einer Hochtemperatur-Heizplatte der Fa. Gestigkeit. Letztlich wurden mit dem selben Laser und einem Strahlteiler Aufbau „holographische Gitter“ mit unterschiedlicher Gitterkonstante hergestellt und nach dem Tempern ihre Beugungseffizienz (in erster Ordnung) bei drei unterschiedlichen Wellenlängen bestimmt.

## 3 Absorption nach Belichtung und Tempern

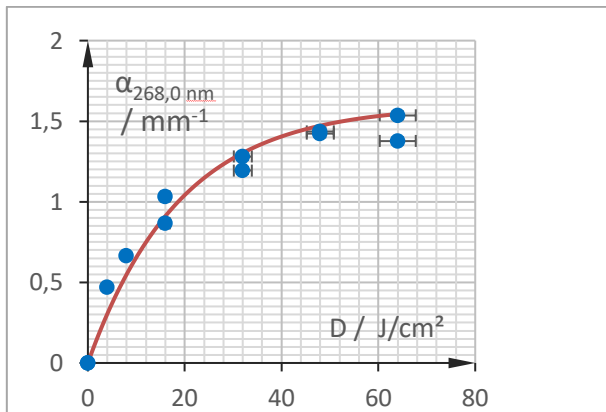
Die Absorption des Materials nimmt bei UV-Belichtung im Bereich 260...310nm deutlich und irreversibel zu (Abb. 1). Die entstehende Absorptionsbande strebt einer Sättigung zu (Abb. 2).



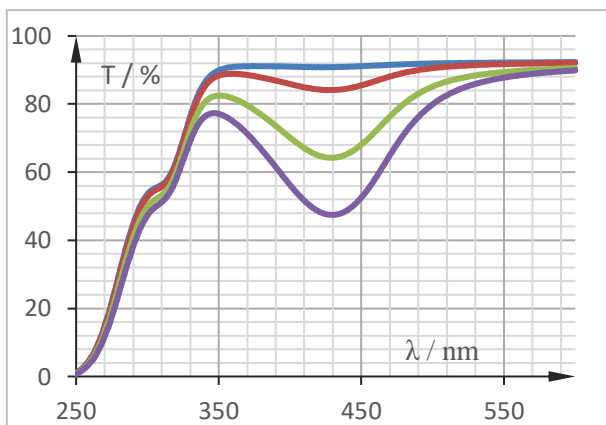
**Abb. 1** Transmissionsspektrum einer unbelichteten (oben, grün) und einer mit  $64J/cm^2$  belichteten Probe (unten, orange)

Wird das belichtete Material getempert, so entsteht bei 430nm eine breite Absorptionsbande, deren Höhe von der Belichtungs-dosis abhängt (Abb. 3). Die Proben der Abb. 3 wurden jeweils 6 Stunden bei 460°C getempert. Für das Auge erscheinen die Proben nun leicht gelbstichig. Bei noch höheren Temperaturen wird die Bande breiter und ihr Maximum verschiebt sich weiter in Richtung grünem Spektralbereich, was zu einer bräunlichen Farbe

der Proben führt. Die reine Glaskeramik letztlich ist opak, dunkelbraun-schwärzlich.



**Abb. 2** Verhalten des Absorptionskoeffizienten als Funktion der Belichtungsdosis



**Abb. 3** Entstehen einer Absorptionsbande bei 430nm während des Temperns in Abhängigkeit von der Belichtungsdosis: Blau 4, rot 8, grün 16, violett 32 J/cm<sup>2</sup>.

Diese Absorptionsbande kann den entstehenden Silber-Nanopartikeln zugeordnet werden, ihre Rotverschiebung dem Wachsen dieser Partikel.

#### 4 Brechungsindex nach homogener Belichtung

Bei 637 und 520nm (auf der langwelligen Seite der Absorptionsbande) ist bei Messungen mit dem Prismenkoppler-Refraktometer eine schwache Zunahme des Brechungsindex während des Temperns um weniger als  $5 \cdot 10^{-4}$  bzw. um ca.  $10^{-3}$  zu verzeichnen, was an der Nachweisgrenze des Gerätes liegt. Bei 408nm (auf der kurzwelligen Seite) ist dagegen eine Absenkung des Brechungsindex um ca.  $4 \cdot 10^{-3}$  zu messen.

#### 5 Beugungsverhalten der Interferenzgitter

Mit einer Interferenzlithographie-Anordnung konnten unter Verwendung der 325nm-Linie des HeCd-Lasers stabile Beugungsgitter mit Gitterkonstanten von 2,3µm, 1,25µm und 0,5µm erzeugt werden. Die Beugungseffizienz in der ersten Ordnung betrug bei

Gittern, die mit 32J/cm<sup>2</sup> geschrieben und 24 Stunden getempert wurden, bis 12% (Gitterkonstante 2,3µm). Die Gitterkonstante 1,25µm ergab bei gleicher Dosis und Temperdauer nur wenige % Effizienz und bei 0,5µm lag diese deutlich unter 0,1%. Längeres Tempern scheint die Effizienz eher zu verschlechtern.

Vermessen wurde auch die Abhängigkeit der Beugungseffizienz vom Auslesewinkel,  $\eta(\Theta)$ . Die Breite dieser Kurve,  $\Delta\Theta$  (FWHM) gilt nach der einfachen Coupled-Wave-Theorie von Kogelnik [2] gemäß

$$d_G = \frac{\lambda}{\Delta\Theta} \quad (1)$$

Als ein Maß für die optisch effiziente Dicke des Gitters. Bei den verwendeten Proben mit der Materialdicke 0,5mm ergab sich ein  $d$  von 0,38mm. Damit kann ein Q-Faktor von 164 errechnet werden, was die hergestellten Gitter eindeutig als (natürlich absorptionsbehaftete) Volumen-Phasengitter charakterisiert [2].

Eine Auswertung der Kogelnik'schen Beziehung für die Abhängigkeit der Beugungseffizienz von der Brechungsindexmodulation  $\Delta n$  ergab Werte, die unter den mittels Refraktometer gemessenen Werten lagen, insbesondere bei kleinen Gitterkonstanten. Dies deutet darauf hin, dass die Kristallisationsbereiche, auch im noch nicht keramisierten Zustand, eine der Gitterkonstante ähnliche Abmessung besitzen oder dass beim Tempern auch eine Diffusion der Kristallisationskeime in die nicht belichteten Bereiche hinein stattfindet.

#### 6 Zusammenfassung

Mittels UV-Interferenzlithographie mit nachfolgendem Tempern konnten in FOTURAN II Volumen-Phasengitter unterschiedlicher Gitterkonstante eingeschrieben werden. Hinsichtlich einer Realisierung von diffraktiv-optischen Strukturen scheint die Diffusion von Kondensationskeimen bzw. die Abmessung der Kristallisationsbereiche eine bessere Strukturauflösung zu verhindern. Mit Variation der Parameter UV-Dosis, Temperezeit und -temperatur müssen allerdings noch weitere Experimente durchgeführt werden, um hier die näheren Details zu erkunden.

#### Danksagung

Wir danken der Firma SCHOTT, Mainz, für die Bereitstellung der FOTURAN II – Proben.

#### Literatur

- [1] <https://www.schott.com/innovation/en/material-with-unlimited-possibilities/>
- [2] H. Kogelnik, Bell Syst. Tech. Journal **48**(9), 2909-2947 (1969)