

# **TÉCNICA DE INTERCAMBIO IÓNICO EN VIDRIO APLICADA A LA FABRICACIÓN DE CIRCUITOS DE ÓPTICA INTEGRADA**

*ION- EXCHANGE ON GLASS TECHNIQUE APPLIED  
TO INTEGRATED OPTICAL CIRCUITS FABRICATION*

***Claudia Verónica Silva Juárez***

Universidad Autónoma de San Luis Potosí, México  
*a126554@alumnos.uaslp.mx*

***Amparo Rodríguez Cobos***

Universidad Autónoma de San Luis Potosí, México  
*amparo.rodriguez@uaslp.mx*

***Miguel Ángel Bello Jiménez***

Universidad Autónoma de San Luis Potosí, México  
*miguel.bello@uaslp.mx*

***Gustavo Ramírez Flores***

Universidad Autónoma de San Luis Potosí, México  
*gustavo.ramires@uaslp.mx*

***José Antonio Álvarez Salas***

Universidad Autónoma de San Luis Potosí, México  
*jaas@uaslp.mx*

**Recepción:** 28/octubre/2021

**Aceptación:** 26/enero/2022

## **Resumen**

En este trabajo se reporta la fabricación y caracterización de circuitos dieléctricos de óptica integrada de diferentes dimensiones mediante la técnica del intercambio iónico en vidrio con sales de potasio  $Na^+/K^+$ . Se reporta la optimización de los parámetros experimentales en el proceso de fotolitografía involucrado, así como también la caracterización de los circuitos fabricados. Por primera vez se muestra la imagen de la superficie de las guías de onda canal obtenidas mediante intercambio iónico en substratos de vidrio. Los circuitos dieléctricos fabricados de menores dimensiones presentan aplicaciones potenciales como estructuras básicas de dispositivos para interconexión con fibras ópticas dentro del ámbito de las telecomunicaciones o en aplicaciones de sensado biológico.

**Palabras Clave:** Circuitos dieléctricos, guías de onda, intercambio iónico, fotolitografía, óptica integrada.

## **Abstract**

*In this paper are reported the integrated optical circuits fabrication by ion-exchange on glass. This technique includes a photolithography process and the ion exchange in a potassium molten salt. The involved optimized experimental parameters are included and the near field optical characterization of fabricated devices. This is present, by first time, the image of glass optical waveguides surface obtained through the Na<sup>+</sup>/K<sup>+</sup> ionic-exchange. Finally, the potential applications of the optical circuits fabricated are discussed.*

**Keywords:** *Dielectric circuits, integrated optics, ion exchange, photolithography, waveguides.*

## **1. Introducción**

El concepto de “óptica integrada”, se basa en la integración de dispositivos ópticos y electrónicos en un mismo sustrato. Los dispositivos desarrollados pueden ser divididos en cuatro grupos: pasivos, electro-ópticos, optoelectrónicos y de óptica no lineal [Miller, 1969].

Una guía de onda canal es la estructura base en la fabricación de los circuitos de óptica integrada pasivos para cuya fabricación se han empleado diferentes métodos: deposición tanto de vapor químico [Yun, 2018] como de plasma, deposición de capa de solución de gel [Sebastian, 2021], implantación de iones [Jing, 2020], escritura de guías con láseres de pulsos cortos [Dezhi, 2021] y el intercambio iónico [Caldino, 2014]. De entre los métodos mencionados es el proceso del intercambio iónico el que ha gozado de mayor popularidad para fabricar circuitos de óptica integrada en vidrio debido a que es una tecnología simple y de bajo costo, la cual consiste en reemplazar un ion del vidrio por otro ion de mayor tamaño o de una polarizabilidad electrónica más importante como la plata, el potasio, cesio o talio ( $Ag^+$ ,  $K^+$ ,  $Cs^+$  o  $Tl^+$ ) teniendo como resultado un incremento en el índice de refracción de la zona del vidrio intercambiada dando origen a la guía de onda [Najafi, 1992].

El vidrio ha sido el material más popular para la fabricación de componentes pasivos debido a su costo relativamente bajo, su transparencia a las señales ópticas, su alto umbral de daño óptico y al ser amorfo es más fácil producir dispositivos insensibles a la polarización y a campos electromagnéticos del entorno. Además, los índices de refracción de las fibras ópticas y los vidrios utilizados en la óptica integrada son muy similares lo que implica tener pérdidas reducidas de acoplamiento entre este tipo de circuitos y las fibras ópticas.

En este artículo se reporta la fabricación y caracterización de guías de onda canal vítreas mediante la técnica del intercambio iónico, la optimización de los parámetros involucrados en su fabricación; así como también el resultado de implementar una variante alternativa en el proceso de fotolitografía con el fin de fabricar guías de onda canal más estrechas.

La caracterización de los circuitos fabricados abarca la visualización de estos al microscopio, la determinación del ancho de los canales con el uso de un perfilómetro y la caracterización óptica que se lleva a cabo mediante la implementación de un banco de campo cercano que permite acoplar la luz a los circuitos fabricados para visualizar la irradiancia a la salida de estos.

## **2. Métodos**

En el esquema de la figura 1 se resume el proceso general de fabricación de guías de onda canal dieléctricas utilizando la técnica de fotolitografía y de intercambio iónico:

- Limpieza del sustrato y depósito del material de barrera. Se prepara una solución de 5 % jabón y 95 % agua desionizada en la que se colocan los sustratos, se calienta la solución hasta alcanzar el punto de ebullición. Posteriormente, se enjuaga el sustrato durante 10 min en agua desionizada para eliminar los posibles residuos de jabón, para secar la muestra se utiliza nitrógeno comprimido (N<sub>2</sub>) y finalmente se calienta la muestra en una mufla a 90 °C para evaporar los residuos de agua que aún queden en la superficie. Sobre el sustrato limpio se deposita un material de barrera que sea químicamente inerte a las sales del intercambio iónico, que presente una

buena adherencia y que sea fácilmente disuelto por un ácido que no degrade el vidrio. En este caso el intercambio iónico se hace en sales de potasio ( $\text{KNO}_3$ ) utilizando el aluminio como material de barrera por satisfacer los requisitos mencionados. El depósito del aluminio se lleva a cabo en una evaporadora de metales.

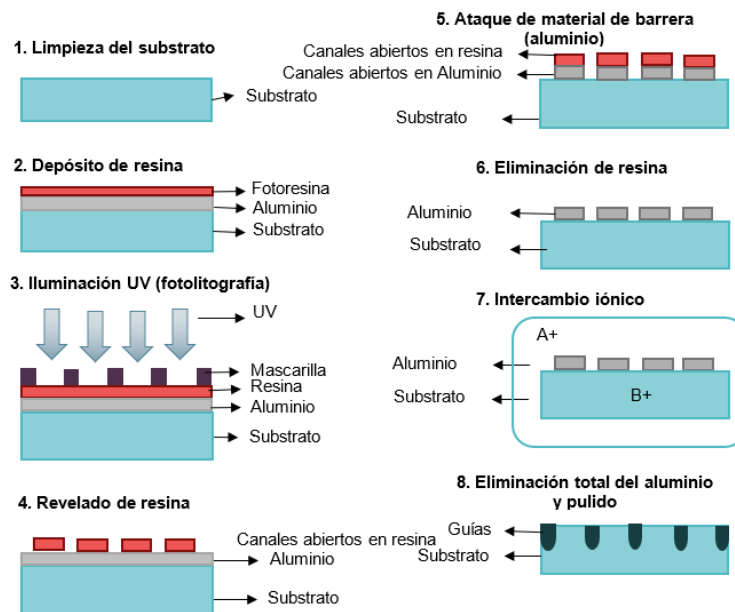


Figura 1 Resumen del proceso de fotolitografía e intercambio iónico.

- Depósito de la resina. Al depositar la resina fotosensible es posible grabar los motivos (circuitos) que se desean trazar sobre el sustrato. La resina se deposita mediante la técnica de spin-coater fijando el tiempo y la velocidad de rotación dependiendo del espesor de fotoresina deseado. Posteriormente, se procede a hornear a una temperatura de  $90\text{ }^\circ\text{C}$  durante 30 minutos y se deja enfriar.
- Iluminación UV. Una vez posicionada la mascarilla que contiene los motivos que se desean grabar sobre el sustrato, se expone la muestra a la lámpara UV de un sistema de fotolitografía. El tiempo de insolación debe determinarse dependiendo del espesor de la resina depositada.
- Revelado de la resina. En este paso los canales insolados en la resina se remueven sumergiendo el sustrato en el líquido revelador apropiado para

cada resina utilizada durante aproximadamente 5 - 10 segundos. Después, al enjuagar con abundante agua el material de barrera queda expuesto y puede ser atacado con un ácido mientras que la resina que no fue insolada queda intacta si se trata de lo que se conoce como resina positiva.

- Ataque químico al material de barrera. La muestra se sumerge en una solución de ácido ortofosfórico, esto con el objetivo de abrir los canales en la capa de aluminio. Dicha solución se calienta a baño maría hasta que alcance una temperatura de 40 °C. La muestra se sumerge durante 1 o 2 minutos hasta que el ataque del aluminio sea perceptible a simple vista (desprendimiento del material acompañado de microburbujas). Posteriormente, con ayuda de un microscopio, se inspecciona el substrato para cerciorarse de que no queden restos de aluminio en las zonas del vidrio a intercambiar.
- Eliminación de la resina. Para eliminar la resina restante basta con sumergir el substrato en un baño de acetona, seguido por uno de alcohol y finalmente enjuagar con agua.
- El intercambio iónico. Después de eliminar la resina quedan los canales abiertos en el material de barrera, en este momento el substrato se puede someter al intercambio iónico. El proceso del intercambio debe realizarse usando sales de nitrato de potasio (KNO<sub>3</sub>) sumergiendo la muestra en un baño de sal fundida a una temperatura aproximada de 380 °C durante un tiempo de 8 horas.
- Eliminación del aluminio y pulido. De manera similar que en el paso 5 se sumerge la muestra en una solución de ácido ortofosfórico a 40 °C, dando el tiempo suficiente para remover por completo el aluminio remanente y se procede a pulir los extremos del substrato en la superficie en la que se encuentran los canales intercambiados. En la etapa del pulido se utilizan discos abrasivos de diferente tamaño de grano y una pulidora de plato en húmedo. Sobre el revés del substrato y a lo largo de los dos extremos de las guías, tal y como se esquematiza en la figura 2 se hace una cuña con una hoja abrasiva gruesa cuidando de no tocar la superficie en donde se

encuentran las guías. El objetivo de esta cuña es disminuir la superficie a pulir cuando el sustrato se lleva a la vertical, reduciendo de esta forma el tiempo de pulido y evitando que los discos abrasivos se desgasten rápidamente. Un pulido de calidad nos permitirá tener un buen acoplamiento de la señal lumínica a la entrada de los dispositivos.

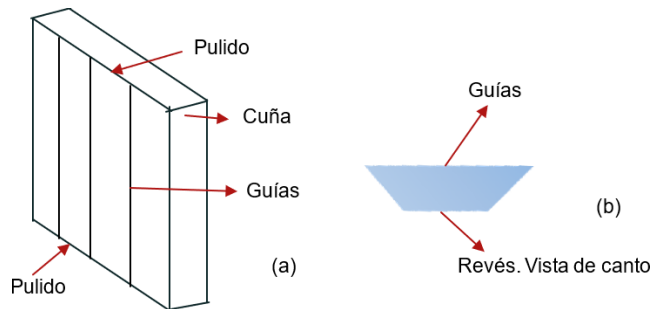


Figura 2 Aspectos para considerar durante el pulido de las muestras.

Se mencionó anteriormente que uno de los objetivos de este trabajo era el de fabricar guías de onda canal con el menor ancho posible considerando que se cuenta con una mascarilla compuesta por 6 series de canales en las que el ancho de los canales impresos en cromo varía desde 200 hasta 17  $\mu\text{m}$  con una separación entre ellos que va desde 100 hasta alrededor de 300  $\mu\text{m}$  [Aguilar, 2003]. Por lo que en esta etapa del proceso se utilizó tanto una resina positiva como una negativa tal y como se resume en el esquema de la figura 3.

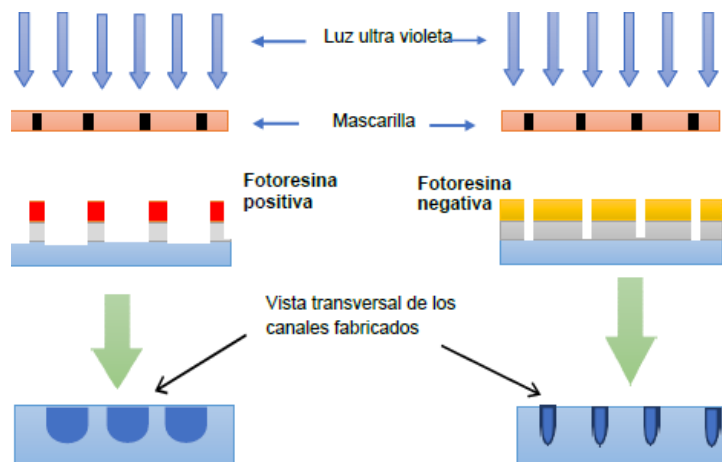


Figura 3 Circuitos de diferente dimensión utilizando fotorecina positiva o negativa.

La resina positiva (esquemas del lado izquierdo) es aquella que se elimina después de ser insolada con luz UV y revelada. En cambio, la resina negativa (esquemas del lado derecho) se elimina la que no fue expuesta a la radiación. De esta forma, y de acuerdo con la figura 3, utilizando la misma mascarilla se tiene la posibilidad de abrir canales de diferente ancho en el material de barrera según la resina utilizada y por lo tanto generar guías de onda canal de anchos diferentes

### 3. Resultados

Al evaporar el aluminio en la superficie de los substratos se colocaron 38 mg de aluminio en el crisol de la evaporadora lográndose un depósito de  $0.7 \pm 0.5 \mu\text{m}$  de espesor el cuál se estimó mediante un perfilómetro. En la figura 4 se muestra la gráfica que despliega el perfilómetro en el momento de la medición.

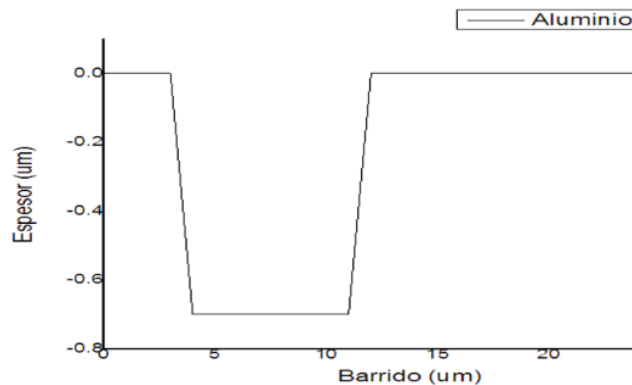


Figura 4 Medición del espesor del material de barrera.

La fotoresina positiva utilizada fue la Shipley 1818 [Shipley, 2021]. En el spin-coater se depositaron aproximadamente 3 gotas para cubrir toda la superficie del substrato. En la tabla 1 se listan las velocidades del spinner empleadas en el depósito de la resina positiva siendo 10 segundos el tiempo de deposición en todos los casos. También se incluyen los parámetros optimizados de los tiempos de insolación, revelado y de los espesores obtenidos.

La fotoresina negativa utilizada forma parte de un Kit (Sigma-Aldrich Kit I) [Sigma, 2021], que contiene además un revelador y un disolvente. Este último permite disolver la resina dependiendo de los espesores que se deseen depositar.

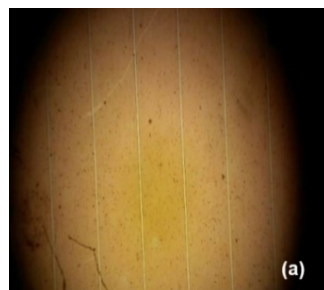
Inmediatamente después del depósito se hace un pre-horneado a 82 °C por 20 minutos. Después, se procede a la insolación, el revelado, al enjuague con alcohol isopropílico y al secado con nitrógeno.

Tabla 1 Parámetros optimizados para la fotoresina positiva.

| Spinner (rpm) | Tiempo de insolación (segundos) | Tiempo de revelado (segundos) | Espesor obtenido (µm) |
|---------------|---------------------------------|-------------------------------|-----------------------|
| 1000          | 160                             | 5                             | 2                     |
| 3000          | 100                             | 5                             | 1.3                   |
| 6000          | 80                              | 5                             | 0.9                   |

Finalmente, se hace un recocido por 10 minutos a 120 °C para adherir la resina después del revelado. El espesor de la resina negativa depositado fue de aproximadamente 3 µm. Después de numerosas pruebas se encontraron los parámetros óptimos para la insolación de la fotoresina negativa: 80 segundos de insolación y 18 segundos de revelado para grabar y abrir los canales completamente en la foto-resina con dicho espesor.

En la figura 5a se pueden apreciar los canales totalmente abiertos en el material de barrera después del ataque químico con el ácido ortofosfórico mientras que en la figura 5b se tiene el substrato sumergido totalmente en la sal de potasio fundida durante el proceso del intercambio iónico.



a) Canales totalmente abiertos.



b) Substrato sumergido

Figura 5 Canales abiertos en el aluminio e Intercambio iónico.

Después de que se elimina el material de barrera la única forma de saber sobre que superficie del substrato se encuentran los circuitos fabricados es guiándose por una cuña que se le hace al substrato durante el pulido. El material que forma las guías sigue siendo vidrio solamente con una pequeña alteración en su índice de refracción



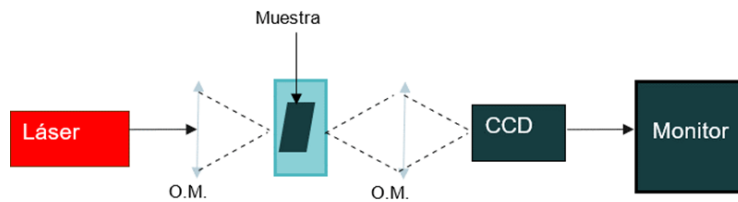
( $\Delta n = 0.01$ ) en lo que son los canales intercambiados, debido a esto no podemos percibir ningún cambio de coloración a simple vista ni visualizando el substrato al microscopio. En este caso, al estar inspeccionando la superficie de las guías canal para verificar que no quedaran residuos de aluminio, se lograron observar y capturar con una cámara los canales confinados, ver figura 6. Esto fue posible manipulando la dirección de incidencia de la luz del microscopio en el que se observaron.



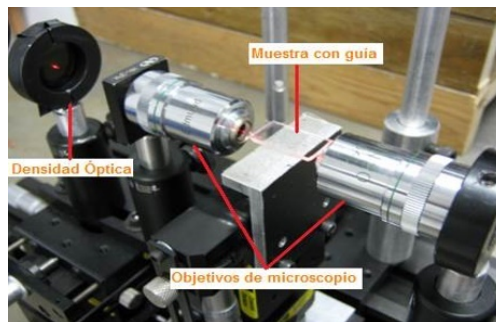
Figura 6 Visualización al microscopio de los circuitos dieléctricos fabricados.

Las guías de onda canal se someten a la caracterización de campo cercano. Esta caracterización permite observar los patrones de irradiancia a la salida de los circuitos fabricados y de esta forma saber si son monomodo o multimodo a la longitud de onda de caracterización. Para la caracterización de campo cercano se implementó el banco óptico que se muestra en el esquema de la figura 7a. Este montaje está constituido de un láser de Helio-Neón con una longitud de onda de  $\lambda = 632.8 \text{ nm}$ , un objetivo microscópico (O.M) de 20 X que se utiliza para focalizar la luz del láser a la entrada de uno de los extremos de las guías. A la salida de estas la luz se recolecta con otro objetivo de microscopio idéntico al del acoplamiento que permite focalizar el patrón de intensidad sobre una cámara CCD Sony XC-75 que va conectada a un monitor. En la figura 7b se puede observar una imagen del banco óptico de campo cercano. Cabe mencionar que tanto los objetivos de microscopio como el porta-muestras tienen libertad de movimiento micrométrico en X, Y, Z ya que la implementación de sus bases se hizo ensamblando plataformas micrométricas y el porta-muestras, al tener libertad de movimiento en la dirección transversal al haz de luz (X), permite acoplar la señal a todas las guías que se encuentran en el substrato conforme se desplaza en esta dirección.

La luz a la salida de las guías fabricadas con la resina negativa y con un ancho de canal de  $17\ \mu\text{m}$  se proyecta en una pantalla y se observa la imagen de la figura 8a. Después, se quita la pantalla y en su lugar se coloca una cámara CCD conectada a un monitor que permite ver con claridad el patrón de irradiancia tal y como se muestra en la figura 8b.

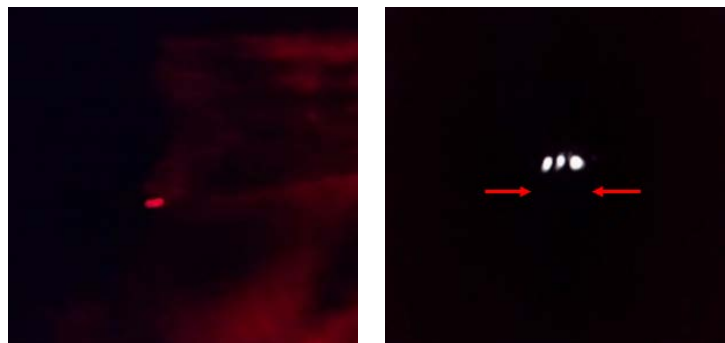


a) Esquema para la caracterización de campo cercano.



b) Banco óptico de campo cercano

Figura 7 Esquema e imagen del montaje de campo cercano.



a) Luz a la salida de las guías fabricadas

b) Patrón de irradiancia

Figura 8 Irradiancia del haz proyectado a la salida de los circuitos más angostos.

Mientras que en la figura 9 se observa el patrón de irradiancia de uno de los circuitos fabricados con la resina positiva que tiene un ancho de aproximadamente  $300\ \mu\text{m}$ . Cabe mencionar que la escala entre ambas figuras (8 y 9) no es la misma, que en un solo substrato se tienen del orden de 50 guías de onda canal, en el momento de

la caracterización algunas de ellas no guían luz debido a posibles defectos de fabricación provocados principalmente por impurezas o rayaduras del cromo de la mascarilla utilizada durante la insolación UV. Las guías que si funcionan presentan en su mayoría el mismo patrón de irradiancia a la salida como los que se muestran en las figuras 8 y 9.

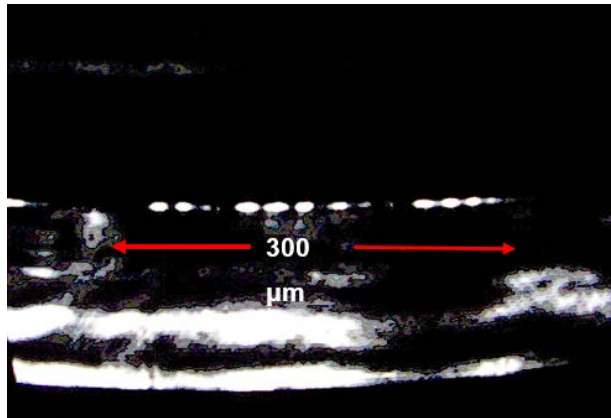


Figura 9 Irradiancia del haz proyectado a la salida de los circuitos con mayor ancho.

#### 4. Discusión

Se puede observar que el patrón de irradiancia de las guías fabricadas claramente no corresponde al patrón de una guía monomodo (haz transversal semi-gaussiano), las guías fabricadas son multimodo para la longitud de onda de caracterización  $\lambda = 632.8 \text{ nm}$  pero es probable que al acoplar una longitud de onda en el cercano infrarrojo los circuitos funcionen en régimen monomodo. Para ello será necesario hacer las modificaciones necesarias al banco óptico de campo cercano para tener como fuente de luz un diodo láser de  $\lambda = 1.5 \mu\text{m}$ .

El uso de la resina negativa en la fabricación de los circuitos vítreos permitió obtener circuitos con un ancho de  $17 \mu\text{m}$ , multimodo para una longitud de onda  $\lambda = 632.8 \text{ nm}$ . Si bien, estas estructuras son anchas para aplicaciones en el visible podrían ser monomodo en el IR cercano. En la literatura se encuentran diversas aplicaciones para estas dimensiones de guías de onda canal en donde trabajan en su régimen monomodo en la región del infrarrojo lejano a una longitud de onda  $\lambda = 5.91 \mu\text{m}$ . De entre estas aplicaciones tenemos: sensores optoquímicos para gases

contaminantes, como componentes para interferometría astronómica que tiene como objetivo la detección y espectrometría de planetas extrasolares parecidos a la tierra [Barthélémy, 2011], para el desarrollo de biosensores ópticos los cuales pueden recolectar información de las alteraciones metabólicas [Marie, 2009].

Se visualizó y se presenta una imagen en superficie de guías canal vítreas figura 4, fabricadas mediante la técnica del intercambio iónico. Según la literatura revisada esto no se había hecho anteriormente. Se plantea como perspectiva, caracterizar la superficie por la técnica de microscopía de fuerza atómica (AFM) [Hiu, 2012] para determinar la magnitud de la protuberancia del canal intercambiado respecto a la superficie del sustrato. Esta protuberancia del canal implicaría que el índice de refracción en las direcciones transversal y azimutal es diferente, es decir, las guías presentan birrefringencia. Un trabajo a futuro sería estimar la birrefringencia de este tipo de guías e implementar una aplicación.

El banco óptico implementado permitió observar los patrones de irradiancia de la señal a la salida de las guías canal. Se podría elaborar un programa que permita tratar la imagen para estimar automáticamente la dimensión del modo guiado y en base a esto cuantificar las pérdidas de acoplamiento entre diferentes dispositivos. Si bien el encontrar los parámetros óptimos en cada una de las etapas de fabricación de los circuitos dieléctricos lleva tiempo y el trabajo demanda paciencia y mucha iniciativa, también se adquiere experiencia en lo que es el trabajo en una sala limpia “clean room”.

## **5. Conclusiones**

Después de realizar numerosas pruebas en las etapas del depósito, la insolación y revelado de las resinas positiva y negativa, se optimizaron los parámetros experimentales involucrados en la fabricación de guías de onda canal mediante la técnica del intercambio iónico. Se fabricaron circuitos dieléctricos de menores dimensiones a los obtenidos anteriormente mediante el uso de una fotoresina negativa utilizando la misma mascarilla aplicada en el proceso de fotolitografía con resina positiva. Las guías de onda fabricadas con menor ancho de canal presentan potenciales aplicaciones a explorar como perspectiva de este trabajo. Por primera

vez se presenta una imagen en superficie de circuitos dieléctricos fabricados mediante intercambios iónicos.

Este trabajo ha permitido a los estudiantes involucrados desarrollar habilidades en el trabajo en una sala limpia que es una herramienta buscada entre los egresados de universidades dentro del ámbito industrial y en particular en el área de la microelectrónica y el desarrollo de dispositivos de telecomunicaciones, tanto a nivel nacional como internacional.

## **6. Bibliografía y Referencias**

- [1] Aguilar Jiménez, Ma. De Jesús Guadalupe, Fabricación de Canales de GaAs con Doble Ataque Químico para Diodos Láser Tipo Reif, Tesis de Maestría, Instituto de Investigación en Comunicación Óptica (IICO), UASLP., diciembre de 2003.
- [2] Barthélémy, E., Vigreux, C., Parent, G., Barillot, M. and Pradel, A., Telluride films and waveguides for IR integrated optics, *Phys. Status Solidi C* 8, No. 9, pp. 2890-2894, 2011.
- [3] Caldiño, U., Speghini, A., Berneschi, S., Bettinelli, M., Brenci, M., Pasquini, E., Pelli, S., Righinice, G. C., (2014). Optical spectroscopy and optical waveguide fabrication in Eu<sup>3+</sup> and Eu<sup>3+</sup>/Tb<sup>3+</sup> doped zinc–sodium–aluminosilicate glasses. *Journal of Luminescence*. Volume 147, March 2014, pp. 336-340. <https://doi.org/10.1016/j.jlumin.2013.11.061>.
- [4] Chandrinos, K. V., & Trahanias, P. E., Web-based Information Systems. ERCIM Workshop Proceedings. Toronto, Canada. October 1998.
- [5] Dezhi Tan, Zhuo Wang, Beibei Xu and Jianrong Qiua, (2021). Photonic circuits written by femtosecond laser in glass: improved fabrication and recent progress in photonic devices. *Advanced Photonics*, Mar. 10, 2021. [DOI: 10.1117/1.AP.3.2.024002].
- [6] Jing-Yi Chen, Jie Zhang, Liao-Lin Zhang & Chun-Xiao Liu, (2020). Fabrication of ridge waveguide on the ion-implanted TGG crystal by femtosecond laser ablation. *Journal of Modern Optics* Volume 67, 2020 - Issue 12, <https://doi.org/10.1080/09500340.2020.1810795>.

- [7] Hiu Xie, Cagdas Onal, Stéphane Régnier, Metin Sitti, (2012). Atomic Force Microscopy Based Nanorobotics, Publisher: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, edition 1, ISBN: 9783642203299.
- [8] Marie Laure Anne, Chalcogenide Glass Optical Waveguides for Infrared Biosensing, *Sensors* 2009, pp. 7398-7411, 2009.
- [9] Miller, S. E., *Integrated Optics: An Introduction*, Bell Syst. Tech. J., Vol. 48, pp. 2059-2068, 1969.
- [10] Najafi Iraj S., *Introduction to Glass Integrated Optics*. Artech House, Boston-London, 1992.
- [11] Sebastián Alberti and Jana Jágerská, (2021). Sol-Gel Thin Film Processing for Integrated Waveguide Sensors. *Frontiers in Materials.*, 05 March 2021. <https://doi.org/10.3389/fmats.2021.629822>.
- [12] Shipley, (2021). <http://engineering.dartmouth.edu/microeng/procedding/lithography/S1800.pdf>.
- [13] Sigma, (2021). [https://www.sigmaaldrich.com/content/dam/sigmaaldrich/docs/Aldrich/Bulletin/al\\_techbull\\_al217.pdf](https://www.sigmaaldrich.com/content/dam/sigmaaldrich/docs/Aldrich/Bulletin/al_techbull_al217.pdf).
- [14] Yun Gao, Hon Ki Tsang and Chester Shum,(2018). A silicon nitride waveguide-integrated chemical vapor deposited graphene photodetector with 38 GHz bandwidth. *Nanoscale*, pp. 21851-21856. <https://doi.org/10.1039/C8NR03345E>.