

### 3 ASPECTOS EXPERIMENTAIS

Para analisar as propriedades ópticas dos moduladores de intensidade desenvolvidos nesta tese foram realizadas medidas de fotocorrente, transmissão e de campo próximo.

A medida de fotocorrente, como seu nome indica, é uma medida de corrente fotogerada. Quando a luz que incide na região ativa de uma estrutura de MQW semicondutora é absorvida, produz-se uma geração de pares elétron-buraco, os quais, ao ser aplicado um determinado campo elétrico são expulsos para fora da região de poços, gerando desta forma uma fotocorrente.

A medida da fotocorrente pode ser realizada em duas geometrias diferentes, uma com incidência da luz de forma paralela às camadas epitaxiais, que chamaremos fotocorrente no plano. A outra, com incidência de luz perpendicular às camadas epitaxiais, que chamaremos fotocorrente perpendicular.

O sinal de transmissão é utilizado para calibrar a medida de fotocorrente em unidades absolutas. Neste tipo de medida, é de vital importância saber se o material do substrato absorve a radiação incidente na mesma faixa de operação da região ativa da estrutura crescida. Sendo assim, o substrato deverá ser corroído totalmente.

O perfil do campo próximo é medido somente em guias de onda. A medida consiste em obter a imagem do campo eletromagnético na saída do dispositivo. A geometria dessa imagem fornece informações tais como o número de modos que se propagam no guia e o fator de acoplamento óptico.

A seguir encontra-se uma breve descrição da montagem experimental de cada uma destas medidas. O software que foi desenvolvido para automação das diferentes experiências encontra-se descrito nos apêndices A e B.

### 3.1

#### Fotocorrente

A medida de fotocorrente consiste em incidir luz de diferentes comprimentos de onda e medir a corrente foto gerada. Esta medida foi realizada com dois tipos de geometria: incidência perpendicular e incidência paralela às camadas epitaxiais. A montagem e o *software* usados na medida de fotocorrente foram desenvolvidos como parte do trabalho desta tese. A configuração da montagem é apresentada na figura 3.1. A janela tracejada da figura 3.1 mostra a posição da amostra para as duas geometrias de fotocorrente utilizadas. A fonte de luz branca é uma lâmpada halógena que opera com 12 Volts e dissipa uma potência de 250 Watts. A luz incide no monocromador que possui uma rede de difração com densidade de 600 linhas por milímetro. A escolha da rede de difração apropriada depende do comprimento de onda de operação do dispositivo. Por exemplo, a rede de difração Oriel 74069, opera entre 900 e 2800 nm com comprimento de onda central em 1600 nm. Esta rede foi usada para as medidas de fotocorrente nas estruturas de *InAlAs/InGaAs*. Enquanto a rede Oriel 74067, usada para medir as estruturas de *AlGaAs/GaAs*, opera entre 600 e 2500 nm com comprimento de onda central em 1000 nm.

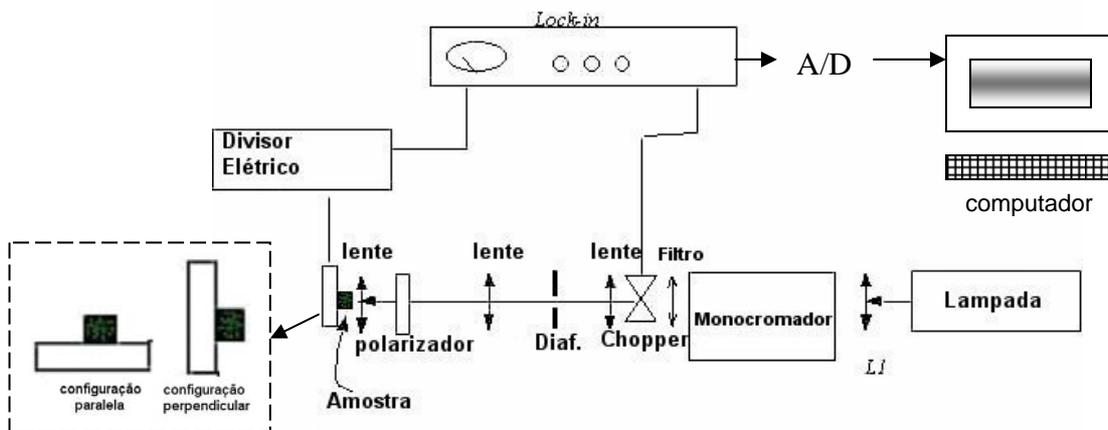


Figura 3.1 Configuração da experimento de fotocorrente

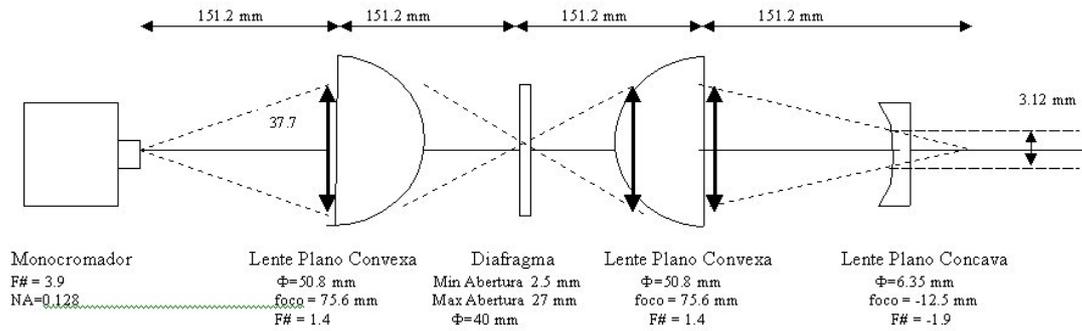


Figura 3.2. Geometria do sistema de lentes utilizado para acoplar o feixe .

Na saída do monocromador é usado um filtro que corta a difração de segunda ordem da rede de difração. Após a luz ser modulada pelo *chopper*, com frequência = 511 Hz, ela segue a trajetória da geometria de lentes da figura 3.2. O sinal fotografado passa por um circuito em T, onde é recortado o sinal DC que vai ser pré-amplificado e ao mesmo tempo permite aplicar tensão reversa na amostra. O dispositivo pré-amplificador é um EG&G *Judson* modelo PA-7.

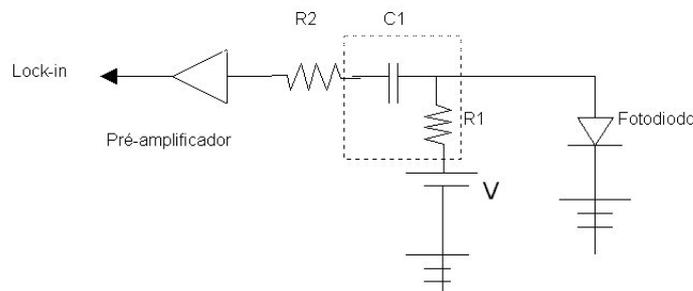


Figura 3.3. Circuito usado para polarizar o dispositivo e bloquear o sinal DC.

A amostra está representada na figura 3.3 pelo diodo. As resistências  $R1$  e  $R2$  são de  $1.47 \times 10^3$  ohm e 750 ohm, respectivamente, e a capacitância  $C1$  é de  $0,1 \mu\text{F}$ . A voltagem varia entre 0 e 5 volts.

### 3.2

#### Campo próximo

A medida do campo próximo é uma medida que se realiza na face de saída do dispositivo. A figura 3.4 mostra o plano correspondente às medidas de campo próximo e campo distante. Esta figura pretende enfatizar a localização do plano da medida de campo próximo. A imagem do campo próximo em guias permite avaliar a eficiência de acoplamento óptico ( $\Sigma$ ), e o fator de confinamento óptico ( $\Gamma$ ) [Inoue, 1985; Artiglia, 1989].

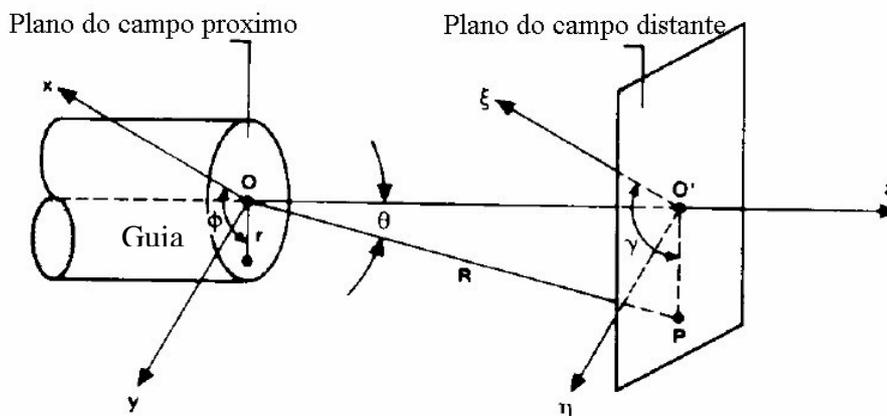


Figura 3.4. Geometria do campo próximo e do campo distante. O plano da imagem está paralelo ao plano xy. z é o eixo de propagação do campo.

A experiência de campo próximo foi desenhada e desenvolvida como parte de trabalho desta tese. A figura 3.5 mostra a configuração da montagem utilizada. O sistema pode ser descrito em três partes.

- 1) Sistema de lançamento do feixe: A fonte de luz é um laser *pigtail* da empresa *Thorlabs* (LPS-SMF28-1550DFB-FC). Usa-se um colimador para fazer a propagação do feixe no ar (*Newport* F-col-9-15), este feixe tem um diâmetro de 0.5 mm. Segue um polarizador de 20 mm de diâmetro (*Melles Griot* 03-FPI012) e uma lente objetiva de abertura numérica 0.2; todos eles dispostos sobre uma plataforma ajustável nas três coordenadas X, Y e Z.
- 2) Suporte da amostra: O suporte da amostra foi desenhado como mostra a figura 3.6. Este porta-amostra está fixado no posicionador do meio e faz movimentos somente no plano XY. A direção de movimento de cada motor

está indicado pelos sistemas de coordenadas 3D observados na figura 3.5. Um sistema de pontas é usado para aplicar uma diferença de potencial à amostra. O contato negativo é feito na base do suporte e o contato positivo é feito acima da amostra, na região metalizada.

- 3) Sistema de recepção: A imagem na saída do dispositivo é captada por uma lente objetiva de abertura numérica de 0.2. A face de saída do dispositivo deve estar localizada no foco da objetiva, desta forma o feixe se propaga paralelamente ao eixo óptico. Depois é usada uma lente acromática de precisão para acoplar o feixe numa fibra óptica. A fibra óptica está conectada a um fotorreceptor *New Focus* (2011 FC ou 2010 FC). O fotorreceptor é um amplificador de transimpedância de ganho variável com baixo ruído. O sinal detectado é medido via Lock-in (*Stanford Research Systems SR510*). Um gerador de sinais de baixa distorção é usado para polarizar a amostra (*Stanford Research Systems DS360*). O processamento do sinal é feito usando um *software* desenvolvido especificamente para esta tese. O programa está descrito no apêndice A.

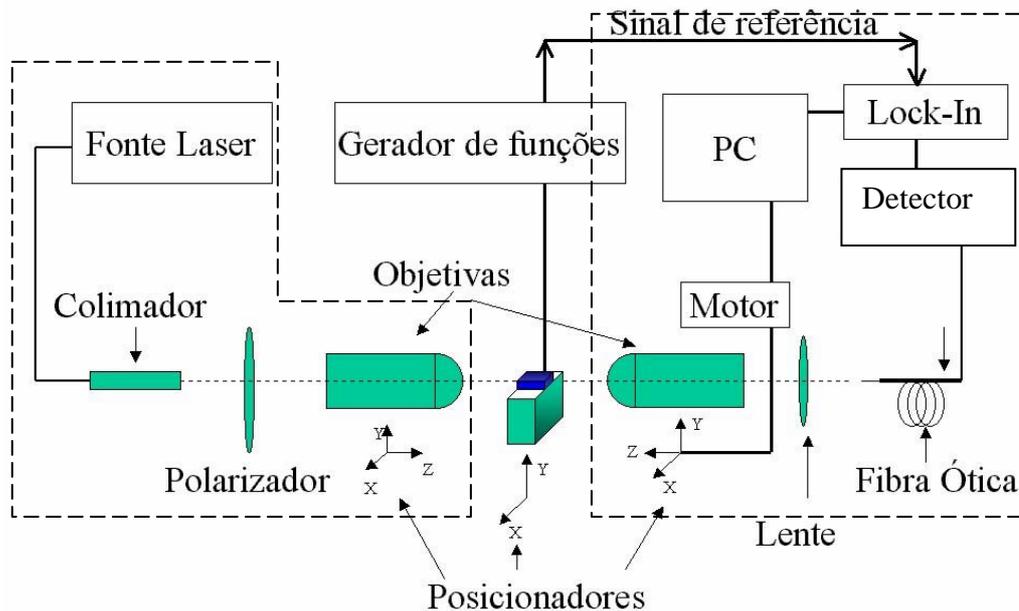


Figura 3.5. Esquema da experiência usada para medir o campo próximo em guias de onda.

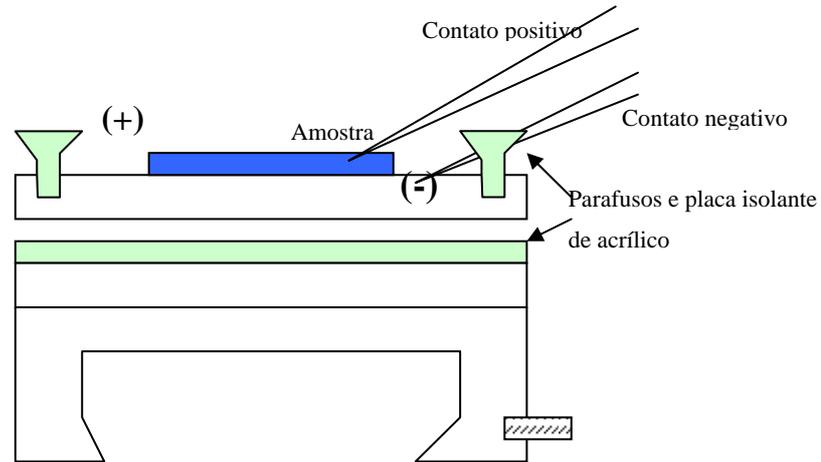


Figura 3.6. Desenho lateral do suporte da amostra.

A figura 3.7 mostra a foto do sistema de campo próximo implementado no LabSem.

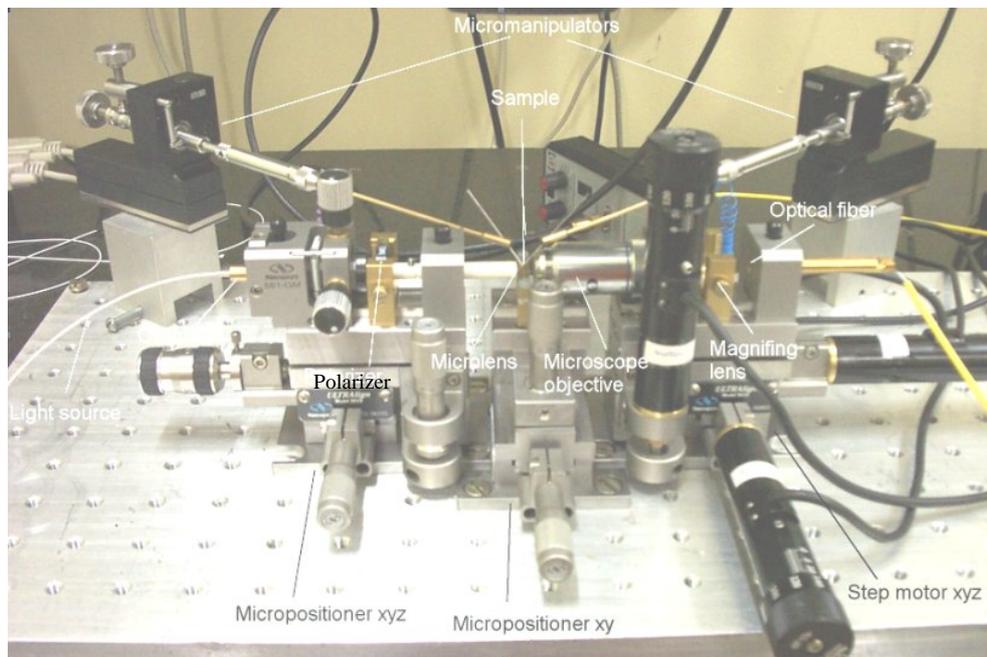


Figura 3.7. Foto da montagem para a medida de campo próximo em LabSem

### 3.3

#### Transmissão

A medida de transmissão é feita para obter o valor do coeficiente de absorção em unidades absolutas. A medida consiste em fazer passar a radiação incidente através da estrutura. A figura 3.8 apresenta um esquema da forma como é implementada a medida.

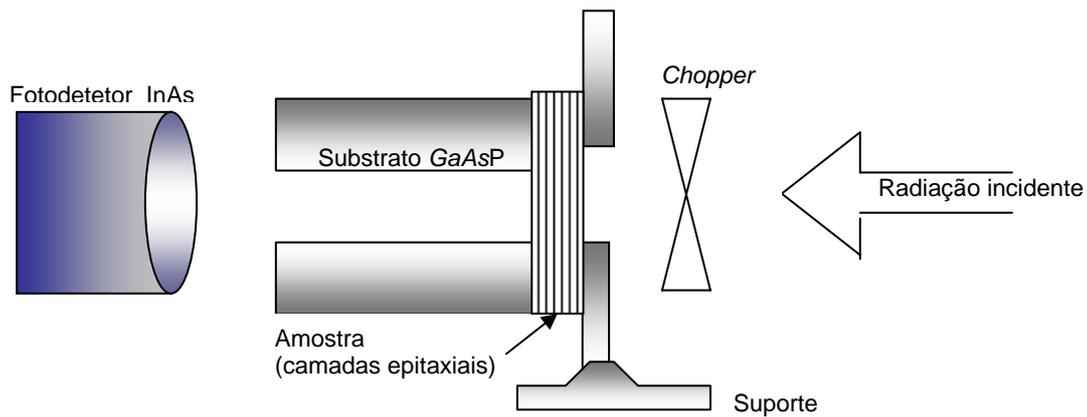


Figura 3.8. Geometria da montagem da medida de transmissão.

O processo de obtenção do coeficiente de absorção varia de acordo com o material que vai ser analisado, pois pode ocorrer que o material do substrato absorva na mesma faixa de operação da estrutura, o que prejudica a medida. Logo o substrato deverá ser corroído. Em particular, este processo deve ser realizado em amostras crescidas sobre substratos de *GaAs*. Para corroer o substrato de *GaAs*, foram usadas duas soluções. A primeira é composta por hidróxido de amônia e peróxido de hidrogênio:  $NH_4OH: H_2O_2$ , numa proporção 20:100. Esta solução é muito instável à temperatura ambiente por isso, sua temperatura de manipulação deve ser de 10 °C. Ela tem uma taxa de corrosão de 1.33 nm/min e deve ser trocada a cada 15 minutos. A segunda parte da corrosão se faz com uma solução que seja seletiva. A solução seletiva é composta por uma solução *buffer* misturada com peróxido de hidrogênio numa proporção 7:1. A solução *buffer* consiste em mistura de citrato de potássio (28%) com uma solução de ácido cítrico (20%). A figura 3.8 mostra o exemplo de um substrato corroído.

Antes que a radiação incida na amostra, ela passa por um *chopper* para ser modulada. Depois, quando a radiação cruza a estrutura, ela é substancialmente absorvida pela camada ativa. O sinal transmitido é detectado por um sensor de *InAs* (EG&G J12TE2) e transmitido para um amplificador *Lock-in*. Finalmente, o sinal é digitalizado por uma placa A/D e estes dados vão ser salvos. O modelo matemático para estimar os valores do coeficiente de absorção varia com cada material, conforme foi explicado no capítulo anterior.

### 3.4

#### Processamento de guias de onda

Para fabricar guias de ondas semicondutor se utiliza o processo de fotogração. Vários trabalhos publicados contêm informação detalhada do procedimento que é desenvolvido no LabSem [Pires, 1998; Racedo, 2000; Tribuzy, 2001]. Uma sinopse do processo é apresentada a seguir.

Colagem Amostra	Chapa 5min - 120°C. Uma pequena gota de fotoresina é usada para colar a amostra num suporte metálico quadrado revestido de ouro.
1ª Máscara	Chapa 2 min - 110°C
Abre a fenda para depositar o metal.	<i>HMDS</i> 40s – 4000 rpm. A solução em xileno é um solvente orgânico promotor da adesão da fotoresina.
	<i>AZ-5214</i> 40s@4000rpm . A fotoresina é um solvente de proteção
	Chapa 1min - 110°C
	Exposição à luz ultravioleta. 145s - 5.5 mW/cm <sup>2</sup> . Usa-se a alinhadora de máscara Karl Asus M4.
	Revelação <i>KOH</i> : <i>H<sub>2</sub>O</i> (1:4) 40 s. Solução de hidróxido de potássio em água. Usa-se para retirar a fotoresina da região sensibilizada pela luz ultravioleta. Processo chamado de revelação.
Plasma	1min. O plasma é feito de oxigênio ionizado. As partículas deste plasma bombardeiam a superfície da amostra já fotograçada para eliminar possíveis sujeiras.
1ª Metalização	<i>HCl</i> : <i>H<sub>2</sub>O</i> (1:1) 45 s. Solução de ácido clorídrico em água. A solução retira partículas oxidantes da superfície da amostra.

Deposição de Cromo e Ouro	Cr (300Å).
	Au (1000Å)
Lift-off	Acetona quente 10min. Retira o metal da superfície das regiões não sensibilizadas pela luz ultravioleta
Colagem amostra	Chapa 5min -120°C. Idem.
2ª Máscara  Proteção da região do contato metálico.	Chapa 2 min -110°C.
	HMDS 40s - 4000rpm . idem.
	Shipley-1400-17: 40s - 4000rpm. Se usa em processos de corrosão de geometrias finas. Como é o caso de guias de onda na faixa menor que 7 µm.
	Chapa 30min - 115°C. Processo de secagem da fotoresina Shipley.
	Exposição à luz ultravioleta. 75s - 5.5 mW/cm <sup>2</sup> . Idem.
	Revelação KOH : H <sub>2</sub> O (1:4) 40 s. Idem
	Forno 30min -130°C. Processo de endurecimento da fotoresina Shipley.
Corrosão  Formação da mesa do guia de Onda.	A solução usada para corroer varia de acordo ao material. Para corroer AlGaAs/GaAs se usa a solução de ácido sulfúrico em peróxido de hidrogênio e água: H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> : H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> : H <sub>2</sub> O (8 : 7 : 80) Para corroer InAlAs/InGaAs se usa a solução de ácido fosfórico em peróxido de hidrogênio e água: H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> : H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> : H <sub>2</sub> O. (1 : 7 :37). Detalhes da curva de corrosão podem ser observados nas figuras 3.7 e 3.8.
	Acetona quente 2 min + 2 min. Retira a fotoresina.
Colagem amostra	Chapa 5min -120°C. Idem
Planarização	PIX-110 40s - (4000=2µm / 3000=2.6µm) rpm. A polimida PIX-110 protege os lados laterais do guia de onda.
	Chapa 45s -130° C + 45s -160° C. Processo de endurecimento da polimida antes da exposição a raios ultravioleta.
	AZ-5214 40s - 4000rpm .
	Chapa 2min - 110°C
	Exposição à luz ultravioleta.. 145s - 5.5 mW/cm <sup>2</sup>
	Revelação HOH : H <sub>2</sub> O (1:2) 45s + 45s. Idem.
	H <sub>2</sub> O por 1 min e fazer <i>dry spin</i> . Consiste em usar o <i>spinner</i> para

	homogeneizar e secar a polimida.
	Acetona quente 2 min + 2 min. Idem.
	Forno 30min por 200°C + 60min por 350°C. Processo de secagem da polimida.
Colagem amostra	Chapa 5min -120°C. Idem.
3ª Máscara	Chapa 2 min - 110°C
	<i>HMDS</i> 40s – 4000 rpm . Idem
Proteção de toda a amostra exceto a região dos guias.	<i>AZ-5214</i> 40s - 4000rpm . Idem
	Chapa 1min - 110°C. Idem.
	Exposição à luz ultravioleta por . 29s - 5.5 mW/cm <sup>2</sup> . Idem.
	Revelação <i>HOH</i> : <i>H<sub>2</sub>O</i> (1:4) 40 s. Idem
2ª Metalização	<i>HCl</i> : <i>H<sub>2</sub>O</i> (1:1) 45 s. Idem
Deposição de Titânio e ouro.	<i>Ti</i> (300Å)
contato <b>p</b>	<i>Au</i> (2000Å)
<i>Lift-off</i>	Acetona quente 10min. Idem
Desbaste	Bromo-Metanol (4%) . <i>Br<sub>2</sub></i> : <i>CH<sub>3</sub>OH</i> . Se faz pelo lado do substrato. Se raspa com uma lixa d'água até a superfície ficar polida.
3ª Metalização	<i>HCl</i> : <i>H<sub>2</sub>O</i> (1:1) 45 s. Idem.
	<i>Ti</i> (100Å)
Contato <b>n</b>	<i>Au</i> (50Å)
	<i>Ge</i> (30Å)
	<i>Ni</i> (100Å)
	<i>Au</i> (2000Å)

Para realizar a corrosão dos diferentes materiais, são utilizadas as curvas de calibração mostradas nas figuras 3.9 e 3.10. Em particular, para corroer as amostras de *AlGaAs/GaAs* desta tese, foi usada a proporção 8:7:80 de *H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>O* a temperatura ambiente, que corresponde a uma taxa de corrosão de 112Å/s. Para as amostras de *InAlAs/InGaAs* foi utilizada a proporção 1:8:37 de *H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>O* a temperatura ambiente, esta composição proporciona uma taxa de corrosão da ordem de 28 Å /min.

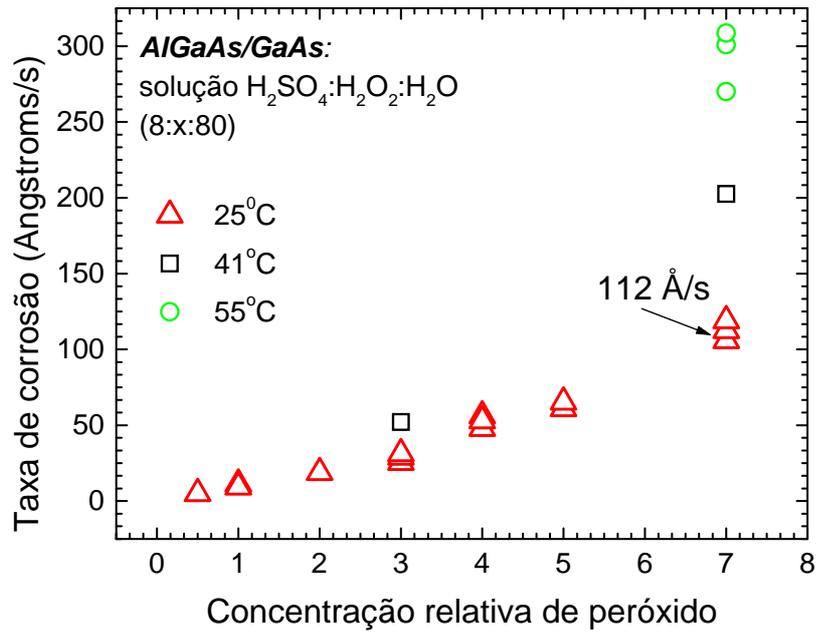


Figura 3.9. Curva de calibração para corrosão de *AlGaAs/GaAs*.

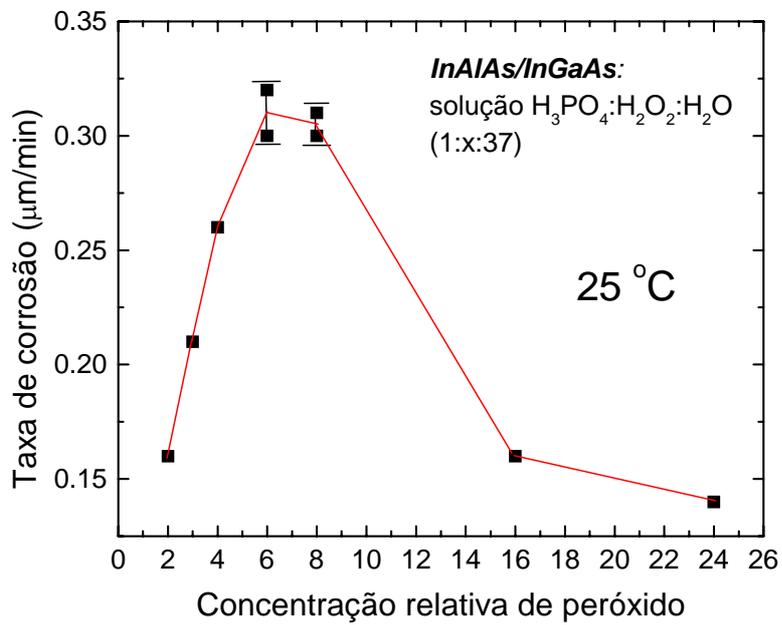


Figura 3.10. Curva de calibração para corrosão de *InAlAs/InGaAs*.

Os desenhos das máscaras usadas neste trabalho são mostrados na figura 3.11. A região cinza do desenho é a parte metalizada da máscara, que protege a região da luz ultravioleta .

A figura 3.11(a) corresponde à primeira máscara usada no processo de fotogração. A região mais clara desta figura, corresponde ao buraco aberto para realizar a deposição da região metálica encarregada de gerar o campo elétrico no interior da estrutura. A figura 3.11(b) mostra a geometria da máscara usada para proteger a região dos guias antes da corrosão, nesta máscara é decidida a largura de mesa dos guias de onda. Como pode ser observado na figura 3.11(b), as larguras de mesa utilizadas são 3, 5 e 7  $\mu\text{m}$ . A terceira máscara é mostrada pela figura 3.11(c), nesta máscara é descoberta a região onde vão ser feitos os contatos ôhmicos do dispositivo.

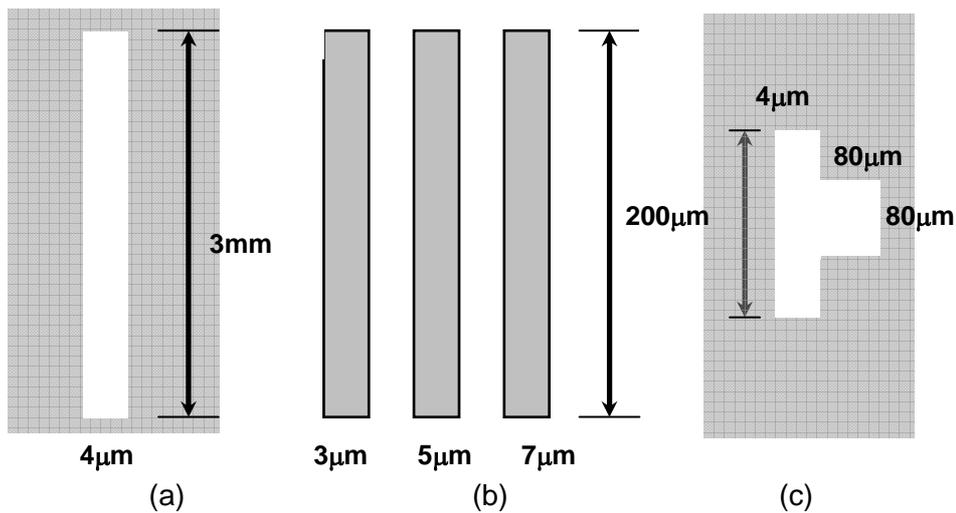


Figura 3.11 . Máscaras utilizadas no processamento de guias de onda.