

用按需滴定技术制备聚合物微透镜阵列*

张玉虹 康利军 胡宝文 王丽莉 李同海 李育林

(中国科学院西安光学精密机械研究所, 西安 710068)

摘 要 采用高分子聚合物-单体混合溶液按需滴定-原位热聚合的新方法制作折射微透镜及其阵列. 制备透镜的主要材料是甲基丙烯酸甲酯及其聚合物. 制备的微透镜直径在 1 mm~3 mm 范围内, 矢高为 100 μm ~400 μm , 透镜焦距在 1 mm~4 mm 之间. 所得微透镜在波长 $\lambda=1.55 \mu\text{m}$ 处有很好的光学透过率(90%), 适于作光通信耦合器件. 用 AFM-II 型原子力显微镜测得微透镜阵列的表面粗糙度 R_a 约等于 0.9 nm, 并通过液体的表面张力理论分析了微透镜的形成机理.

关键词 按需滴定-原位热聚合; 聚合物微透镜阵列; 表面粗糙度; 聚甲基丙烯酸甲酯

中图分类号 TN256 **文献标识码** A

0 引言

微透镜及其阵列是微光学系统中的重要器件之一, 主要用于光准直、光耦合、光互联等光纤通讯领域. 最近几年, 用可塑性轻量级光学材料制备微光学元件的生产技术成了人们感兴趣的研究课题. 特别是有机聚合物, 由于其容易加工, 能大大简化制作工艺, 而且得到的微透镜及其阵列具有高性能而特别引人注目^[1]. 目前, 聚合物微透镜及其阵列的主要制备方法有光刻热溶法、离子束刻蚀、激光直接写入和微喷打印^[2~4], 对于前几种方法, 工艺复杂, 对实验设备要求高, 所得微透镜成本高; 而对于微喷打印, 美国 MicroFab 公司对这种技术作了深入的研究并开发了相应的生产设备及微透镜阵列产品. 该方法操作简单, 可以精确控制液体喷出量, 精确的液体微喷技术是该方法有吸引力的主要原因. 这种技术能精确制备几十个微米尺寸的透镜, 但适用的高分子材料比较少.

本研究尝试采用高分子聚合物-单体混合溶液按需滴定-原位热聚合的方法制备聚合物折射微透镜. 该方法操作简单, 透镜一次成型, 适合制备较大尺寸的微透镜($D=0.1 \text{ mm} \sim 5 \text{ mm}$). 由于透镜是在液体表面张力的作用下自组装形成的, 表面具有极好的光洁度. 制备微透镜的材料可以是常见的优质有机玻璃聚甲基丙烯酸甲酯及其衍生物, 也可以是其它高透明热塑性聚合物材料. 因此, 该方法操作简单, 取材范围广泛, 价格低廉, 将在全光通信网络系统、集成光学系统中有着广阔的应用前景.

1 微透镜阵列制备

1.1 制备微透镜的实验设备

制备有机聚合物微透镜的实验装置如图 1, 使用的是点胶机和与计算机相连的三维移动平台, 点胶机与针筒和氮气压力泵相连. 通过微机控制点胶机控制针筒的出胶量及出胶的时间间隔, 三维移动平台载着石英基板和对石英基板加热的装置, 由计算机控制三维移动平台的移动方向和移动速度.

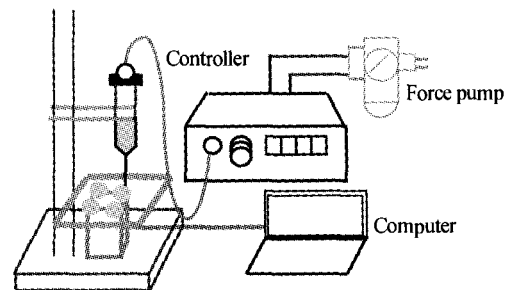


图 1 制备微透镜的实验装置

Fig. 1 Experiment setup of the fabricated microlens array

1.2 微透镜的制作工艺

步骤 1: 在室温下将聚甲基丙烯酸甲酯 (PMMA) 和甲基丙烯酸甲酯 (MMA) 和氯仿 (CHCl_3) 以摩尔比为 30 : 73 : 37 的比例混合, 将混合物在室温下振动大约 2 h 以使其完全溶解成溶液后再加入 0.5% wt (相对 MMA 来说) 的引发剂 (过氧化苯甲酰 BPO) 并摇匀.

步骤 2: 在注射针筒中注入约 2/3 的上述溶液, 然后将溶液静置直到无气泡为止.

步骤 3: 将点胶机和注射针筒相连, 设定程序控制液体喷出量, 打开时间控制开关以控制液体的重复流出量. 最小出胶量可达 80 nl ($D=1.0 \text{ mm}$, $\text{sag}=0.19 \text{ mm}$). 利用计算机程序设定三维移动平台的移动速度和移动方向.

步骤 4: 用加热板对石英基板加热至 70 $^\circ\text{C}$ 保温,

* 国家自然科学基金重点基金(60337030)资助项目
Tel: 029-88498076 Email: zhangyh1979@tom.com
收稿日期: 2004-09-13

用热电偶测量基板温度。

步骤 5: 同时打开计算机控制开关控制三维移动平台移动速度、方向和点胶机的连续脉冲开关。点胶机按设定的脉冲在基板上滴定溶液。根据脉冲间隔和放置石英基板的三维移动平台的移动速度控制透镜间距。

步骤 6: 将做好的透镜阵列放在真空干燥箱中加热至 230℃ 并进行退火处理, 使其自然降温至室温。所有的操作都在洁净操作箱进行, 这样可以避免灰尘和溶液蒸发太快、透镜表面不光滑。

2 结果及分析

2.1 微透镜表面粗糙度分析

用原子力显微镜 (AFM-II) 对所得微透镜进行表面粗糙度分析。如果把液滴直接滴在不加热的基板上, 所得透镜的轮廓算术平均偏差 (Arithmetical mean deviation of the profile) R_a : 6.3 nm; 轮廓最大高度 (Maximum height of the profile) R_v : 128.3 nm; 微观不平度十点高度 (Ten point height of irregularities) R_z : 128.3 nm (如图 2)。如果把液滴直接滴在被加热基板上, 所得透镜的表面粗糙度为 R_a : 0.8 nm; R_v : 11.4 nm; R_z : 11.4 nm (如图 3), 用

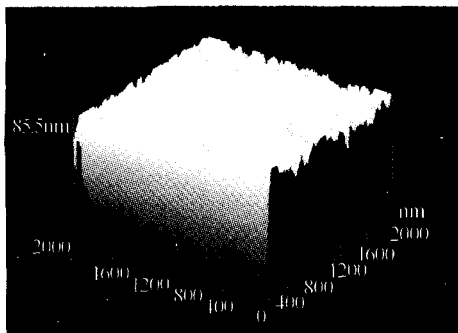


图 2 未对基板加热时的微透镜表现粗糙度
Fig. 2 Surface roughness of microlens when the substrate not being heated

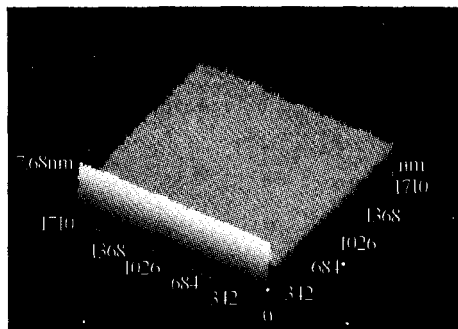


图 3 对基板加热时的微透镜表现粗糙度
Fig. 3 Surface roughness of microlens when the substrate being heated

这种方法制作的微透镜具有极好的表面光洁度。在加热基板上制得的微透镜表面光洁, 而且与基板粘接牢固。

2.2 微透镜阵列的主要性能参数

在显微镜下观察在针头直径为 249 μm , 压强为 4.6 kg/cm^2 , 脉冲为 0.25 秒/次条件下制备的微透镜阵列, 测得透镜直径的平均值为 1.713 mm, 均方根差为 11.6 μm , 不均匀度为 0.67%, 数据如表 1。

表 1 制备的微透镜直径

编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
直径 mm	1.71	1.70	1.71	1.72	1.72	1.69	1.73	1.72	1.71	1.72

对于在采用针头孔径为 249 μm , 压强为 4.8 kg/cm^2 , 脉冲为 0.26 秒/次下制备的微透镜平均直径为 2.41 mm, 相应的透镜矢高平均值为 0.385 mm, 选取其中的 10 个微透镜进行计算, 得其均方差为 4.7 μm , 不均匀度为 1.2%, 数据如表 2, 对应的微透镜阵列如图 4。透镜焦距可用下式计算

$$f = (r^2 + h^2) / 2(n-1)h \quad (1)$$

式中 r 是透镜半径, h 是透镜矢高。计算结果如表 2。结果表明此微透镜焦距比较小, 有可能用在复印机光学系统中。透镜接触角 θ 可用公式

$$\tan(\theta/2) = h/r \quad (2)$$

计算。透镜的 f 数可用方程

$$F = f/D \quad (3)$$

计算。式中 n 是 PMMA 的折射率 ($n=1.49$), D 是透镜直径。对于在脉冲为 0.26 秒/次、压强为 4.8 kg/cm^2 情况下用孔径为 249 μm 针头生产的微透镜 f 数的平均值为 1.564。

表 2 制备的微透镜矢高及计算的焦距大小

编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
矢高 mm	0.39	0.38	0.39	0.38	0.385	0.39	0.385	0.38	0.39	0.38
焦距 mm	3.72	3.82	3.72	3.82	3.77	3.72	3.77	3.82	3.72	3.82

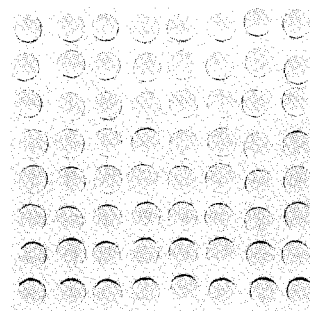


图 4 制备的 8×8 微透镜阵列
Fig. 4 The fabricated 8×8 microlens array

2.3 微透镜的透光性

图 5 是用 V-570 型分光光度计测得透镜在 300 nm~2700 nm 波长范围内的透过率, 对于 $\lambda=1.55 \mu\text{m}$ 的光透过率为 89.18%; 对于 $\lambda=1.3 \mu\text{m}$ 的光透过率为 90.78%, 使制得微透镜阵列适于用作光通信耦合器件。

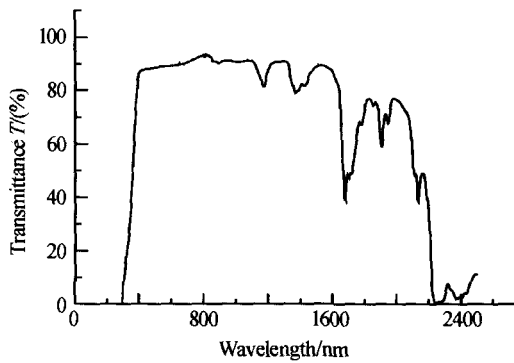


图5 微透镜在 300 nm~2700 nm 波长范围内的透过率
Fig. 5 The optical transmittance of the microlens at the wavelength 300 nm~2700 nm

2.4 微透镜形成机理的探讨

从针头中喷出来的液滴是一球形,因为假若液滴具有不同规则的形状,则在表面上的不同部位曲面弯曲方向及其曲率不同,所具的附加压力的方向和大小也不同.这种不平衡的力,必将迫使液滴呈现球形^[5].这也可以利用液体的吉布斯自由能解释,因为液滴只有形成球形才能使其表面积最小,液滴表面吉布斯自由能最低^[6].

由于利用按需滴定技术生产的透镜是液体在表面张力的作用下自组织一次成形,不是堆积形成的,所以表面粗糙度很低 $R_a \approx 0.9$ nm. 由于透镜形状取决于其接触角,因此,通过改变透镜的接触角改变透镜的形状.根据界面张力的概念,在平衡时,3个界面张力在O点处相互作用的合力为0,液滴保持一定的形状,且界面张力与接触角之间的关系为

$$\delta_{g-s} = \delta_{1-s} + \delta_{g-1} \cos \theta \quad (4)$$

此方程被称为杨氏方程或润湿方程^[7].对此方程进行恒等变形得

$$\theta = \cos^{-1} [(\delta_{g-s} - \delta_{1-s}) / \delta_{g-1}] \quad (5)$$

根据上述方程,在外界条件(压力和温度)一定的情况下,透镜的接触角与透镜尺寸无关,只与基板-空气、聚合物-基板和聚合物-空气的界面张力有关,因此通过改变聚合物-空气的界面张力或者改变基板-空气的界面张力来改变透镜形状.因为液体浓度增加时,粘度也随着增加,液体的表面张力增大.根据上述方程, δ_{1-g} 增大时, θ 变大;或者在液体浓度和压力一定的情况下,对石英基板加热,从而降低石

英基板的表面张力,根据上述方程, δ_{g-s} 减小时, θ 变大,增加了透镜的接触角.因此,通过改变液体浓度或对基板加热来改变透镜的接触角.

3 结论

采用按需滴定技术生产微透镜及其阵列,方法简单、控制精确,适合工业上大批量生产.制备透镜所用的主要有机材料 MMA 光学性能好、质地轻、环境友好.制备所得微透镜阵列表面粗糙度 R_a 约等于 0.9 nm,在光纤通信波段透过率为 90%左右,其主要指标都满足透镜性能基本要求.微透镜各项参数与透镜接触角存在着对应关系,通过改变液体的浓度或对基板加热的方法改变透镜接触角得到所需要的微透镜.

参考文献

- Ottevaere H, Thienpont H. Comparative study of Glass and Plastic Refractive Microlenses and their Fabrication Techniques. Proceedings Symposium IEEE/LEOS Benelux Chapter, 2002, Amsterdam, 218~221
- Royll Cox W, Chi Guan, Hayes D J, et al. Microjet printing of micro-optical interconnects. *Int J of Microcircuits & Elect Packaging*, 2000, 23(3): 346~351
- Royll Cox W, Ting Chen, Chi Guan, et al. Micro-jet Printing of Refractive Microlenses. OSA Diffractive optics and Micro-Optics Topical Meeting, 1998, Hawaii
- Danzebrink R, Aegerter M A. Deposition of optical microlens arrays by ink-jet processes. *Thin Solid Films*, 2001, 392(2): 223~225
- 傅献彩, 沈文霞, 姚天扬. 物理化学, 第四版. 北京: 高等教育出版社, 1990. 893~894
- Fu X C, Shen W X, Yao T Y. Physical Chemistry, 4th edition. Beijing: Higher Education Press, 1999. 893~894
- Keyworth B P, Corazza D J, McMullin J N, et al. Single-step fabrication of refractive microlens arrays. *Applied Optics*, 1997, 36(10): 2198~2202
- 沈钟, 王果庭. 胶体与表面化学, 第二版. 北京: 化学工业出版社, 1997. 164
- Shen Z, Wang G T. Colloid and surface chemistry, 2nd edition. Beijing: Chemistry Industry Press, 1997. 164

Preparation of Polymer Microlenses Array by using Drop-on-Demand Technology

Zhang Yuhong, Kang Lijun, Hu Baowen, Wang Lili, Li Tonghai, Li Yulin

Xi'an Institute of Optics and Precision Mechanics of CAS, Xi'an 710068

Received date: 2004-09-13

Abstract High-quality refractive microlens and microlens array have been fabricated using drop-on-demand and in-situ thermal polymerization technology with polymer PMMA and its monomer MMA. Microlenses diameters and heights range from $d=1$ mm to 3 mm, and $h=100$ μm to 400 μm , respectively. A focal length ranges from 1mm to 4 mm approximately. All the components have high optical transparency(90%) at the wavelength of 1.55 μm to be suitable for optical communication coupled devices. The surface roughness of microlens is measured by an atomic force microscope (AFM- II). Micro-lens forming mechanics has been analyzed by surface tension theory.

Keywords Drop-on-Demand and in-situ thermal polymerization; Polymer microlenses arrays; Surface roughness; PMMA



Zhang Yuhong was born in Neimenggu in September, 1979. She gained the B. S. degree from Shaanxi Normal University in 2002. She is engaging in micro-optics and microstructure in Xi'an Institute of Optics and Precision Mechanics of CAS.