

科技部補助
大專學生研究計畫研究成果報告

計 畫
名 稱 : 使用光子晶體薄膜製作電場調控的反射式光柵元件

報 告 類 別 : 成果報告
執行計畫學生 : 莊松霖
學生計畫編號 : MOST 110-2813-C-040-063-M
研 究 期 間 : 110年07月01日至111年02月28日止，計8個月
指 導 教 授 : 林世宏

處 理 方 式 : 本計畫可公開查詢

執 行 單 位 : 中山醫學大學視光學系(所)

中 華 民 國 111年03月28日

使用光子晶體薄膜製作電場調控的反射式光柵元件

研究摘要：

光柵是視光使用的驗光儀器中常用的光學元件，例如馬篤氏鏡、菲涅爾稜鏡與鏡片光譜儀。本研究將利用合成奈米膠體粒子製作電壓可以調控的光子晶體反射式光柵。實驗內容有兩部分。

在第一部分的實驗中，我們以化學的方式合成奈米膠體粒子，並藉由掃描電子顯微鏡(SEM)與光學量測探討自組裝光子晶體粒徑的大小及排列情形。

第二部分的實驗，利用自組裝法與黃光蝕刻製程製作出反射式的光子晶體光柵，並搭配另一水平配向的 ITO 玻璃及液晶製成液晶光柵。在電壓的驅動下，改變整體光子晶體結構的有效折射率，達到電控光柵的效果。

研究動機：

光柵常被使應用在光學元件上的光電調節器，原則上只要能以週期性的結構使入射光的振幅、相位或是兩者同時受到週期性空間調製的光學元件即稱為光柵，此週期性的結構可以為吸收、折射、反射或甚至一個黑白長條相間的圖像也具有光柵的性質。光柵在光學上為相當重要的分光元件，早已使用於單色儀、分光儀、光譜儀等科學儀器上。

當波長為 λ 的光入射狹縫間距為 d 的光柵時，可視為每條狹縫上的一次點波源，若僅考慮單一平面上的情況，則狹縫可當作一排點光源，而在後方屏幕所形成的繞射圖形是由每個點光源互相干涉疊加而成。當從兩相鄰狹縫出射的光到達屏幕上一點的光程差為波長的整數倍時，其相位會相同，並在此位置產生建設性干涉形成亮紋。

光柵在光學儀器上的應用大致可以分為穿透形式與反射形式，本實驗想製作出可以反射與穿透具備的光柵元件，而且在反射形式上獨具對特定波長才有光柵的光學效應，以及對入射光的偏振方向有篩選的特性，可使此元件除了具光電調節器功能，並具有反射篩選波長與偏振開關等特殊功能，適合應用在光通訊的過濾系統與雷射的回饋系統。

實驗概述：

實驗的**第一部分**是調配藥品，目的是找出所需粒徑的奈米膠體粒子。使用藥品為：去離子水(DI water)、98%四乙氧基矽烷(Si(OCH₂CH₃)₄, TEOS)、99.5%乙醇(C₂H₅OH)、28%氨水(NH₃(aq))。

首先準備上述四種藥品並依序加入燒杯。配置時將燒杯置於精密電子秤中，該天平最小可量測置 0.1mg，調製中儘可能讓數據貼近日目標值。需特別注意的是，最後加入乙醇和氨水時得要求快速和精準，因兩種都是揮發性高的藥品，加入時不能耽擱。完成調配後要蓋上鋁箔紙防止揮發作用，並混和攪拌 24 小時。

一天過後，進行藥品清洗。將配置好的藥品加入去離子水稀釋至大約 60ml，並放入超音波震盪 10 分鐘。將藥品分裝入離心管，並使用離心機以 3000rpm 離心 15 分鐘。過後將離心管上面的澄清液體移除，加去離子水至大約一半的離心管高度。搖動使底層的沉澱光子晶體完全融於溶劑中，加去離子水稀釋至離心管 9 分滿，使用超音波震盪 10 分鐘。重複此流程 4 次，後面的兩次依序將原先四支離心管濃縮成兩支、兩支離心管濃縮至一支。最後一次離心完後，使用滴管滴入約 5 滴的去離子水，搖動使沉澱的光子晶體溶於溶劑，超音波震盪 10 分鐘，完成藥品的配置。

清洗完藥品後靜置等待一天，使用滴管將上層透明液體移除，只保留下方高濃度藥品。以滴管汲取微量溶液並滴於載玻片表面，作為樣品量測用。使用 AFM 並輔以光譜儀量測樣品，得出樣品粒徑和排列。

第二部分為光子晶體光柵製作，實驗使用黑白光柵作為光罩。首先在清洗過的 ITO 玻璃基板上利用重力沉積法堆疊出具有蛋白石結構的光子晶體薄膜。接著將紫外光聚合物填入光子晶體的孔隙中，利用紫外光透過黑白光柵的光罩對樣品進行曝光，在透光區的聚合物受到紫外光照射後將會固化，而在不透光區則沒有變化。將經過曝光後基板上未固化的光子晶體區域洗去，即完成反射式光子晶體光柵製作。與另一 ITO 玻璃基板進行對組，然後填入液晶即完成可電調控反射式光柵的樣品。

接著便可進入最後階段，使用氦氖雷射(He-Ne laser, 632.8 nm)作為偵測光源，雷射光束經偏振片控制入射光的線偏振方向再入射進樣品，樣品則使用電源供應器以電控的方式改變液晶的折射率，進而改變整體光子晶體結構的有效折射率，達到電控光柵的效果。光子晶體的反射波長將設計在 633nm。

實驗依據：

初始數據以林世宏教授碩士論文中的數據資料當作參考來調配。

藥品作用：

1. TEOS：量多粒徑大，量少粒徑小。
2. 氨水(催化劑)：影響反應速率。增多變快，減少變慢。揮發速度快，調配時要快速且精準，因揮發時的濃度會影響粒徑跟整體均勻度。
3. 乙醇(溶劑)：更換成甲醇反應速率將變慢，粒徑較小且較均勻；更換成異丙醇反應速率將變快，粒徑較大且不均勻；將甲醇跟異丙醇混合可以做出較大且均勻的粒徑。
4. 去離子水：量多粒徑小，量的多寡會影響水解。

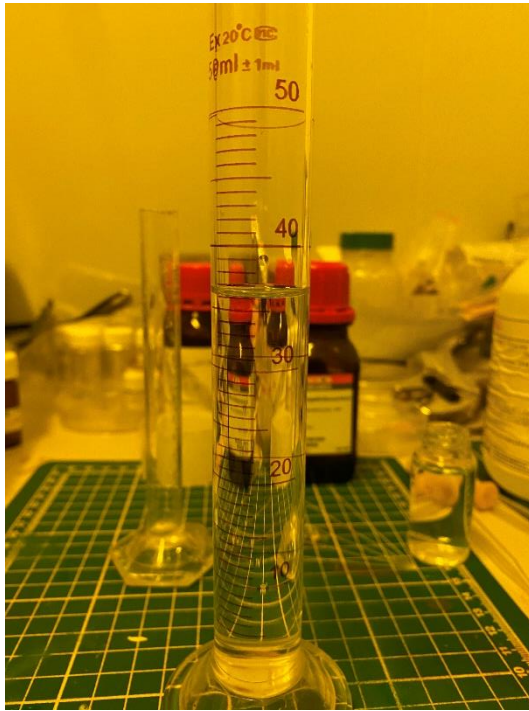
狀況應對：

1. 起初計畫使用掃描電子顯微鏡(SEM)來量測粒徑大小，然而儀器需要到他處借用，不甚方便，於是使用實驗室現有的原子力顯微鏡(AFM)來替

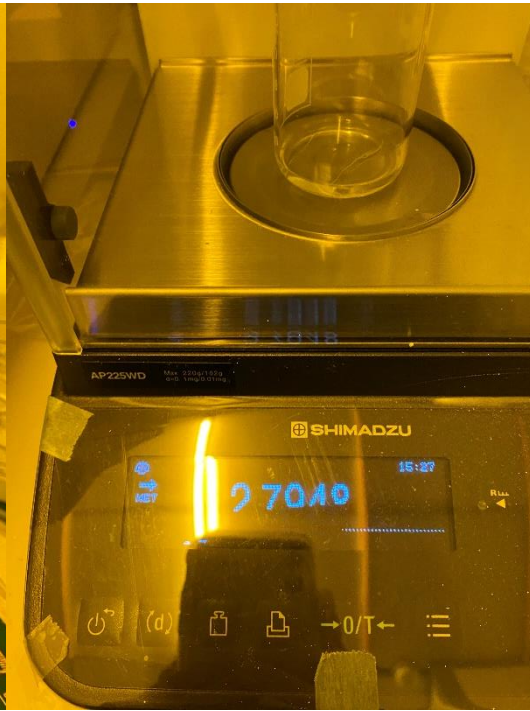
代。AFM 比之 SEM 有許多優點，如 AFM 可在常壓下運行掃描、樣品表面不用做特殊處理……等。

2. 起初使用的數據，乙醇為 34ml，使用量筒測量調配，精準度較低；後來因樣品成效不佳，修正數據後改以公克(g)為單位，如此在調配時可以直接以天平顯示重量來精準化數據。
3. 在藥品調配好之後，要進行混和攪拌 24 小時。實驗室的電磁攪拌機有兩台，機型不同，轉速無法量化進行比較。實驗進行一陣子後，發現部分樣品形狀拖曳狹長，懷疑與電磁攪拌機的轉速有關，爾後分別紀錄使用哪一台電磁攪拌機進行混和，以觀察是否起因於此。
4. 以初始的數據實驗，以 TEOS 為變量進行一次次的調整，然而樣品始終達不到期望的範圍，因此對其他藥品做出了數據的修正，包括氨水和乙醇。
5. 混和攪拌的時間原訂為 24 小時，後來因有些樣品粒子過度合成導致粒子黏合，於是將攪拌時間縮短至 18~20 小時，同時調整其他藥品的參數，兩者並行下期望找到最佳數據。
6. 實驗進行一段時間後，因達不到目標範圍，因此嘗試將藥品溶劑更變，將乙醇換成甲醇。然而測試後，加有甲醇藥品在攪拌 24 小時後沒有反應，因此作罷。
7. 在前期樣品成效不佳後，推測清洗過程未將離心管整支浸入超音波震盪機中而致使粒子未被清洗乾淨，從而影響最後結果。後來便有修正這一步驟的操作。

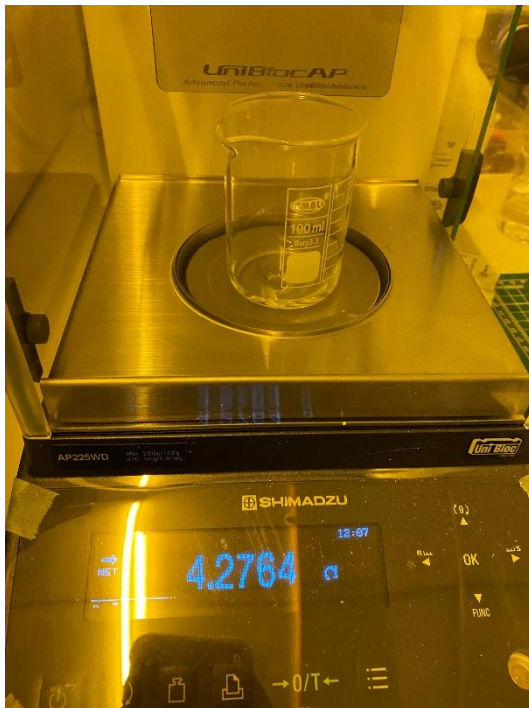
實驗記錄：
配置藥品



最初使用量筒量測乙醇的體積



用精密電子秤配置藥品



用精密電子秤配置藥品



紀錄電磁攪拌機的刻度以求每次轉速相同

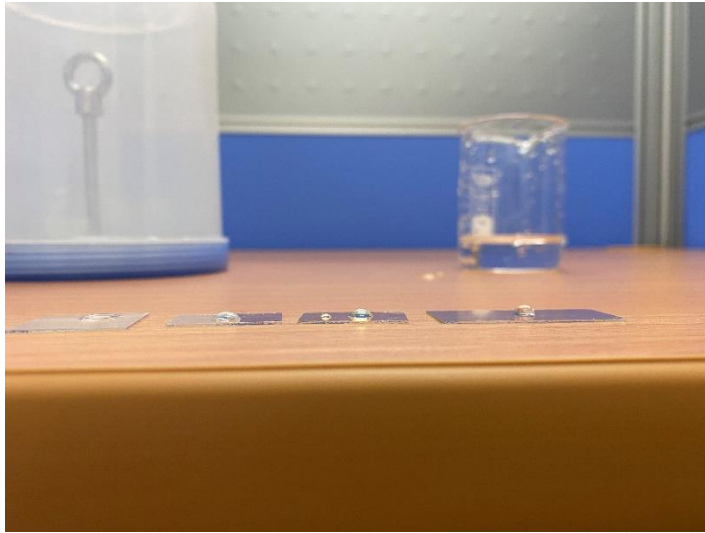


此為配置好的藥品，若其粒徑大小正確，可明顯見到如圖中晶瑩的反射光。(此為 **Sample29**)

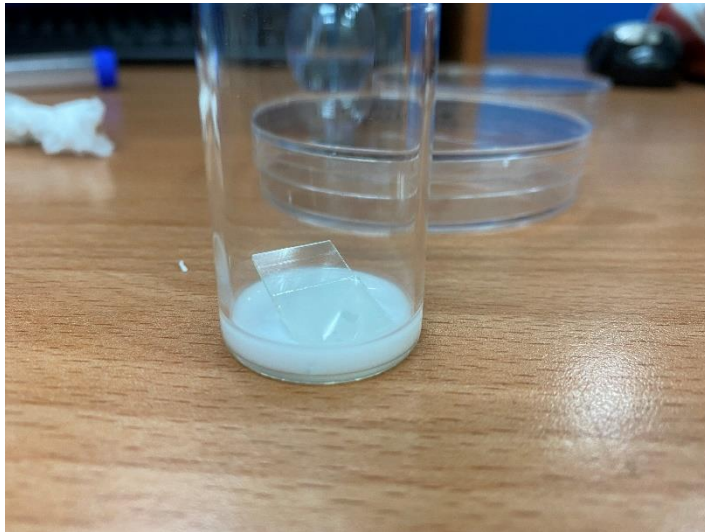
若配置正確，使用光譜儀可量測出通過的光波長在可見光的範圍。(此為 **Sample28**)



此為滴於載玻片上的樣品，可用 AFM、光譜儀……進行量測。



評估不同玻璃的親疏水性，將水滴滴於玻璃表面做簡略的評估。
(圖中由左至右分別為純玻璃、PVA 表面處理玻璃、PI 表面處理玻璃、ITO 玻璃)



用 Spacer 和玻璃做出 Case 並放於樣品中，利用毛吸作用讓樣品沉積在玻璃盒中。相互貼合的兩面玻璃需由一面親水和一面疏水組成，因此做了上一張圖的簡單測試。

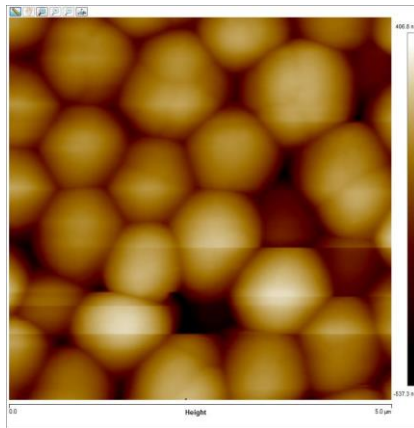


將做好的玻璃盒靜置等待。

藥品參數	TEOS	氨水	乙醇	去離子水	攪拌機	攪拌時長	粒子合成狀況
Sample1	1.8g	2.4g	34ml	4.28g	*	24hr	740nm 均勻度尚可
Sample2	1.4g	2.4g	34ml	4.28g	*	24hr	過度合成 粒子黏合
Sample3	1.6g	2.4g	34ml	4.28g	*	24hr	1240nm 粒子過大
Sample4	1.6g	2.0g	34ml	4.28g	*	24hr	880nm 排列擁擠
Sample5	2.0g	2.4g	34ml	4.28g	*	24hr	710nm 排列均勻
Sample6	2.6g	2.4g	34ml	4.28g	*	24hr	840nm 不甚均勻
Sample7	2.8g	2.4g	34ml	4.28g	*	24hr	合成失敗 長條狀
Sample8	2.2g	2.4g	34ml	4.28g	*	24hr	710nm 均勻度一般
Sample9	2.4g	2.4g	34ml	4.28g	*	24hr	900nm 斜狹長狀
Sample10	2.8g	2.4g	34ml	4.28g	*	24hr	直狹長狀
Sample11	3.0g	2.4g	34ml	4.28g	*	24hr	1100nm 直狹長狀
Sample12	3.0g	2.4g	34ml	4.28g	*	24hr	880nm 排列均勻
Sample13	3.2g	2.4g	34ml	4.28g	*	24hr	850nm 排列均勻
Sample14	3.4g	2.4g	34ml	4.28g	*	24hr	750nm 排列均勻
Sample15	3.6g	2.4g	34ml	4.28g	*	24hr	750nm 排列不均勻
Sample16	3.8g	2.4g	34ml	4.28g	*	24hr	過度合成 粒子黏合
Sample17	4.0g	2.4g	34ml	4.28g	*	24hr	過度合成 粒子黏合
Sample18	4.2g	2.4g	34ml	4.28g	*	24hr	大小不一 排列不均勻
Sample19	2.2g	1.8g	34ml	4.28g	*	24hr	700-750nm 均勻度一般
Sample20	2.2g	2.0g	34ml	4.28g	*	24hr	700-750nm 均勻度一般
Sample21	1.2g	1.8g	39g	4.28g	大台	24hr	排列凌亂擁擠
Sample22	1.2g	1.8g	換甲醇 39g	4.28g	*	24hr	無反應 液體呈透明
Sample23	1.2g	1.8g	34g	4.28g	大台	20hr	排列不均勻
Sample24	1.2g	1.9g	30g	4.28g	小台	20hr	排列不均勻
Sample25	2.0g	2.4g	34g	4.28g	小台	18hr	550-710nm 不均黏合
Sample26	2.8g	2.4g	34g	4.28g	大台	18hr	550nm 還算均勻
Sample27	4.0g	2.0g	30g	4.28g	大台	20hr	*結果不佳
Sample28	2.0g	1.8g	39g	4.28g	小台	20hr	460nm 均勻整齊
Sample29	2.8g	2.4g	39g	4.28g	大台	20hr	575nm 均勻整齊
Sample30	1.4g	1.8g	39g	4.28g	小台	18hr	655nm 大小均勻
Sample31	1.8g	1.8g	39g	4.28g	大台	20hr	641nm 大小均勻
Sample32	2.0g	1.0g	39g	4.28g	大台	18hr	550nm 大小均勻
Sample33	2.0g	1.2g	39g	4.28g	大台	19hr	550nm 大小均勻
Sample34	2.0g	1.4g	39g	4.28g	小台	19hr	550nm 大小均勻
Sample35	2.0g	1.6g	39g	4.28g	小台	20hr	575nm 大小均勻

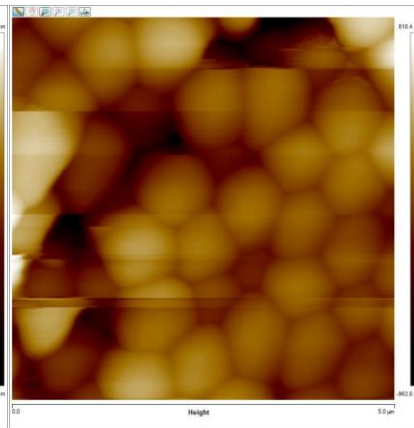
*：未紀錄

Sample2



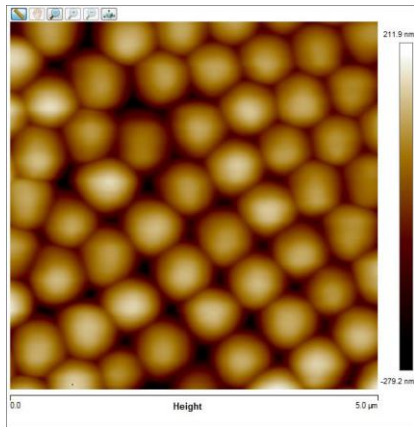
有黏合現象，4合1

Sample4



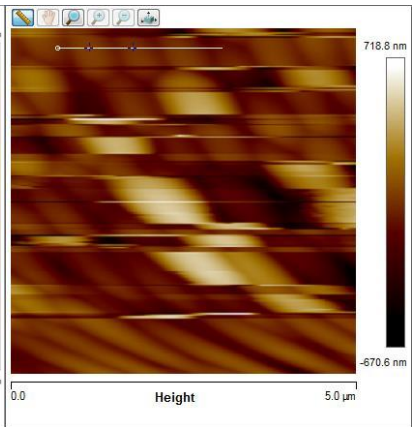
大小不均勻，擁擠

Sample5



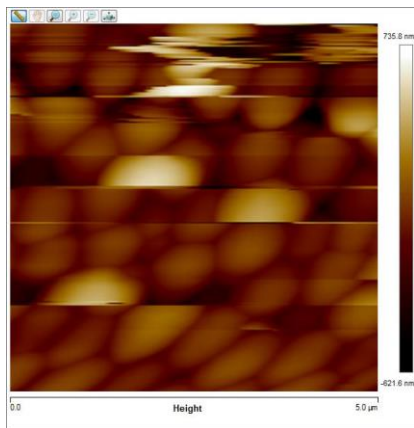
排列均勻，但粒子偏大

Sample7



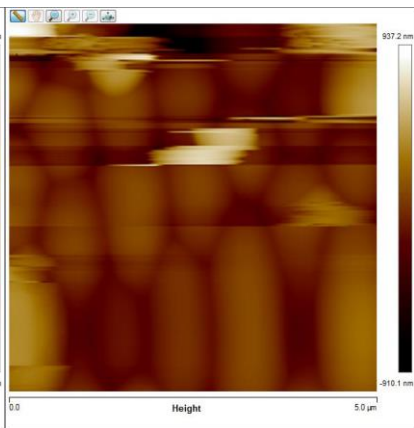
合成失敗，長條狀

Sample9



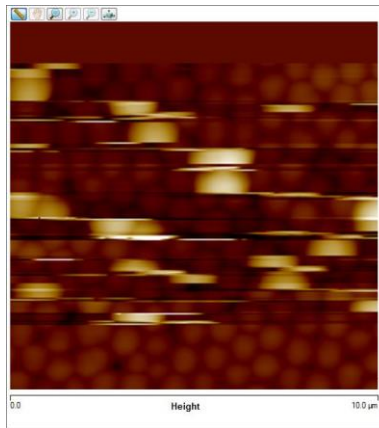
呈斜狹長狀

Sample11



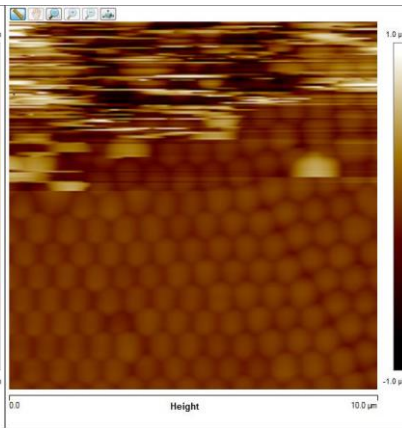
呈直狹長狀

Sample13



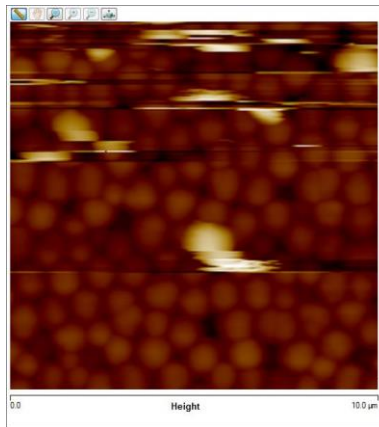
排列均勻

Sample14

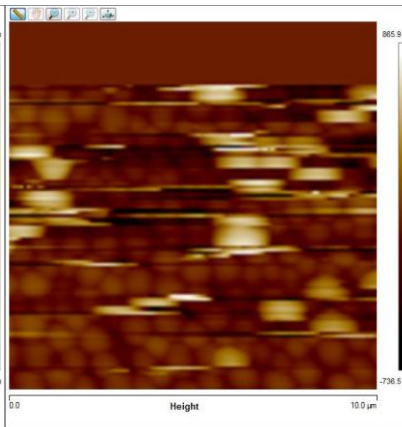


排列均勻

Sample16

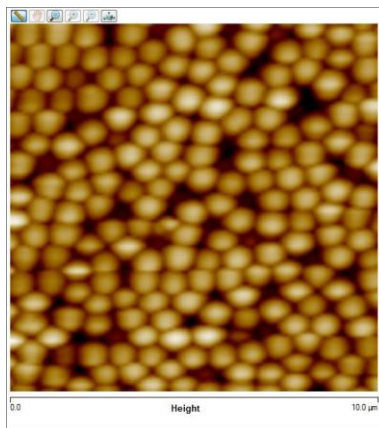


Sample18



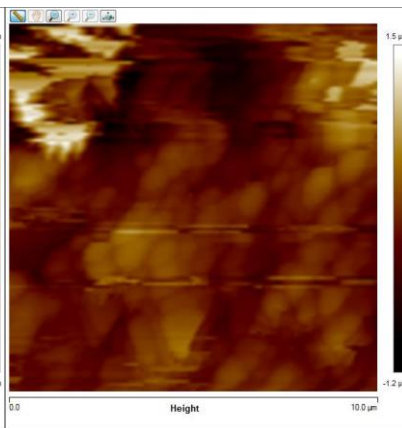
過度合成，粒子黏合，2合1 大小不一，排列不均勻

Sample20



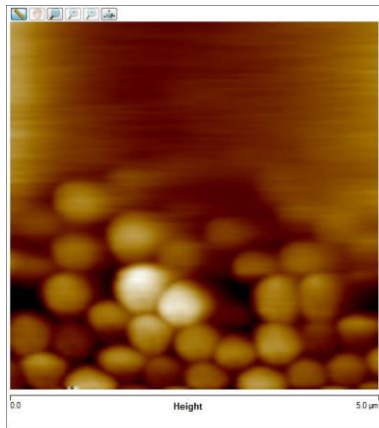
700-750nm，均勻度一般

Sample21



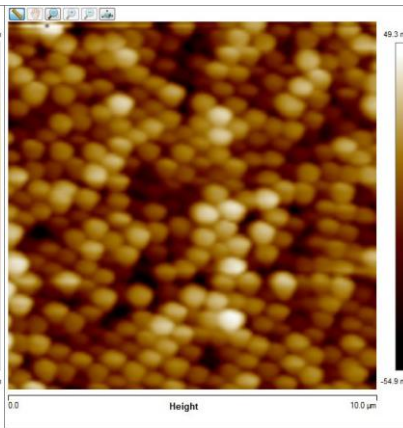
排列凌亂擁擠

Sample25



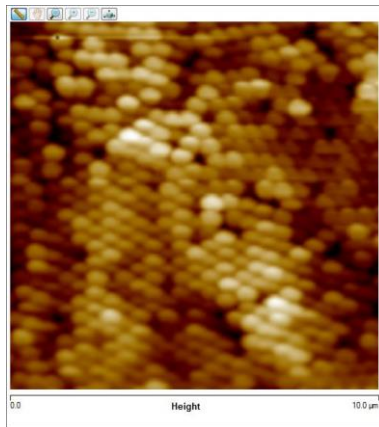
大小不均，粒子間有黏合

Sample26



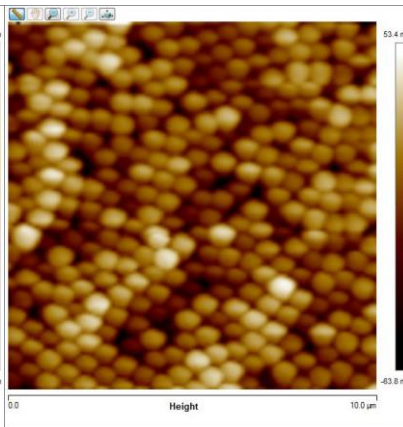
排列和大小都算均勻

Sample28



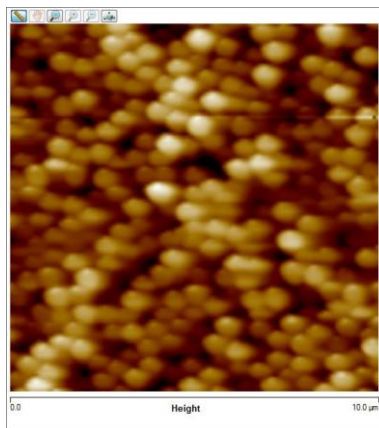
整齊又均勻，460nm

Sample29



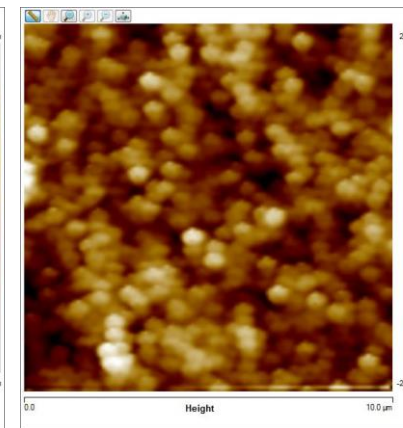
整齊又均勻，575nm

Sample30



655nm，大小均勻

Sample32



550nm，大小均勻

研究檢討：

在數月的研究進行後，很遺憾最後仍停留在配製藥品的階段，然而數據已漸趨完整。分析其中原因後，列出以下幾點。

1. 一開始實驗進行時，因流程的不熟悉和手法的生疏，造成藥品調配有所誤差和清洗過程有所疏漏，經歷了一些時間才越發熟練。
2. 起初幾次的配藥因掃描顯微鏡的借用問題尚在克服，所以只使用光譜儀作為評估。然而只得出波長在非要求的可見光範圍，無法知道數據修正方向，因此前面的配藥就如霧裡看花一般，較無頭緒。
3. 實驗中某些數據無法確切量化，也可能造成了誤差。除了兩台電磁攪拌機的轉速之外，攪拌的時間也是一個問題。雖然有訂定明確的時間要收取攪拌的藥品，然而因通勤、上課……等因素，無法次次都準時，也因此造成實驗中一些變數。
4. 在尋找藥品配方的階段，一次的藥品產出需花費許多時間，如攪拌時長需將近一日、藥品制備完成後的沉澱時間也需一日。同時受限於實驗室機器數量，如電磁攪拌機只有兩台、離心機只有一台，因此一次的實驗進行只能嘗試兩組不同配方，這也限制了研究進度的推進。
5. 誠如前面的狀況應對所述，實驗中遇到很多狀況，做了很多參數的調整和流程的改進，其中花費了許多時間發現這些問題和尋找正確方向。這些毫無疑問地造成了實驗進度的耽擱；但同時也因為這些失敗，使我在實驗中累積了很多經驗，發現了許多問題，在跌倒的地方站起，在挫折中學習，我認為這也是可貴的地方。

未來工作：

接下來將會多多進行嘗試，直到找出最合適的藥品配方。找到藥品配方後，要組裝玻璃盒讓藥品沉積進去。依據先前的玻璃親疏水性測驗可得知，ITO 最為疏水，又其為可導電層，故可以當作玻璃盒子的其中一面；而另外一面需同時具備導電性，又需為親水層。之前的嘗試可得知四種玻璃中，以純玻璃最為親水，然而其不具備導電性，因此無法當作另一面的玻璃。經討論後，想到可在 ITO 玻璃做一些親水處理，如使用食人魚洗液、真空蒸鍍法鍍上 SiO_x 膜……等，都可以將 ITO 玻璃做親水性改質。這些將會作為下個階段的研究目標，期許能從中學習成長。