

Ti:LiNbO₃ 质子交换光波导

郑建和 李玉善 王淑荣 黄宽 于荣金

(中国科学院长春物理所)

提要: 本文研究了在 Ti 扩散 LiNbO₃ 衬底上用苯甲酸质子交换制备光波导的方法, 以及单模条件、折射率分布、交换系数、表面状态和热稳定性等问题。

Proton-exchanged optical waveguides in Ti:LiNbO₃

Zheng Jianhe, Li Yushan, Wang Shurong, Huang Kuan, Yu Rongjin

(Changchun Institute of Physics, Academia Sinica)

Abstract: We report the method, condition for the single-mode waveguide, index profile, exchange coefficient, surface state and thermal stability of optical waveguides formed in Ti:LiNbO₃ substrate by proton exchange in benzoic acid.

一、引言

1982年,报道了在 x 切LiNbO₃衬底上采用苯甲酸进行质子交换的波导工艺^[1]。这种波导工艺的特点是对非寻常偏振的表面折射率增量 $(\Delta n_e \approx 0.12)$; 折射率分布呈准阶跃形; 抗光损伤性能优于Ti内扩散LiNbO₃波导, 且对某些集成光学元件的制作带来了方便, 因此引起了人们的注意。之后相继又报道了一些有关工作^[2~4]。本文对Ti扩散LiNbO₃衬底用苯甲酸进行质子交换光波导的制备及有关问题作了进一步研究。

二、波导制备方法和条件

Ti:LiNbO₃ 质子交换光波导的制备可分

为两步, 首先是在LiNbO₃片子上溅射上一层Ti, 进行高温扩散^[5] (扩散时没有采取补Li₂O措施); 然后用苯甲酸对Ti:LiNbO₃衬底进行质子交换, 形成光波导。

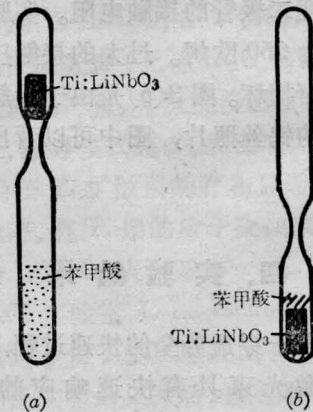


图1 用苯甲酸制备质子交换LiNbO₃光波导的密封石英管

收稿日期: 1984年1月9日。

由于苯甲酸在到达熔点前就能升华，因而我们采用图 1 所示的密封石英管，把它放入转体扩散炉内。交换前，石英管的位置如图 1(a)；当炉温到达预定值后，倾斜炉子使石英管的位置如图 1(b)，待到达所要的时间后，石英管又回到图 1(a) 的状态。这样做的优点是能精确控制交换时间且 LiNbO_3 片子不会由于温度的突变而炸裂。

原则上讲，在苯甲酸的熔点 (121.7°C) 以上，沸点 (249.2°C) 以下，都能制备出质子交换的 LiNbO_3 光波导。但随着温度的下降，质子交换速度显著减慢。因此，我们的实验是在 $160\sim 250^\circ\text{C}$ 范围内进行的。

用金红石棱镜将 $\text{He-Ne}(6328\text{ \AA})$ 激光耦合入波导测出各模式所对应的同步角，然后算出各 TE 模的有效折射率 N 。

表 1 Ti:LiNbO_3 质子交换光波导的制备条件

| 样品号 | Ti:LiNbO ₃ 制备条件(无补 Li ₂ O 措施) | | | 苯甲酸质子交换波导制备条件 | | | 有效折射率 |
|-----------|---|-----------|-----------|---------------|----------|-------|------------------------|
| | Ti膜厚度 (Å) | 扩散温度 (°C) | 扩散时间 (小时) | 交换温度 (°C) | 交换时间 (分) | 模式数 | |
| No. y-33 | 60 | 950 | 2 | 160 | 60 | 1(TE) | $N_0=2.216$ |
| No. y-34 | 60 | 950 | 2 | 205 | 18 | 1(TE) | $N_0=2.265$ |
| No. y-32 | 60 | 950 | 2 | 225 | 4 | 1(TE) | $N_0=2.269$ |
| No. y-3 | 480 | 1050 | 6 | 188 | 25 | 1(TE) | $N_0=2.326$ |
| No. y-31 | 60 | 950 | 2 | 240 | 4 | 2(TE) | $N_0=2.306, N_1=2.226$ |
| No. x-23 | 60 | 950 | 2 | 160 | 60 | 1(TE) | $N_0=2.216$ |
| No. x-23' | 无 | 950 | 2 | 160 | 60 | 1(TE) | $N_0=2.216$ |
| No. x-22 | 60 | 950 | 2 | 225 | 4 | 1(TE) | $N_0=2.253$ |
| No. x-22' | 无 | 950 | 2 | 225 | 4 | 1(TE) | $N_0=2.257$ |
| No. x-24 | 60 | 950 | 2 | 205 | 18 | 1(TE) | $N_0=2.280$ |
| No. x-24' | 无 | 950 | 2 | 205 | 18 | 1(TE) | $N_0=2.280$ |
| No. x-21 | 60 | 950 | 2 | 240 | 4 | 2(TE) | $N_0=2.300, N_1=2.215$ |
| No. x-21' | 无 | 950 | 2 | 240 | 4 | 2(TE) | $N_0=2.299, N_1=2.216$ |

表 2 某些多模波导的制备条件和交换系数

| 样品号 | Ti 扩散 LiNbO_3 制备条件(无补 Li ₂ O 措施) | | | | 苯甲酸质子交换波导条件 | | | | | 备注 |
|----------|--|-----------|-----------|-------|-------------|----------|--------|----------|---------------------------|------------|
| | Ti膜厚度 (Å) | 扩散温度 (°C) | 扩散时间 (小时) | 模式数 | 交换温度 (°C) | 交换时间 (分) | 模式数 | d (微米) | D (微米 ² /小时) | |
| No. y-10 | 720 | 960 | 5 | 3(TE) | 200 | 180 | 3(TE) | 1.78 | 0.26 | } 为同一衬底的两面 |
| No. y-18 | 520 | 1000 | 10 | 2(TE) | 225 | 180 | 3(TE) | 1.95 | 0.32 | |
| No. y-12 | 440 | 1000 | 10 | 2(TE) | 240 | 420 | 5(TE) | 3.74 | 0.50 | |
| No. x-5 | 520 | 1000 | 10 | 2(TE) | 200 | 180 | 3(TE) | 1.82 | 0.28 | |
| No. x-5' | 无 | 1000 | 10 | / | 200 | 180 | 3(TE) | 1.90 | 0.30 | |
| No. x-25 | 120 | 1000 | 10 | / | 225 | 1320 | 10(TE) | 6.93 | 0.55 | |
| No. x-26 | / | / | / | / | 190 | 1320 | 3(TE) | 2.21 | 0.056 | |

用上述方法制得的某些光波导结果列于表 1 和 2。从表上可知, 通过对交换温度和交换时间的控制, 可以在 x 切、 y 切 LiNbO_3 上制得单模与多模的光波导, 且得到的波导折射率增量也可在一定范围内变化。

三、折射率分布和交换系数

我们对表 2 中多模波导测量的有效折射率, 用直线段 WKB 拟合法^[6], 得到了各样品的折射率分布如图 2、图 3 所示。从图中结果来看, 对于交换比较充分的样品, 分布是接近阶跃型的。从图 4 的 m 线照片上也可看到同样结果。而对于交换时间较短, 且交换前表面已扩散一层 Ti 的样品 (如 No. y -10 和 No. x -5), 折射率分布还带有 Ti 扩散波导的尾巴。

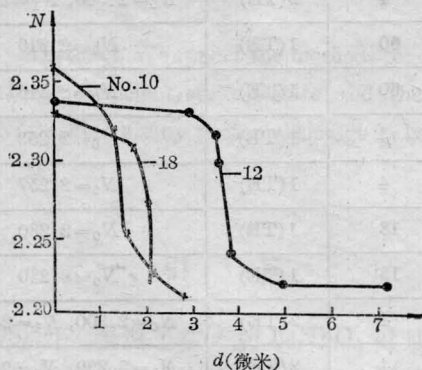


图 2 y -切 LiNbO_3 的折射率分布

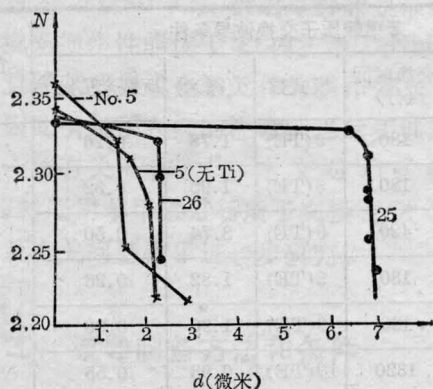


图 3 x -切 LiNbO_3 的折射率分布

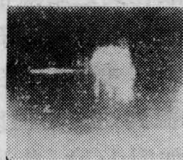


图 4 No. y -12 样品的 m 线照片

质子交换系数 D 由 $D = \frac{d^2}{4t}$ 决定, 其中 d 是质子交换深度, t 是质子交换时间。 d 和 D 的数据列于表 2。随着温度升高, 质子交换系数增大; 而在同样温度下, 样品表面有 Ti 层时质子交换系数就比无 Ti 时要小。

四、波导表面态的观察

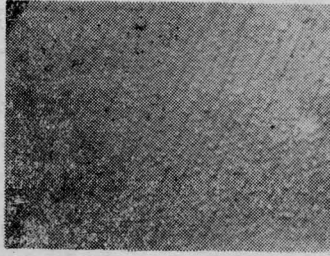
我们用金相显微镜及扫描电镜, 对 LiNbO_3 衬底表面、用苯甲酸交换后的 LiNbO_3 衬底表面、Ti 扩散 LiNbO_3 波导表面、Ti 扩散 LiNbO_3 衬底用苯甲酸交换后的表面以及无 Ti 层而经过高温处理 (无补 Li_2O 措施) 的 LiNbO_3 用苯甲酸质子交换后的表面进行了观察。其典型照片表示在图 5。

实验结果表明, LiNbO_3 表面无 Ti 层时, 只有 x 切 LiNbO_3 衬底制备的单模和少量模式的质子交换波导, 表面才无腐蚀, 而其它情况下表面均有不同程度的腐蚀。从表面腐蚀程度看, y 切 LiNbO_3 比 x 切的严重; LiNbO_3 衬底经高温处理 (无补 Li_2O 措施) 后比没有高温处理的严重, 并且交换温度愈高, 交换时间愈长, 波导模式越多, 表面腐蚀程度就越严重。由于 Ti 扩散层的存在显著改善了波导表面状态, 有 Ti 层的质子交换波导表面与交换前的 LiNbO_3 表面基本一样。

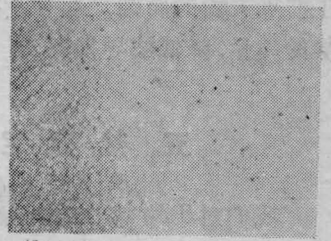
Bell 实验室 J. L. Jackel 等人认为: 苯甲酸只对 y 切 LiNbO_3 表面有腐蚀作用。但从我们的实验结果来看, 这是不够全面的。 x 切样品的表面也有轻度腐蚀, 而用 Ti 扩散 LiNbO_3 衬底进行质子交换不仅能制备 x 切和 y 切 LiNbO_3 的质子交换波导, 而且减轻



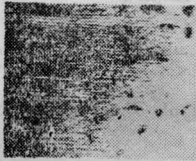
(a) Ti 扩散 LiNbO₃ 波导



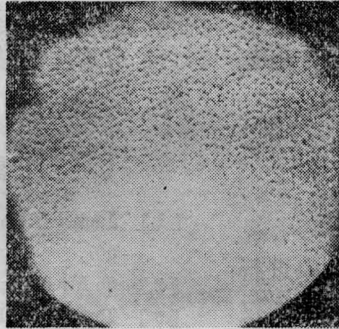
(b) x 切 No. 18 190°C, 22 小时质子交换后



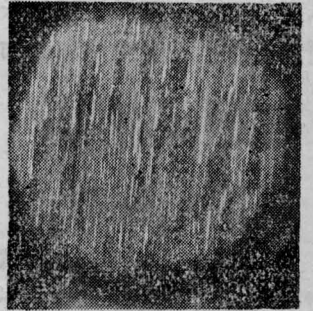
(c) x 切 No. 18 Ti 层 60Å, 1000°C 8 小时扩散, 190°C, 22 小时质子交换后



(d) x 切 No. 18 无 Ti 层 1000°C 8 小时处理, 190°C, 22 小时 质子交换后



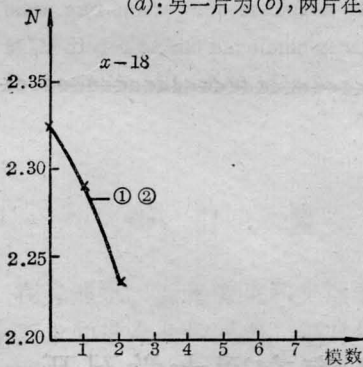
(e) y 切 No. 12 Ti 层 440Å, 1000°C 10 小时扩散, 240°C, 7 小时质子交换后



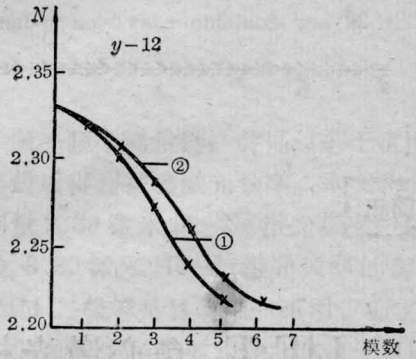
(f) y 切 No. 12 无 Ti 层 1000°C, 10 小时处理, 240°C, 7 小时质子交换后

图 5 波导表面的显微观察(×110)

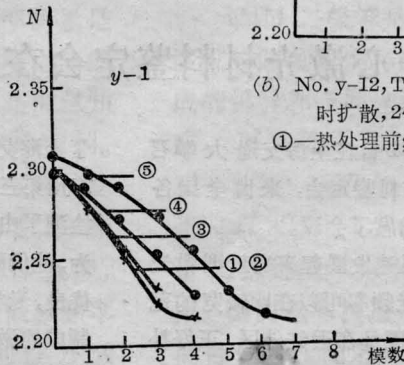
(b)、(c)、(d) 样品为同一 LiNbO₃ 衬底, 经切割成两片, 其中一片的一个面蒸 Ti (c), 此片的另一面为 (d); 另一片为 (b), 两片在一起质子交换, (e)、(f) 也为同一片 LiNbO₃ 衬底的两个面



(a) No. x-18, Ti 层 60 Å, 1000°C, 8 小时扩散, 190°C, 22 小时质子交换
①—热处理前; ②—100°C, 2 小时后



(b) No. y-12, Ti 层 440 Å, 1000°C, 10 小时扩散, 240°C, 7 小时质子交换
①—热处理前; ②—150°C, 2 小时后



(c) No. y-1 Ti 层, 440 Å, 1050°C, 10 小时扩散, 250°C, 3 小时质子交换
①—热处理前; ②—80°C, 0.5 小时; ③—240°C, 1 小时; ④—300°C, 1 小时; ⑤—300°C, 3 小时

图 6 波导热稳定性实验结果

了波导表面的腐蚀,有利于提高质子交换波导的质量,降低波导损耗。

五、热稳定性

我们对Ti扩散LiNbO₃衬底上制备的质子交换波导进行了热稳定性研究。从图6可以看出波导样品经低温短时间处理没有什么变化,而较高温度或较长时间的热处理会引起有效折射率数值和分布的改变,以及模式数量的增加。

六、结 论

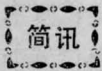
用Ti扩散LiNbO₃衬底在苯甲酸中进行质子交换制备波导具有以下优点:一是不仅能制备 x 切、 y 切的LiNbO₃质子交换波导,且由于Ti扩散层的存在,改善了质子交换波导的表面态,降低了损耗。二是此种波导的制备条件与Ti扩散和苯甲酸质子交换两种

工艺都有关系。在采用弱的Ti扩散条件(即Ti膜薄,扩散温度低和扩散时间短)时主要显示质子交换特征。相反,采用弱的质子交换条件(即质子交换时间短和温度低)时则样品继续保留Ti扩散LiNbO₃波导的某些特征。将此两种工艺适当结合,就可在 x -切、 y -切割的LiNbO₃片子上,根据每个器件的要求,制备出不同折射率增量、模式数等的样品,为器件制备提供更灵活的途径。

对本工作给予协助的吕安德、孟晋、张志林、刘乃康等同志,表示感谢。

参 考 文 献

- [1] Jackel J. L. et al.; *Appl. Phys. Lett.*, 1982, **41**, 607.
- [2] de Micheli et al.; *Opt. Commun.*, 1982, **42**, 101.
- [3] Pun E. Y. B. et al.; *Electron. Lett.*, 1982, **18**, 740.
- [4] Wong K. K. et al.; *Opt. Lett.*, 1982, **7**, 546.
- [5] 李玉善等;《科学通报》,1980, **25**, 824.
- [6] White J. M., Heidrich P. F.; *Appl. Opt.*, 1976, **15**, 151.



简讯

LiF:F₂⁻ 色心激光材料鉴定会在上海交通大学召开

1984年10月30日至31日在上海交通大学召开LiF:F₂⁻色心激光晶体材料鉴定会,来自全国各地36个单位的60名专家出席了会议。

色心激光器是近几年迅速发展起来的新型激光器,它的特点是输出的激光频率可以在比较宽的范围内连续调谐,而且调谐范围是在近红外区,正好补充了目前染料激光器的调谐范围。因此,这种激光器的研究受到普遍重视。

与会专家认真听取了各个研究报告,并现场参观

了上海交通大学应用物理系、上海光学仪器研究所、苏州第三光学仪器厂联合研制的LiF:F₂⁻色心晶体,检测了由这种晶体制成的激光器各项性能。一致认为,他们研制出来的LiF:F₂⁻色心晶体光学均匀性能优良,光学损伤阈值高,具有很好的热稳定性;由它制成的激光器能在近红外区连续调谐,激光能量转换效率高,在室温下长期稳定工作。专家们认为,他们在这方面的研究工作在国内处于领先地位。

(广琴)