

## 在玻璃衬底上制作 $K^+$ 离子交换掩埋波导的新工艺

陈 铮 刘 文 育

(电子科技大学光电子技术系, 成都, 610054)

**摘要:** 本文报道用不同离子两步交换技术, 在玻璃衬底上制作  $K^+$  离子交换掩埋波导的新工艺, 它不要求施加外电场。用 X 射线能谱(XES)分析技术测试了  $K^+$  离子的浓度分布, 证明所制出的样品是掩埋波导。

**关键词:**  $K^+$  离子交换, X 射线能谱分析, 掩埋波导

### A new fabrication technology of $K^+$ -ion exchange buried waveguides on glass substrates

Chen Zheng, Liu Wenyu

(Department of Opto-Electronic Technology, University of Electronic Science and Technology, Chengdu)

**Abstract:** A new fabrication technology of  $K^+$ -ion exchange buried waveguides in glass substrates is presented for the first time, which includes two-step ion exchange processes in different chemicals. The processes are simple, feasible and unnecessary to apply electric field. X-ray energy spectrometry analyses show the guides are buried ones.

**Key words:**  $K^+$ -ion exchange, X-ray energy spectrometry, buried waveguide

离子交换玻璃波导适合于制作能量分配器、定向耦合器、星形耦合器以及波分复用器等无源导波光学器件。某些离子(例如  $K^+$  离子)交换波导的传输损耗很低, 可以作出满足实用要求的器件。但是对于在熔融盐中进行一次离子交换, 或者用场助固相扩散技术所制得的离子交换玻璃波导, 均是表面折射率为极大值的非对称折射率分布波导。因而, 这类波导与折射率对称分布的光纤进行对接耦合时, 由于两者模场结构失配而造成很高的耦合损耗。这就妨碍了导波光学器件在光纤通信和光信息处理系统中的实际运用。研究具有近于折射率对称分布的掩埋波导的制作技术, 乃是导波光学研究人员非常感兴趣的课题。

一般均采用两步场助离子扩散法<sup>[1,2]</sup>来制作掩埋玻璃波导, 最先作出的是  $Ag^+$  离子以及  $Cs^+$  离子交换掩埋波导<sup>[3]</sup>。

在本文中, 我们提出无需施加电场的两步离子交换技术, 用以制备  $K^+$  离子交换掩埋波导。第一步把玻璃衬底投入一定温度的  $KNO_3$  熔融体中进行  $K^+-Na^+$  离子交换, 形成表面折

射率为极大值的  $K^+$  离子交换波导。第二步将该  $K^+$  离子交换波导放入一定温度的  $H_3PO_4$  中进行  $H^+-K^+$  离子交换,使波导表面层中的  $K^+$  离子浓度下降。在适当条件下,可望形成掩埋波导。我们应用 X 射线能谱(XES)分析技术对  $K^+$  离子浓度沿波导深度方向的分布进行了测试,分析结果确认了用此方法可以获得掩埋波导。

## 一、制作原理

将清洗干净的玻璃衬底放入某种盐的融熔体中,经一定时间后,融熔体中的阳离子取代了玻璃中易动的  $Na^+$  离子,形成了一定深度的离子交换层。这一离子交换层的折射率与衬底折射率不同。折射率的变化由如下两方面因素所决定:(1)取代离子的半径比  $Na^+$  离子的大还是小。如果小,取代的结果使离子交换层体积收缩,密度增加,从而导至折射率增加;(2)取代离子的电子极化能力。如果取代离子的电子极化能力比  $Na^+$  离子的大,则取代结果造成折射率增高。上述两种因素中哪一个起主要作用,按具体情况而定。对于  $K^+-Na^+$ 、 $Ag^+-Na^+$  这类离子交换波导,是  $K^+$ 、 $Ag^+$  离子的电子极化能力比  $Na^+$  离子的高而使折射率增大的<sup>[4]</sup>。

因此,只要形成了  $K^+$  离子浓度极大值不是在表面处,而是在表面下一定深度的离子交换波导,则形成了掩埋波导。

我们的方法是将清洗好的显微镜载玻片浸入  $400^\circ C$  的  $KNO_3$  融熔体中,经几小时  $K^+-Na^+$  离子交换后,形成了能传输一定数量导模的多模波导。然后将这种表面折射率为极大值的多模波导放入不同温度的磷酸中进行  $H^+-K^+$  离子交换。从定性的角度来看,这将使波导层表面区域  $K^+$  离子浓度大为降低,有可能形成  $K^+$  离子浓度极大值处在表面下某一深度的掩埋波导。

由于在  $K^+-Na^+$  离子交换过程中, $K^+$  离子不仅取代了玻璃中易动的  $Na^+$  离子,也会取代  $Ca^{2+}$ 、 $Mg^{2+}$  离子<sup>[5]</sup>。而在第二步的  $H^+-K^+$  离子交换过程中, $H^+$  离子也会取代玻璃中仍然存在的  $Na^+$  离子,因此,对于这种多离子参加的交换过程,难以用严密的理论来描述。加之,玻璃不同,组分也不相同,使问题更加复杂化。

我们采用棱镜耦合器将激光束耦合入平板波导,测量出能传输的导模数和相应的模折射率。使用高能电子束轰击波导断面,采用 X 射线能谱分析技术对波导层组分进行微观分析,对本文的制作  $K^+$  离子交换掩埋波导的新方法进行了验证。

## 二、实验结果和分析

为了便于测试波导特性以及易于对波导层断面进行 X 射线能谱分析,实验均针对平板波导进行。为便于观察,测试中用  $632.8\text{ nm}$  的 He-Ne 激光器作光源。

表 1 中列出了  $K^+$  离子交换波导的制作条件、第二次处理的工艺条件以及测得的波导特性。从该表可以看出,在  $220^\circ C$  的磷酸中煮 25 min,使原来可传输四个导模的  $K^+$  离子交换波导变为只传输两个导模了。在  $220^\circ C$  的磷酸中煮 50 min,使原来能传输 6 个导模的波导消失。然而,将有四个导模的波导在  $280^\circ C$  的烘箱中烤 25 min,并不改变波导特性。从上述事

表 1 工艺条件与测得的波导特性

第一次 $K^+-Na^+$ 交换	样品序号	第二次处理条件	测试结果
$KNO_3$ , $400^\circ C$ , 9h	1		4 个 TE 模
	2	$280^\circ C$ , 大气中烘 25 min	未变, 4 个 TE 模
	3	$H_3PO_4$ , $164^\circ C$ , 25 min	未变, 4 个 TE 模
	4	$H_3PO_4$ , $185^\circ C$ , 20 min	变化, 3 个 TE 模
	5	$H_3PO_4$ , $220^\circ C$ , 25 min	变化, 2 个 TE 模
$KNO_3$ , $450^\circ C$ , 9h	6		6 个 TE 模
	7	$H_3PO_4$ , $220^\circ C$ , 50 min	波导消失

实可以清楚地得知, 是磷酸与  $K^+$  离子交换波导之间发生了某种物化作用, 从而导至波导微观结构变化, 使能传输的导模数减少。导模数的减少, 不是由温度造成的  $K^+$  离子自扩散引起的。

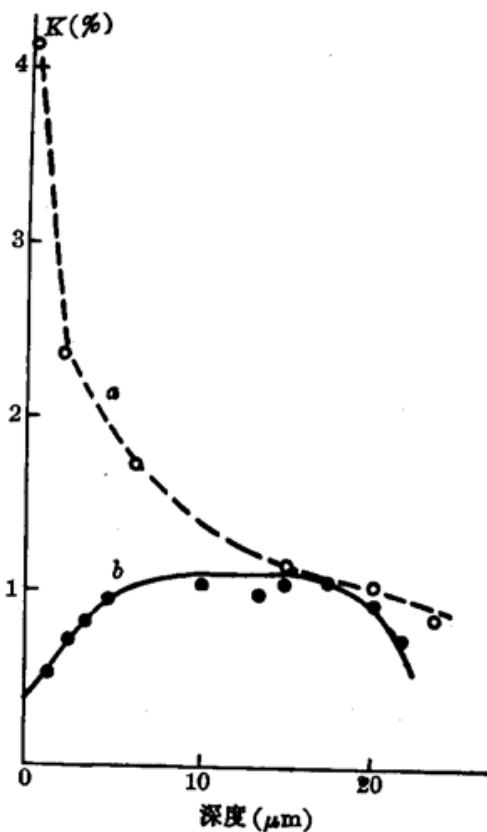
在作波导层组分微区分析时, 对于  $Ag^+$  这种重离子, 一般采用反向电子散射强度来测量。

而对  $K^+$  离子这种轻的离子, 应用 X 射线能谱 (XES) 分析技术来测量。为了揭示磷酸处理前后波导层中  $K^+$  离子浓度的分布状况, 我们用 EDAX-9100/60 型 X 射线能谱分析仪对沿波导层深度方向  $K^+$  离子浓度进行了分析测量。所得数据均以玻璃中的 Na、Si、Ca、Mg、Al 以及 K 等元素总重量归一化了的。所测得的浓度均为重量百分浓度。

我们测得衬底的含 Na 量为 20~30%, 含 K 量为 0.3~0.4%。对于波导层中沿深度方向  $K^+$  离子浓度的测量值标注于图 1 中。图中曲线 a 为有 4 个导模的波导中的  $K^+$  离子浓度分布情况。此波导相应于表 1 中序号为 1 的样品。曲线 b 为经磷酸处理后, 波导中  $K^+$  离子浓度的分布情况 (样品从能传输 4 个导模变为仅能传输两个导模)。该样品相应于表 1 中序号为 5 的样品。

从曲线 a 可以看出, 第一步  $K^+-Na^+$  离子交换形成的波导层, 表面处  $K^+$  离子浓度为极大值, 亦即该波导是折射率极大值处于表面的非对称结构波导。即使在波导表面,  $K^+$  离子也仅取代了部分  $Na^+$  离子。而曲线 b 表示了  $K^+$  离子浓度极大值处于表面下一定深度的掩埋波导。我们的结果与文献 [3] 中所报道的两步场助扩散法得到的  $K^+$  离子

浓度分布状态颇为类似。由于我们采用  $H^+-K^+$  离子交换来降低波导表面层中的  $K^+$  离子浓度, 因此,  $H^+-K^+$  离子交换后, 波导层中  $K^+$  离子总含量减少, 波导能传输的导模数减少。在  $H^+$  离子尚未到达的深度处, 曲线 a 和 b 趋于重合。这正是一个有说服力的证据, 证明了我们提出的形成掩埋波导的机构是合理的。

图 1  $K^+$  离子浓度分布

曲线 a—能传输 4 个导模的波导层;  
曲线 b—上述样品经  $H_3PO_4$  处理后,  
仅能传输两个导模

### 三、讨论与结论

测试  $K^+$  离子浓度分布时, 使用的是束流  $10^{-9}$  A、能量 20 keV 的电子束轰击波导断面, 为分析磷酸处理后  $K^+$  离子浓度变化的细节, 电子束轰击点之间的步进仅  $2\mu\text{m}$  左右。而每个测试点取谱时间为 100 s, 所以难免造成电子束轰击点处  $K^+$ 、 $Na^+$  这类易动离子的热迁移, 这将给分析结果带来误差。同时, X 射线能谱分析仪本身也存在系统误差。按该设备规定, 系统误差小于 10% 时, 测得的数据视为合理。另外, 样品断面不平整也会影响射线被收集情况。由于上述三方面的原因造成测试误差, 使图 1 中曲线  $b$  相关的测试数据点中某些点有些分散。即使存在实验误差, 把图 1 中曲线  $a$  和  $b$  所示的  $K^+$  离子浓度分布状况相比较, 可以得知,  $H^+$ - $K^+$  离子交换工艺使表面  $K^+$  离子浓度从 4.2% 下降到 0.4%, 从而使波导层能传输的导模数减少。我们这里所提出的掩埋波导制作技术, 既改变  $K^+$  离子浓度分布形状, 又减少了波导层的  $K^+$  离子总含量。而文献[3]所报道的两步场助扩散法, 不改变波导层  $K^+$  离子总含量, 仅改变  $K^+$  离子浓度分布状况。

针对不同类型的玻璃衬底, 只要将第一步  $K^+$ - $Na^+$  离子交换工艺条件与第二步  $H^+$ - $K^+$  离子交换工艺条件恰当配合, 就可获得具有所需参数的掩埋波导。

### 参 考 文 献

- 1 H. J. Lienhof, H. W. Holsher, Proceedings of the Third European Conference, ECIO'85, 71(1985)
- 2 R. K. Lagu *et al.*, Proceeding of the Third European Conference, ECIO'85, 75(1985)
- 3 H. C. Cheng *et al.*, Integrated and Guided-Wave Optics, Technical Digest, 5, 50(1988)
- 4 T. Findakly, *Optical Engineering*, 24 (2), 244(1985)
- 5 J. E. Gortych, D. G. Hall, *IEEE J. Quant. Electr.*, QE-22(6), 892(1986)

## He-Ne 激光器的噪声

我们建立了微机控制的 He-Ne 激光器噪声测试系统 (RMS 值,  $0\sim 1$  MHz, 测试分辨率  $1\mu\text{V}$ , 噪声本底  $10\mu\text{V}$ , 测试精度高于 5%), 全面测试了国内 17 个厂家的 58 支激光器的噪声, 并进行了分析。

测试结果表明, 国内生产的同轴内腔式 He-Ne 激光器噪声水平  $< 0.5\%$ , 占 22.5%;  $0.5\sim 1.0\%$ , 占 25.0%;  $1.0\sim 2.0\%$ , 占 35.0%;  $> 2.0\%$ , 占 17.5%。

我们通过实验研究, 发现国产 He-Ne 激光器噪声频谱主要由三部份组成: 1. 50 Hz 及其倍频。通常情况下, 可观察到最高 400 Hz, 这是电源噪声频谱。2. 放电噪声频谱。主要存在于 90 kHz $\sim$ 300 kHz 和 1 MHz 附近两个区域。它的分布和振幅跟放电电流大小有关。3. 模偏振竞争噪声。在测试中发现, 半数以上国产 He-Ne 激光器存在一种跟热稳定性有关, 从而跟模状态有关的噪声。这种噪声出现时, 模呈椭圆偏振。它是一种动态的非周期性过程, 其频谱分布在 1 kHz $\sim$ 20 kHz 之间。它的出现, 使激光输出波形的峰值有很大变化, 严重影响激光器输出性能。

(北京激光参量测试中心, 100010 流志强 庞正达

1990 年 7 月 9 日收稿)