

# 电子束扫描 $\text{LiNbO}_3$ 制备畴反转光栅

陈云琳 阮永丰 姚 珩\* 李宝凌 李文润

(天津大学物理系; \*天津大学分析中心, 天津 300072)

**提要** 使用日产 HITACHI X-650 型扫描电镜实现了  $\text{LiNbO}_3$  晶体的周期性电畴反转, 电子束扫描是在晶体的负畴面实现的, 晶体表面上的扫描轨迹是断续的, 晶体表面的畴反转宽度小于晶体内部的畴反转宽度。对不同的扫描速率和扫描电流得到了不同的畴反转宽度和深度。对畴反转的机理也进行了探讨。

**关键词** 电子束扫描, 畴反转光栅,  $\text{LiNbO}_3$  晶体, 扫描速率, 线电荷密度

## 1 引 言

用铁电畴反转光栅实现准相位匹配的  $\text{LiNbO}_3$  波导倍频器件是小型化短波长相干光源的较理想器件之一。而生产这种器件的主要步骤是形成铁电畴反转光栅。目前已有许多技术可以形成铁电畴反转, 如 Ti 从  $\text{LiNbO}_3$  正畴表面的内扩散<sup>[1,2]</sup>, Li 离子的外扩散<sup>[3]</sup>,  $\text{SiO}_2$  镀膜并热处理<sup>[4]</sup>等。所有这些技术均需要在高温条件下进行, 并且应用这些技术仅仅能使晶体表面附近的畴发生反转。

因为  $\text{LiNbO}_3$  有一个较大的非线性系数, 并且制备  $\text{LiNbO}_3$  波导的技术发展很快, 因此我们选用了  $\text{LiNbO}_3$  晶体作为实验样品, 报道了在室温下对样品进行扫描实现铁电畴反转的新方法, 由于这种技术仅使畴区反转, 对晶体折射率没有影响, 而在实际使用中, 波导的有效折射率将与波导制备技术有关。

## 2 实 验

我们应用日产的 HITACHI X-650 型扫描电镜来实现  $\text{LiNbO}_3$  晶体的周期性电畴反转。图 1 为电子束扫描  $\text{LiNbO}_3$  晶体制备畴反转光栅的示意图。在实验中所用样品是垂直于 Z 轴切割的厚为  $500 \mu\text{m}$  的  $\text{LiNbO}_3$  单晶片, 晶片的正畴表面镀有一层厚为  $0.4 \mu\text{m}$  的金膜作为接地的电极。电子束在负畴表面上扫描的线长度为  $2 \text{mm}$ , 线间距为  $5 \sim 10 \mu\text{m}$ , 加速电压是  $20 \text{kV}$ 。扫描速率的范围是  $10 \sim 180 \mu\text{m/s}$ , 扫描电流的范围为  $0.1 \sim 0.3 \text{nA}$ 。

将扫描后的样品放置在温度为  $90^\circ\text{C}$  的  $\text{HNO}_3$  和  $\text{HF}$  的混合液 (2:1) 中进行腐蚀, 腐蚀时间为  $5 \text{min}$ 。由于负畴表面腐蚀的速度远远大于正畴表面, 故样品腐蚀后能显现出畴反转的结构图样。畴反转光栅的断面的部分结构如图 2 所示。

图 3(a) 是电子束扫描样品负畴表面并经腐蚀后所得的周期为  $8.4 \mu\text{m}$  的畴反转光栅的表面结构。由图可见晶体表面上的扫描线轨迹是断续的。图 3(b) 是同一样品的正畴表面的腐蚀像, 它与图 3(a) 的放大倍数相同, 显然正畴表面畴反转的宽度要大于负畴表面畴反转的宽度。

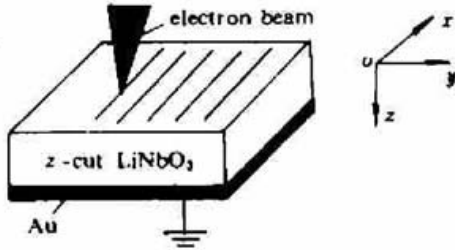


Fig. 1 Formation of the ferroelectric-domain-inverted grating by electron-beam scanning

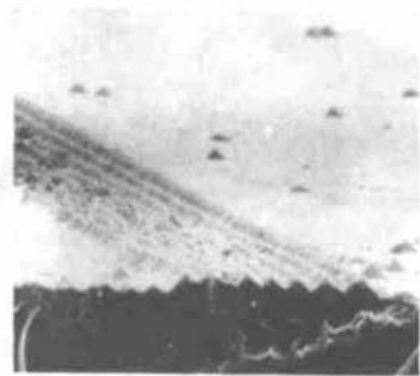


Fig. 2 Cross-sectional structure of a domain-inverted grating on Y face after etching

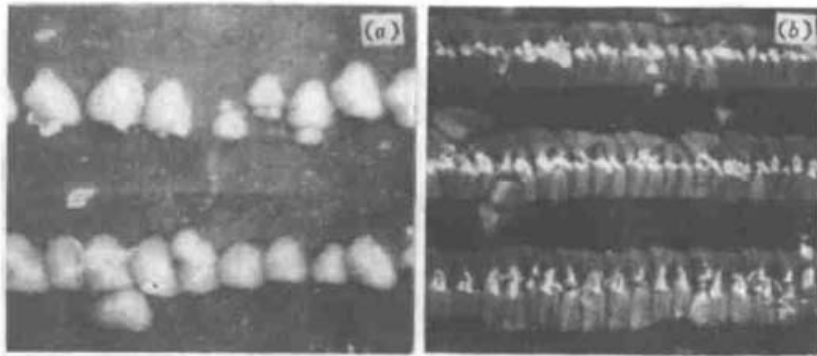


Fig. 3

(a)  $C^-$  top SEM view of a domain-inverted grating of  $8.4 (\mu\text{m})$  period formed by EB scanning;

(b)  $C^+$  top SEM view of the domain-inverted grating of  $8.4 (\mu\text{m})$  period formed by EB scanning

图 4 显示了负畴表面畴反转宽度随扫描电流和扫描速率的变化情况, 随着扫描速率的减小和扫描电流的增大, 畴反转宽度将变宽。畴反转的宽度大于电子束束斑直径, 这也许是由于电子的散射电场所致。

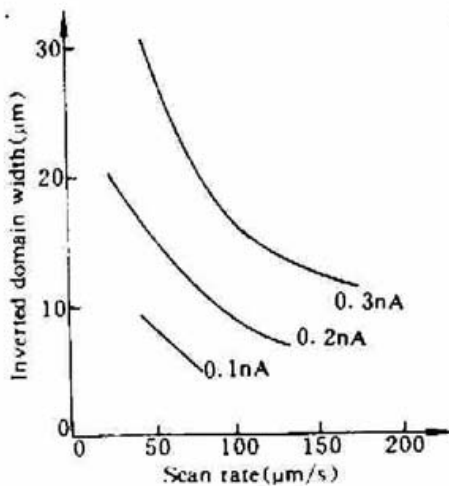


Fig. 4 Variation of the domain-inverted zone width with beam current and scanning rate

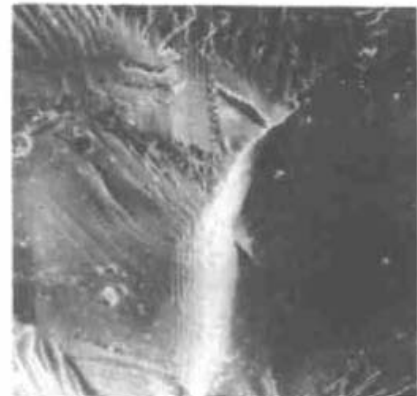


Fig. 5 Depth of the domain-inverted grating on Y face after etching

图 5 所示为畴反转光栅的横截面显微观察。从这个图中我们可以清晰地看到畴的反转贯穿整个  $\text{LiNbO}_3$  晶片的厚度, 并且反转畴的界面与晶体表面垂直。

在以不同的扫描速率和扫描电流进行扫描样品时, 我们发现在制备较理想的畴反转光栅时(即得到最佳的畴反转宽度), 线电荷密度是一个非常重要的影响因素, 过量的线电荷密度将导致畴反转区域的变形, 如图 6 所示; 而当线电荷密度很小时, 又不能导致铁电畴反转, 如图 7 所示。



Fig. 6 Domain inversion structure formed with excessive line-charge density



Fig. 7 Domain inversion structure formed with insufficient line-charge density

### 3 讨 论

畴反转的机理至今还没有被充分阐明。粗略地讲, 是由于入射电子进入晶体后将形成一个与  $\text{LiNbO}_3$  晶体极化方向反平行的电场。当这个电场大于  $\text{LiNbO}_3$  晶体铁电畴的矫顽场时, 在电子束进入的区域下方将产生一个铁电畴反转的子畴。一旦子畴产生, 那么反转区域将在这个电场的作用下扩展到正畴表面。当我们扫描正畴表面时, 发现畴不发生反转, 因为这个电场与晶体的极化方向平行。

### 4 结 论

我们通过电子束扫描  $\text{LiNbO}_3$  晶体, 实现了周期性铁电畴反转, 得出了畴反转宽度和深度与扫描速率和扫描电流及线电荷密度的关系。我们还将从事进一步的实验工作, 制备一级准相位匹配的铁电畴反转光栅, 并将这种光栅应用到波导倍频器件上, 进一步提高二次谐波的转换效率。

### 参 考 文 献

- 1 E. J. Lim, M. M. Fejer, R. L. Byer *et al.*. Blue light generation by frequency doubling in periodically poled lithium niobate channel waveguide. *Electr. Lett.*, 1989, 25: 731~732
- 2 Y. Ishigame, T. Suhara, H. Nishihara.  $\text{LiNbO}_3$  waveguide second harmonic generation device phase matched with a fan-out domain inverted grating. *Opt. Lett.*, 1991, 16: 375~377
- 3 J. Webjorn, F. Laurell, G. Arvidsson. Blue light generated by frequency doubling of laser diode light in lithium niobate channel waveguide. *IEEE Photo. Technol. Lett.*, 1989, 1: 136
- 4 J. Webjorn, F. Laurell, G. Arvidsson. Fabrication of periodically domain inverted channel waveguides in  $\text{LiNbO}_3$  for second harmonic generation. *Lightwave Technol.*, 1989, 7: 1597

## Fabrication of Domain-inverted Grating in $\text{LiNbO}_3$ by Electron-beam Scanning

Chen Yunlin Ruan Yongfeng Yao Pei\* Li Baoling Li Wenrun

(*Department of Physics, Tianjin University; \* Analysis Centre of Tianjin University, Tianjin 300072*)

**Abstract** A domain-inverted grating is realized by using a scanning electron microanalyzer. Domain inversion in  $Z$ -cut  $\text{LiNbO}_3$  by injecting electrons into  $C$ -face was observed. It was found that the scanning trace on the crystal surface tended to segment and the inversion width near the crystal surface was thinner than that inside the crystal. With different scan rates and beam currents, we get different domain widths and depths. The domain inversion mechanism was also discussed roughly.

**Key words** electron scanning, domain-inverted grating, waveguide,  $\text{LiNbO}_3$ , second-harmonic wave, scanning rate, line-charge density

---

## 钛宝石再生放大器

最近我们利用中国科学院上海光机所生长的钛宝石激光晶体,研制成功了钛宝石激光再生放大器。放大器输出光脉冲能量为 3.6 mJ,工作中心波长为 800 nm,重复频率为每秒 10 次。再生放大器的腔为平凹腔。凹面镜曲率半径  $R = 4$  m。腔长 1.76 m。腔内放置两个普克尔盒,一个 1/4 波长片,一个偏振片,作为种子脉冲的注入和放大后光脉冲的取出。钛宝石晶体尺寸为  $6 \times 6 \times 14$  mm,  $\alpha_{490} = 2.6 \text{ cm}^{-1}$ ,两端布儒斯特角切割。放大器的泵浦源为倍频调  $Q$  Nd:YAG 激光器。单脉冲泵浦能量为 50 mJ,种子脉冲来自于自锁模钛宝石激光器,重复率为 82 MHz,输出平均功率为 400 MW,脉冲宽度为 80~100 fs。种子脉冲经过光栅展宽器后注入到再生腔中从而实现光脉冲的有效放大,放大器放大倍数为  $3.6 \times 10^6$ ,工作稳定。

本课题得到国家“攀登计划”及中国科学院基础局九五预研基金的资助。

(中国科学院西安光机所 侯 洵 阮双琛 王水才 杨建军 杜戈果 丰 善

收稿日期:1996年4月1日)