

低损耗玻璃光波导的溶胶-凝胶法制备*

侯占佳 陶曲明 刘丽英 徐 雷 王文澄 李富铭

(复旦大学物理系三束材料改性国家重点实验室 上海 200433)

提要 采用溶胶-凝胶(Sol-gel)技术制备了 SiO₂-TiO₂ 低损耗平面光波导,在 633 nm 处的传输损耗为 0.57 dB/cm。同时在硅基板上制备了脊型 Y 形波导分束器,分束比为 1:1。

关键词 平面光波导, Y 形分束器, 溶胶-凝胶技术

1 引 言

低损耗氧化硅系光波导(以下简称玻璃光波导)是集成光学线路中的基础部件,在现在和将来的各种应用中,从数据存储到信息传输,它都起着重要的作用。在低损耗玻璃光波导的研究中,人们分别采用热氧化法^[1]、溅射法^[2]、火焰水解法(FHD)^[3]、化学气相沉积法^[4]、等离子体化学沉积法^[5]等研制出传输损耗为 0.2~1 dB/cm 的玻璃光波导。近年来,溶胶-凝胶(Sol-gel)技术取得飞速发展,它已被应用到光学领域,用来制备各种光学材料和器件,其中也包括光波导。Sol-gel 技术是指线度为 1~100 nm 的固体颗粒(称为胶体)均匀地分散在适当的液体中形成的单相溶液(称为溶胶或 Sol)在一定的反应条件(温度、湿度、酸碱度、压力等)下转变为具有一定强度的多孔固体胶块(称为凝胶或 Gel)的过程。它与一些传统的玻璃材料制备方法相比具有许多优点。首先,材料制备过程温度低;它是利用溶液中的化学反应,原料可在分子水平均匀混合。这使得制备过程易于控制,不仅制得的材料均匀性好、纯度高,而且在溶液中掺入一些具有一定功能的材料,可制得一些传统方法难以得到或根本得不到的材料。其次,它的制备设备便宜简单,便于操作。因此,自 Sol-gel 技术应用到光学领域以来,越来越受到人们的青睐,采用块状工艺(monolith processing)制备了透镜^[6],利用拉制(drawing)或提拉(dip-coating)的工艺制备了光纤^[7],利用甩膜(spin-coating)或提拉的工艺制备了各种用途的光学薄膜^[8]及光波导^[9]等等。我们采用两套工艺流程,分别用甩膜和提拉的方法在玻璃基板上制得在波长 633 nm 的传输损耗为 1.07 dB/cm 和 0.57 dB/cm 的波导。同时在硅基板上制得了输出强度比为 1:1 的 Y 形光波导分束器。

2 波导的制备

采用两套工艺流程制备玻璃光波导。使用玻璃和硅两种基板。玻璃基板厚为 1.1 mm。折

* 上海市科委、国家自然科学基金资助项目。

收稿日期: 1997-11-03; 收到修改稿日期: 1998-01-14

射率为 1.516(633 nm 处); 硅片预先通过高温氧化法在表面形成了一层致密的 700 nm 厚的二氧化硅。

2.1 流程一

用 0.15 N 盐酸作催化剂, 使正硅酸乙酯 [(C₂H₅O)₄Si 或 TEOS] 和四异丙基钛酸酯 [(OC₃H₇)₄Ti 或 TPOT] 两种溶液发生水解反应, 最后缩聚为 -Si-O-Ti- 链接而成的空间网状高分子聚合物。溶液配制流程如图 1(a)。将配好的溶液用匀胶机甩在清洁好的基板上, 周围相对湿度控制在 30% 以内, 匀胶机的速度为 2500 r/min。单次甩膜的膜厚在 100~150 nm 范围, 多次重复甩膜, 达到所需的厚度, 然后在 500°C 的炉中烘 15 min, 即得到平面光波导。

2.2 流程二

以甲基三乙氧基硅烷[(C₃H₈O)₃Si 或 MTES] 溶液和四丁基钛烷[(C₄H₉O)₄Ti 或 TiBOX] 溶液作为母体, 采用 SiCl₄ 作催化剂, 使它们均匀混合。用提拉的方法, 在一定湿度的环境中, 让 MTES 和 TiBOX 的均匀混合物在基片表面和空气中的水蒸气发生水解反应。溶液配制流程如图 1(b)。提拉速度为 10 cm/min, 提拉后膜片在 550°C 的炉中烘 15 min。

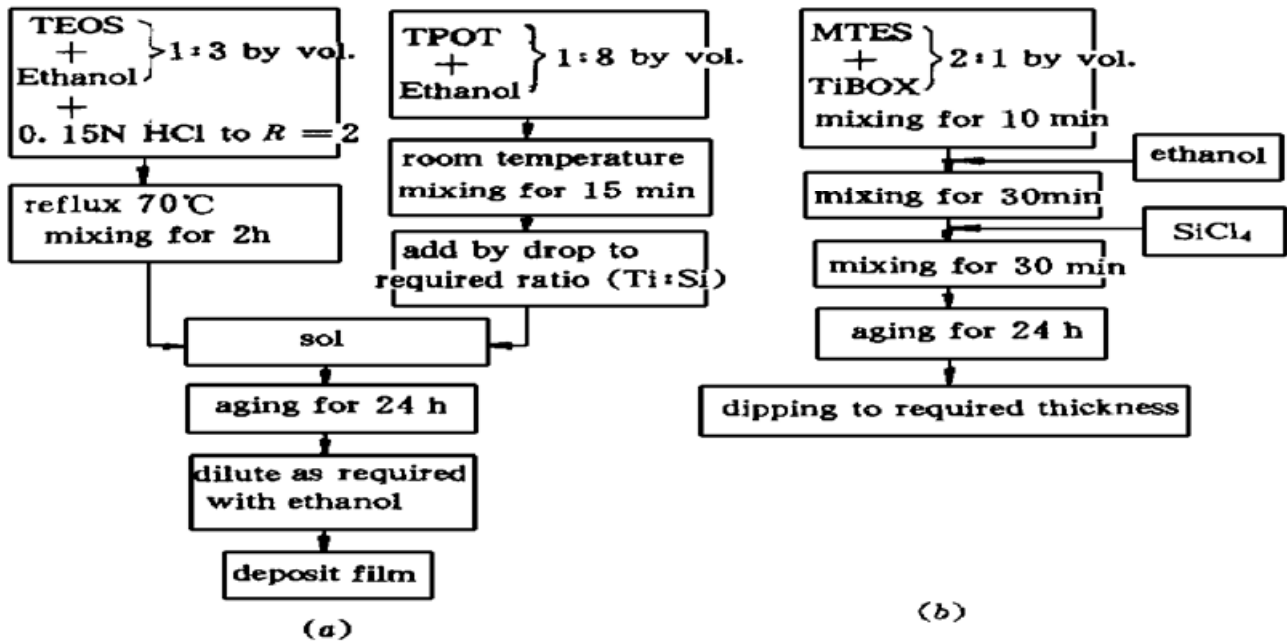


图 1 (a) 甩膜法制备波导溶液配制流程图; (b) 提拉法制备波导溶液配制流程图

Fig. 1 (a) Flow chart of sol preparation for spin coating; (b) Flow chart of sol preparation for dip-coating

利用这种方法在硅片上制备的波导, 经湿法刻蚀, 制得宽为 12 μm, 高为 270 nm 的 Y 形脊型波导分束器, 经切割暴露 Si 自然解离面作为耦合端面, 用于输入输出光与波导分束器的耦合。

3 实验测量

3.1 膜厚及折射率的测量

利用棱镜耦合技术, 通过测量波导内传播模式的耦合角度获得膜厚及折射率^[10]。

3.2 波导损耗的测量

光波导的传输损耗为沿光波传播方向上单位长度光强衰减的分贝数 α

$$\alpha = -10 \log [I(x)/I(0)]/x \quad (1)$$

其中 $I(0)$ 为光波导中起始处的光强, $I(x)$ 为传播到距离 x 处的光强。实验采用光散射测量法。用 633 nm He-Ne 激光器作光源, 通过格兰棱镜调整光的偏振方向, 经聚焦透镜和耦合棱镜, 将光耦合入波导膜中, 其中波导置于一精密可调的平台上, 通过旋转平台, 可调节输入光波的入射角度。采用 CCD 面列阵探测光波导的散射光光强, 将所采集的数据输入计算机处理, 即可读出 α 。

3.3 Y 形脊型波导输出光强比的测量

He-Ne 激光经显微物镜耦合至光纤, 光纤输出端固定在精密光纤调节架上, 在读数显微镜下可仔细调节光纤输出端与 Y 形波导输入端的耦合情况, 波导的输出经 12 倍显微物镜, 用 CCD 面列阵探测器探测, 从计算机记录图像上可读出光强。

4 实验结果与讨论

采用流程一所配得的溶液用甩膜法在玻璃为衬底所制的波导, 测得的损耗为 1.07 dB/cm。采用流程二所配得的溶液用提拉法在玻璃基板上所制的波导测得的传输损耗为 0.57 dB/cm。图 2 为采用流程二制得的光波导的损耗曲线。从两种流程制备的波导来看, SiCl_4 作催化剂, 采用提拉法制备的波导表面更均匀, 波导的低损耗区也比较大。从波导制备的工艺过程来看, HCl 作催化剂, 先使 TEOS 和 TPOT 水解, 由于 TPOT 的水解和缩聚速度远大于 TEOS 的水解和缩聚速度, 虽然我们采用了对它们进行大剂量稀释, 并先使 TEOS 水解的办法, 但由于 TPOT 溶液的加入, 有助于催化已经部分水解的硅醇 (Si-OH) 之间的缩聚^[9], 易于生成大团簇的硅氧烷 ($-\text{Si-O-Si}-$), 减少了硅醇 (Si-OH) 和钛醇 (Ti-OH) 缩聚的机会, 造成所配溶液的不均匀性。另外, 若制膜周围环境的湿度大, 会进一步加剧膜结构的不均匀性, 从而引起光的散射。而用 SiCl_4 作催化剂, 先使 MTES 和 TiBOX 均匀混合, 由于纯 SiCl_4 是不含水的, 故水解、缩聚和凝胶过程同时在制膜过程中进行, 有效地阻止了因 Ti 的扩散而引起的 Ti 团簇的形成, 增加了硅醇和钛醇的缩聚机会, 减少同种醇类的缩聚机会。同时, 从制膜的方法来看, 提拉法对环境湿度的要求低, 所制备的波导的重复率和成功率也比较高。而采用甩膜制膜法, 每次制得的膜的厚度比提拉法小, 这样需反复甩膜和烘焙, 环境因素影响更大。这些都是导致薄膜均匀性差、传输损耗大的原因。

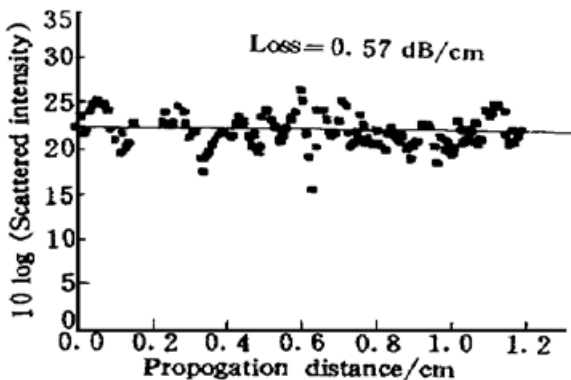


图 2 传输线的损耗曲线

Fig. 2 Scattered light intensity and measured transmission loss of waveguide

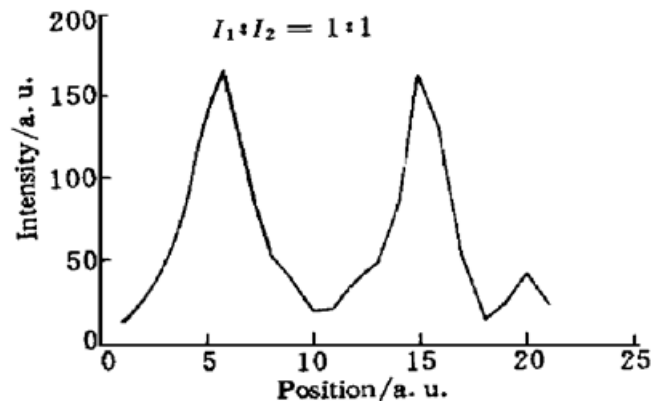


图 3 所测得的脊型 Y 形波导输出端的强度

Fig. 3 Output light intensity of the Y branch waveguide

脊型波导的损耗要高于平面波导, 损耗的主要来源是经光刻腐蚀后形成的粗糙边界, 故当光被耦合进脊型波导后, 可看到明显的自条波导边界产生的散射光, 而来自波导内部的散射基本未见。图 3 为从输出端探测到的光强。其强度比为 1:1。

参 考 文 献

- 1 D. E. Zelmon, H. E. Jackson, J. T. Boyd *et al.*. A low-scattering graded-index SiO₂ planar optical waveguide thermally grown on silicon. *Appl. Phys. Lett.*, 1983, **42**(7): 565~ 566
- 2 N. Imoto, N. Shimizu, H. Mori *et al.*. Sputtered silica waveguides with an embedded three-dimensional structure. *J. Lightwave Technol.*, 1983, **LT-1**: 289~ 293
- 3 M. Kawachi, M. Yasu, T. Edahiro. Fabrication of SiO₂-TiO₂ glass planar optical waveguides by flame hydrolysis deposition. *Electron. Lett.*, 1983, **19**(15): 583~ 584
- 4 C. H. Henry, R. F. Kazarinow, H. J. Lee *et al.*. Low loss Si₃N₄-SiO₂ optical waveguides on Si. *Appl. Opt.*, 1987, **26**(13): 2621~ 2624
- 5 G. Grand, J. P. Jadot, H. Denis *et al.*. Low-loss PECVD silica channel waveguides for optical communications. *Electron. Lett.*, 1990, **26**(25): 2135~ 2137
- 6 L. L. Hench, W. Vasconcelos. Gel-silica Science. *Annu. Rev. Mater. Sci.*, 1990, **20**: 269~ 298
- 7 K. Kamiya, S. Sakka, Y. Tatemichi. Preparation of glass fibres of the ZrO₂-SiO₂ and Na₂O-ZrO₂-SiO₂ systems from metal alkoxides and their resistance to alkaline solution. *J. Mater. Sci.*, 1980, **15**(7): 1765~ 1771
- 8 P. Hinz, H. Dislich. Anti-reflecting light-scattering coatings via the sol-gel-procedure. *J. Non-Cryst. Solids*, 1986, **82**(1~ 3): 411~ 416
- 9 Lin Yang, S. S. Saavedra, N. R. Armstrong *et al.*. Fabrication and characterization of low-loss, sol-gel planar waveguides. *Anal. Chem.*, 1994, **66**(8): 1254~ 1263
- 10 R. Ulrich, R. Torge. Measurement of thin film parameters with a prism coupler. *Appl. Opt.*, 1973, **12**(12): 2901~2908

Fabrication of Low-loss Silica on Silicon Waveguides with Sol-gel Techniques

Hou Zhanjia Tao Quming Liu Liying Xu Lei Wang Wencheng Li Fuming
(State Key Joint Laboratory for Materials Modification by Laser, Ion and Electron beams,
Department of Physics, Fudan University, Shanghai 200433)

Abstract Low-loss SiO₂-TiO₂ waveguides were fabricated with sol-gel techniques. Propagation loss of 0.57 dB/cm was obtained at 633 nm. A Y branch channel beam splitter was also fabricated on a Si substrate. The branch ratio is approximately 1:1.

Key words waveguides, Y branch splitter, sol-gel techniques