文章编号:0258-7025(2001)010-0945-04

用视频摄像技术测定纳米晶聚合物 复合薄膜的传输损耗*

孟凡青² 马常宝² 张光辉² Y. T. Chow³ 吕增海1 杨旭东 任 译 王雪亭 闾晓琴¹ (山东大学!光学系?晶体材料国家重点实验室 济南 250100?香港城市大学光电子学研究中心 香港)

提要 研制了一种新的钛酸铅-聚醚醚酮 PT-PEK-c 纳米晶聚合物复合薄膜 ,用视频摄像技术准确、实时地分析了这 种复合薄膜的传输损耗。该方法包括一架高分辨率的数码相机和相应的数据处理软件,以及棱镜耦合系统,其测量 范围为 0.5~100 dB/cm,用这种方法测得 PT-PEK-c 纳米晶聚合物复合薄膜在 633 nm 处的传输损耗为 3.09 dB/cm。 关键词 纳米晶聚合物复合薄膜 传输损耗 视频摄像技术 中图分类号 0484.3 文献标识码 A

Determination of the Transmission Loss of Nano-crystal and Polymer Complex Thin Films Using Photographic Technique

LÜ Zeng-hai¹ YANG Xu-dong¹ REN Quan¹ WANG Xue-ting¹

LÜ Xiao-qin¹ MENG Fan-qing² MA Chang-bao² ZHANG Guang-hui² Y. T. Chow³

¹Department of Optics ,²National Laboratory of

Crystal Materials , Shandong University , Jinan 250100 ³ Optoelectronics Research Center , City University of Hong Kong , Hong Kong)

Abstract A kind of novel nano-crystal and polymer complex thin film PT-PEK-c was fabricated. The transmission loss of the complex thin film was measured accurately and real-timely using photographic technique. The method involves a digital camera that has good spatial resolution and corresponding data processing software , the prism-coupling system as well. It can be used over a wide range of loss values from 0.5 dB/cm to the order of 100 dB/cm. The transmission loss of nano-crystal and polymer complex thin film PT-PEK-c at 633 nm is measured to be 3.09 dB/cm.

Key words nano-crystal and polymer complex thin film, transmission loss, photographic technique

引 言 1

近年来 非线性光学聚合物薄膜及其器件 ,由于具 有通过波段宽、非线性效应强、介电常数低等性能 且易 于制备、集成 在光信息处理、光通信等技术中具有潜在 的应用前景 因此成为非线性光学材料领域研究的热 点^{1]}。

钛酸铅 PbTiO₃ 是一种优良的热释电材料 其热释 电系数约为 2.5 × 10⁻⁸ c/cm²·K 热容量小² 同时还具

收稿日期 2000-07-03; 收到修改稿日期 2000-09-04

备良好的电光性能,它的电光品质因子为LiNbO,的10 倍。

最近 我们利用化学溶液分解法(CSD)合成了粒度 为 40 nm 的 PbTiO,纳米微晶,并将其与高玻璃化温度、 透明性好的聚醚醚酮(PEK-c)复合制备了钛酸铅-聚醚 醚酮(PT-PEK-c)复合薄膜。这种纳米微晶聚合物复合 薄膜不仅具有良好的光学性能,而且稳定性良好。633 nm 处的折射率 $n_0 = 1.65248 \pm 0.00136$ $n_e = 1.64392 \pm 0.00136$ $n_e = 1.64392 \pm 0.00136$ $n_e = 0.00136$ n_e 0.00186^{31} 室温下的介电常数约为 4, 介电损耗 < 10^{-2} , 在 400~900 nm 波段内光透过率高达 90% 以上⁴]。另 外 作为光波导器件的优选材料 光在薄膜内的传输损 耗也是一个非常重要的参数。对薄膜光波导的传输损 耗进行准确实时地表征与分析 是改进薄膜制备工艺的

^{*} 国家自然科学基金(60077016,69890230)和晶体材料国 家重点实验室开放课题资助项目。

必要环节。

目前 已经报道了许多测量平面波导传输损耗方 法。如棱镜滑动法^{5]}、三棱镜耦合法^{6]}等。薄膜波导的 损耗主要来自光的散射 散射光的强度直接反映了膜内 传输光的相对强度 因此 通过测量散射光的强度就可 得到膜内传输光的强度变化。这就使得散射光测量技 术倍受重视,并提出了许多测量方法。文献7提出的 光纤探测技术就具有很好的空间分辨率 但由于探针必 须沿光束条纹移动,使得测量系统很难准直。De Bernardi 等提出的显微光度计扫描系统^{8]}以及 Himel 和 Gibsorf⁹¹采用容易准直且便宜的光纤束都是与光纤探测 技术相似的方法。Awai 等建议使用一个玻璃探针^{10]}, 因为它能提供更大的收集窗口且使输出稳定 从而使实 验装置有更好的机械承受力 其不足之处仍是较低的空 间分辨率,另外,还出现了玻璃的偏振效应。后来, Wang¹¹ 建议利用一个 Coblentz 镜 虽然它能通过收集整 个半球的光束 进行稳定、准确的测量 且有较高的信噪 比 但由于 Coblentz 镜的制造、所测波导的定位、半球中 心探测器的定位、机械滑块的制造都比较困难,造成了 该测试方法的难度。

我们根据 Okamura 等提出的视频摄像技术^[12] 建立 了一套新的测量光波导传输损耗的实验装置,它包括一 架 Kodak DC20 数码相机以及相应的数据处理软件 (Photoenf 与 Photoshop 5.0)和棱镜耦合系统。并用此方 法测得了 PT-PEK-c 薄膜在 633 nm 处的传输损耗为 3.09 dB/cmo

验 实 2

2.1 样品制备

PT-PEK-c 薄膜样品是采用旋涂法制备的。用折射 率 n3 = 1.51723 (633 nm 的 ITO 玻璃 K18) 基片作为薄膜 的衬底 将玻璃基片平放在旋转台上 控制匀胶机的转 速 并选择适当的溶液和挥发速率适宜的溶剂 即可得 到厚度均匀的薄膜。然后 将旋涂而成的薄膜置于真空 烘箱中 在 60℃温度条件下恒温 12 h 以充分除去薄膜 中所含的溶剂。利用 Metricon 2010 金红石棱镜耦合器, 测得薄膜的厚度为 0.991 μm。

2.2 实验测量

聚合物薄膜光波导传输损耗定义为输出光强相对 输入光强的下降,通常以 dB/cm 为单位来表示,它是单 位距离内输出光强与输入光强之比的常用对数的 10 倍。假定光波导在介质薄膜中传输时 其能量随传输距 离的增大以指数形式衰减 则

0

$$p_x = p_0 \exp(-\alpha x)$$

$$\alpha = \frac{1}{x_2 - x_1} \cdot \ln\left(\frac{p_{x1}}{p_{x2}}\right) (\operatorname{cm}^{-1}) \qquad (1)$$

$$L = -\frac{10}{x_2 - x_1} \cdot \lg\left(\frac{p_{x2}}{p_{x1}}\right) (\,dB/cm\,)$$
(2)

其中 x 为探测点到输入耦合点的距离 p 为光强 α 为衰 减系数 *I.* 为传输损耗。

实验采用 633 nm 的 He-Ne 激光器作光源 通过聚 焦透镜和耦合棱镜将光耦合入波导膜内 整个实验装置 如图1所示。



图1 传输损耗测量装置

Fig.1 Experimental setup for transmission loss measurement

首先 將直角棱镜置于 PT-PEK-c 薄膜之上 并用夹 具的螺丝夹紧棱镜-膜以使光耦合成为可能。这个结构 平放于一个精确可调的旋转平台上,调节旋转平台,可 调节输入光波的入射角度使不同模式的光耦合进波导 内 直到薄膜表面的条纹清晰可见。耦合进波导的传输 模式由下式描述,

$$k_{xf}W = \Phi_{fa} + \Phi_{fs} + 2m\pi$$
(3)
$$k_{xf} = k(n_f^2 - N_m^2)^{1/2}$$

其中,

$$= 2\pi/\lambda_0 \tag{4}$$

 Φ_{fa} 为薄膜 - 空气界面的相移 , Φ_{fa} 为薄膜 - 衬底界面的 相移 ,N_m为 m 阶模的有效折射率 ,n_f为薄膜的折射率 , λ_0 为入射光在真空中的波长, W 为薄膜的厚度。

 k_0

然后 移动数码相机下面带有气垫的滑块 使数码 相机聚焦最好 随即固定滑块。挡住激光光束 拍得背 景图像 :撤去挡板 ,其他条件保持不变 ,再拍得条纹图 像。

实验结果及讨论 3

取下数码相机 用专用传输线将数码相机与微型计 算机串行口联接 ,启动下载图像软件 ,得到背景图像和 光束条纹图像 ,如图 2(a)(b)所示。将两幅数字图像 位置配准后 ,用条纹图像数据减背景图像数据 ,所得差 值图像数据即消除了背景光的影响。这个差值图像数 据实际上是一个矩阵 ,每一个元素就是一个图像像元 ,



图 2 背景与光束条纹图像 (a)背景(b)光束条纹 Fig.2 Images of the background and the streak (a)the background (b) the streak



图 3 散射光强的三维分布 Fig.3 Scattered intensity three-dimensional profile

与该点散射光强成正比。我们所使用的 Kodak DC20 数 码相机采用高解析度模式,可储存 8 幅影像,影像的大 小为 493 × 373 像素,根据图 5 可知,每一个像元所代表 的实际尺寸为 0.178 nm ,所以测量的空间分辨率为 0.178 nm ,在计算传输损耗时需要用到这个参数。显 然影像所取像素越多,测量的空间分辨率越高。差值 图像数据表示了散射光强的数值,取导模传输方向为 *x* 轴, *y* 轴与导模传输方向相垂直, *z* 轴表示散射光强的大 小,作出薄膜波导内导模散射光强分布的三维图像,如 图3所示。将差值图像沿y方向积分,便得到散射光强在 x方向的分布,如图4所示。为了能够准确测定导模散 射光强在薄膜波导内的分布,在拍摄图像前,在薄膜波



图 6 PT-PEK-c 薄膜的传输损耗曲线

Fig.6 Transmission loss curve for PT-PEK-c film 导表面放置一个标尺,其最小刻度为1mm。获取图像数 据后,根据图像上的标尺,如图5所示,确定出每一个像 元所代表的实际尺寸。图 6 为薄膜光波导的传输损耗 曲线 根据线性拟合所得直线的斜率 ,计算出 PT-PEK-c 薄膜的传输损耗 L = 3.09 dB/cm。

结果表明,由于 PT-PEK-c 薄膜波导是由以微晶的 形式存在的 PT 与 PEK-c 复合而成,因此使得波导内光 散射较强,造成薄膜的传输损耗较大。

从图 2 的照片、图 3 的三维图、图 4 的 x 方向分布 和图 6 的损耗曲线看出,实验测量到的散射光强存在周 期性起伏,这是由于薄膜波导中传输光束的散射光所经 路径不同(图 7)。另外,图 6 中线性拟合所得的传输损 耗是个平均值,它更接近于真实值。因为单独图中的最 高点可线性拟合出传输损耗,单独图中的最低点可线性 拟合出传输损耗,单独中间的相应点也可线性拟合出传 输损耗,而把所有点进行线性拟合所得传输损耗即为薄 膜波导平均的传输损耗,提高了测量的精确度。



图 7 光束在 PT-PEK-c 薄膜内的传输 Fig.7 Transmission beam of light in PT-PEK-c film

总之 视频摄像技术^{12]}首先是应用棱镜耦合器将 光耦合进薄膜并使其沿着某一方向在薄膜内传播 ;然 后 ,用数码相机对光束条纹进行即时拍照。避免了其他 测试方法中因存在机械操作所造成的问题 ,同时排除了 周围环境和激光光束的不稳定性对测量结果的影响 标 尺的使用 ,也保证了传输距离的准确测量。该方法的测 量范围为 0.5~100 dB/cm。因此 ,这种方法不仅能准 确、实时地测得各种光波导的传输损耗 ,测量范围大 而 且具有较高的空间分辨率。

参考文献

- J. C. Scott. Nonlinear competition heats up. *Science*, 1995, 267 (31):1918 ~ 1921
- 2 Haoshuang Gu, Anxiang Kuang et al.. Fabrication and structure analysis of c-axis oriented PhTiO₃ thin film. Chinese Science Bulletin (科学通报), 1992, 37(17):1561~1562 (in Chinese)
- 3 Quan Ren, Zhigang Wang, Shiyi Guo et al.. Measurement of PT/ PEK-c polymer film parameters using the quasi-waveguide m-line method. Journal of Materials Science Letters (材料科学杂志快 报), 1997, 16(16):1389~1391(in Chinese)
- 4 Quan Ren, Zhigang Wang, Shiyi Guo *et al*. Analysis of the microstructures and determination the optical band-gap of *c*-axis oriented PT/PEK-c thin film. *Journal of Materials Letters* (材料 科学杂志快报), 1998, **17**(3) 407~408 (in Chinese)
- 5 H. P. Weber , F. A. Dunn , W. N. Leibolt. Loss measurements in thin-film optical waveguides. Appl. Opt., 1973, 12(4):755 ~ 757
- 6 Y. H. Won, P. C. Jaussaud, G. H. Chartier. Three-prism loss measurements of optical waveguides. *Appl. Phys. Lett.*, 1980, 37 3) 269 ~ 271
- 7 W. Gleine, J. Müller. Low-pressure chemical vapor deposition silicon-oxynitride films for integrated optics. *Appl. Opt.*, 1992, 31 (12) 2036 ~ 2040
- 8 C. De Bernardi , A. Loffredo , S. Morasca. Optimum conditions for waveguide loss measurements by scattered radiation detection at visible and near-IR wavelengths. *SPIE* , 1986 , **651** 59 ~ 62
- 9 M. D. Himel, U. J. Gibson. Measurement of planar waveguide losses using a coherent fiber bundle. *Appl. Opt.*, 1986, 25(23): 4413 ~ 4416
- 10 I. Awai, H. Onodera, Y. K. Choi *et al.*. Improved method of loss measurement for optical waveguides by use of a rectangular glass probe. *Appl. Opt.*, 1992, **31**(12) 2078 ~ 2084
- 11 H. M. Wang. Measurement of optical waveguide scattering loss: an improved method by the use of a Coblentz mirror. *Appl. Opt.*, 1994, 33(9):1707~1714
- 12 Y. Okamura, S. Yoshinaka, S. Yamamoto. Measuring mode propagation losses of integrated optical waveguides: a simple method. Appl. Opt., 1983, 22 (23) 3892 ~ 3894