

文章编号: 0258-7025(2004)10-1252-05

铜离子交换单步掩埋 BK7 玻璃波导 的制备与表征

王鹏飞¹, 郑 杰^{2*}, 鄂书林¹, G. C. Righini³

¹ 中国科学院长春光学精密机械及物理研究所应用光学国家重点实验室, 吉林 长春 130031
² 吉林大学电子科学与工程学院集成光电子国家重点实验室, 吉林 长春 130023
³ IFAC—CNR, Via Panciatichi 64, Firenze, Italy

摘要 利用 Cu 离子交换技术制备了 BK7 玻璃平面光波导, 在 632.8 nm 波长下, 用棱镜耦合技术测量出所制备波导的有效折射率, 利用反 WKB 方法计算并确定了平面光波导的折射率分布, 通过对折射率分布进行函数拟合, 发现离子交换后的样品折射率分布近似符合改进后的高斯分布, 样品的折射率分布似乎是一个掩埋波导的折射率分布, 求出所制备玻璃平面光波导在 570℃ 的扩散系数 $D_c \approx 1.2133 \times 10^{-14} \text{ m}^2/\text{s}$ 。同时, 对所制备波导进行了电子显微镜(EMS)和次级离子质谱(SIMS)测试, 得到了铜离子在玻璃表面的浓度分布, 从而证明了实验所得到的 BK7 玻璃平面光波导是掩埋波导。这种掩埋平面波导是由单步 Cu 离子交换技术得到的。

关键词 集成光学; Cu 离子交换; 单步掩埋光波导; BK7 玻璃

中图分类号 TN 252 **文献标识码** A

Characterization of Single Step Buried Waveguides on BK7 Glass by Copper Ion Exchange

WANG Peng-fei¹, ZHENG Jie², E Shu-lin¹, G. C. Righini³

¹ State Key Laboratory of Applied Optics, Changchun Institute of Optics,
Fine Mechanics and Physics, The Chinese Academy of Sciences, Changchun, Jilin 130031, China
² State Key Laboratory of Integrated Optoelectronics, College of Electronic Science
and Engineering, Jilin University, Changchun, Jilin 130022, China
³ IFAC-CNR, Via Panciatichi 64, Firenze, Italy

Abstract Planar optical waveguides were fabricated by copper ion-exchange on BK7 glass substrate. The effective refractive index was measured by prism-coupling technique at the wavelength of 632.8 nm. Refractive index profile was determined by Inverse-WKB method. The results showed that the best fitting to the index profile was improved Gauss function, and the index profile appeared to be a buried waveguide's index profile. The diffused coefficient of copper ion-exchange at 570℃ was obtained as $D_c \approx 1.2133 \times 10^{-14} \text{ m}^2/\text{s}$. At the same time, the BK7 ion-exchanged glass samples were determined by electron microscope scan (EMS) and secondary ion mass spectroscopy (SIMS) measurements, the copper ions concentration in the BK7 glass waveguides' surface was gotten. It could be shown that the BK7 glass planar waveguides were buried waveguides. The fabricated BK7 buried glass was obtained by single step copper ion exchange.

Key words integrated optics; copper ion exchange; single step buried waveguides; BK7 glass

收稿日期: 2003-12-19; 收到修改稿日期: 2004-04-28

基金项目: 中国科学院“百人计划”——“光通信器件研究”项目和国家自然科学基金(批准号: 69977020)资助项目。

作者简介: 王鹏飞(1977—), 男, 吉林通化人, 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所应用光学国家重点实验室硕士, 主要从事集成光学光通信器件研究工作。E-mail: wpf7888@163.com

* 通信联系人。E-mail: summerday@21cn.com

1 引言

掩埋玻璃光波导器件以其低损耗、与单模光纤良好的匹配性以及可以忽略的双折射等特性,在光通信领域得到了广泛的应用^[1]。利用离子交换技术是制备玻璃掩埋光波导的重要手段之一^[2]。

人们在利用 $\text{Ag}^+ - \text{Na}^+$, $\text{K}^+ - \text{Na}^+$ 两步离子交换处理技术制备玻璃掩埋平面及沟道光波导方面进行了大量的研究,并已经取得了许多重要的进展^[3]。利用 Cu 离子交换制备玻璃波导是 20 世纪 90 年代中期才发展起来的新兴离子交换技术,研究表明含有 Cu^+ 离子的玻璃具有较好的非线性光学和蓝绿发光特性^[4]。显然,对这种波导进行深入研究与探索将非常有意义。尽管人们在这一领域开展了一些研究工作,但是目前对利用 Cu 离子交换技术制备掩埋平面波导的研究报道还很少,前苏联的 S. S. Gevorgyan^[5]曾报道在 $350 \sim 550^\circ\text{C}$ 的温度下,通过外加 $20 \sim 80 \text{ V/mm}$ 的电场,在 K8 玻璃基质中, $\text{Cu}^+ - \text{Na}^+$ 离子交换 $5 \sim 10 \text{ min}$ 后在 500°C 退火 $1 \sim 5 \text{ h}$,首次制备了单步掩埋光波导。本文将详细报道利用 Cu 离子交换单步制备 BK7 玻璃平面掩埋光波导的过程及对所制备光波导折射率分布特性以及其他参数的表征结果。

2 实验

实验用 BK7 玻璃的组份为 $w(\text{SiO}_2) = 69.58\%$, $w(\text{Na}_2\text{O}) = 8.44\%$, $w(\text{K}_2\text{O}) = 8.37\%$, $w(\text{B}_2\text{O}_3) = 9.91\%$, $w(\text{BaO}) = 2.54\%$, 其他 1.16% 。在 632.8 nm 波长下,测得玻璃材料基底

折射率为 $n_b = 1.51$ 。将清洗后的 BK7 玻璃衬底浸入 CuSO_4 和 Na_2SO_4 熔融的熔液中(摩尔分数比为 $40:60$),在 570°C 的温度下进行离子交换,交换时间从 $10 \sim 25 \text{ min}$ 不等。离子交换后的实验样品呈浅黄色。由于样品的比重要比溶液的比重小,导致样品不能完全浸入溶液中,样品的两面离子交换的程度也不相同,因此在取出样品的时候,要确定以样品完全浸没的一面为测试面。利用棱镜耦合技术^[6]测量样品的模折射率。实验使用波长为 632.8 nm 的氦氖激光作为光源。由模折射率值,根据反 WKB 公式^[7~9]可以计算出与之相对应的模深度,公式如下

$$\int_0^{x_m} [n^2(x) - N_m^2]^{1/2} dx = \frac{4m+3}{8} \quad (1)$$

$m = 0, 1, 2, \dots, M-1$

其中,模深度 x_m 由 $N_m = n(x_m)$ 定义, M 为模式数。将(1)式写成对相邻 x_{k-1} 到 x_k 积分的和

$$\sum_{k=1}^i \int_{x_{k-1}}^{x_k} [n^2(x) - n_i^2]^{1/2} dx = \frac{4m_i+3}{8} \quad (2)$$

在(2)式中,用 n_i 和 m_i 代替(1)式中的 N_m 和 m

$$n_0 = n(0), n_i = N_{i-1}, m_i = i-1, \\ i = 1, 2, \dots, M$$

假设 $n(x)$ 是与 n_i 的测量值相关的分段线性函数,即

$$n(x) \approx n_k + \frac{n_{k-1} - n_k}{x_k - x_{k-1}}(x_k - x) \quad x_{k-1} \leq x \leq x_k \quad (3)$$

如果取中间值代替 $n(x) + n_i$, 即

$$n(x) + n_i \approx \frac{n_{k-1} + n_k}{2} + n_i \quad x_{k-1} \leq x \leq x_k \quad (4)$$

x_i 的解将是

$$x_i = x_{i-1} + \left[\frac{3}{2} \left(\frac{n_{i-1} + 3n_i}{2} \right)^{-1/2} (n_{i-1} - n_i)^{-1/2} \right] \times \\ \left[\left(\frac{4m_i + 3}{8} \right) - \frac{2}{3} \times \sum_{k=1}^{i-1} \left(\frac{n_{k-1} + n_k}{2} + n_i \right)^{1/2} \left(\frac{x_k - x_{k-1}}{n_{k-1} - n_k} \right) \right] \times \\ [(n_{k-1} - n_k)^{3/2} - (n_k - n_i)^{3/2}], \quad i = 2, 3, \dots, M \quad (5)$$

$$x_1 = \frac{9}{16} \left(\frac{n_0 + 3n_1}{2} \right)^{-1/2} (n_0 - n_1)^{-1/2} \quad (6)$$

如果已知表面折射率 n_0 , x_i 可用(5)和(6)式计算得到,而 $n(x)$ 将由公式(2)决定。然而,通常测量的是有效折射率 N_0, N_1, \dots, N_{M-1} , 并且表面折射率 n_0 是未知的。因为折射率分布通常是一个光滑曲线,所以 n_0 将选择能给出最光滑分布(曲线)的数值。测量、计算结果如表 1 所示。

由表 1 数据可以看出,样品中的 TE 和 TM 模

的有效折射率值相差不大甚至相等,这是由于 Cu^+ 和 Na^+ 离子半径相近(Cu^+ 为 0.096 nm , Na^+ 为 0.095 nm)^[2],离子交换后样品表面的应力较小,故双折射可以忽略不计^[10]。

对 Cu 离子交换 BK7 玻璃光波导样品进行了吸收光谱的测试,如图 1(a), (b)所示。

表 1 632.8 nm 波长下 BK7 玻璃 Cu^+ - Na^+ 交换后有效折射率及模深度Table 1 Effective refractive indices and mode depths of Cu^+ - Na^+ waveguides in BK7 glass at 632.8 nm

Sample	Diffusion time /min	No. of modes	Mode order	Effective index		Mode depth / μm	
				TE	TM	TE	TM
1 [#]	10	3	0	1.5189	1.5190	2.783	2.814
			1	1.5148	1.5150	4.892	4.954
			2	1.5113	1.5113	6.467	6.283
2 [#]	15	4	0	1.5215	1.5215	2.965	2.965
			1	1.5179	1.5180	5.217	5.218
			2	1.5147	1.5148	6.753	6.754
			3	1.5116	1.5116	8.005	8.005
3 [#]	25	4	0	1.5223	1.5224	2.882	2.883
			1	1.5185	1.5185	5.077	5.077
			2	1.5148	1.5148	6.268	6.268
			3	1.5116	1.5116	7.884	7.884

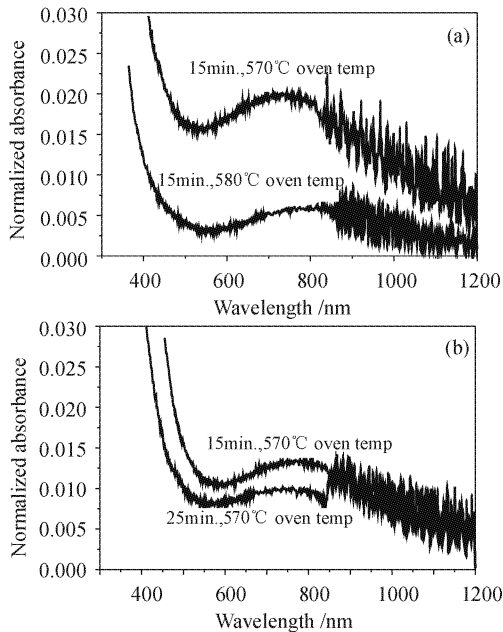
* Exchange oven temperature: $T = 570^\circ\text{C}$ 

图 1 Cu^+ - Na^+ 交换 BK7 玻璃平面光波导的吸收光谱
Fig. 1 Absorption spectrum of Cu^+ - Na^+ exchange BK7 glass waveguide

通过对图 1(a), (b) 吸收光谱图的分析, 发现在 800 nm 波段附近有较宽的吸收带, 这是由玻璃基质中掺杂的 Cu 离子改变了玻璃中的晶体结构, 形成了晶体结构缺陷引起的^[11]。得到了与 Soda-lime 玻璃相反的吸收光谱特性^[12], 随着时间和温度的增加, 吸收峰值减小。这种现象证明玻璃中交换的铜离子的浓度是随着离子交换实验的温度和时间增加而减少的, 即离子交换过程中可能产生了 Cu 离子的反扩散现象。

3 结果与分析

对表 1 中 3[#] 样品的模折射率分布进行函数拟合, 确定 Cu 离子交换 BK7 玻璃光波导中的模折射率分布曲线近似为“改进”的高斯分布, 如图 2 所示。

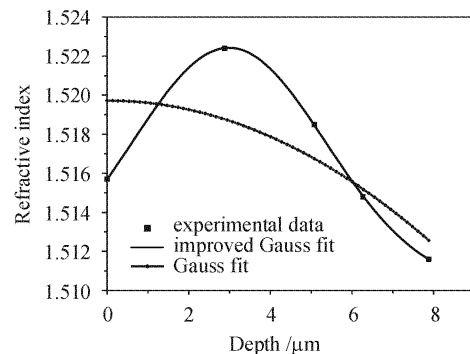


图 2 Cu^+ - Na^+ 交换 BK7 玻璃平面光波导的有效折射率分布曲线

Fig. 2 Normalized BK7 glass waveguide refractive index profile

在拟合结果中, 得到折射率最大值 $n_{\max} = 1.5223$; 表面折射率 $n_s = 1.5158$, 扩散深度 $d = 3.8120$; 根据扩散深度和扩散系数的关系式^[12]

$$d = \sqrt{D_e t} \quad (7)$$

可得扩散系数为 $D_e \approx 1.2133 \times 10^{-14} \text{ m}^2/\text{s}$ 。

由表 1 可以看出, 3[#] 样品比 2[#] 样品离子交换的时间长, 但是模式并未随着交换时间的增加而增多。即离子交换时间的增加波导模式数量没有增加, 都是 4 个模式。这恰恰印证了我们对吸收光谱图 1(a), (b) 的假设。从图 2 可以看出, 折射率分布似乎是一个掩埋波导的折射率分布轮廓, 但是分布

曲线中折射率最大值 n_{\max} 的左侧曲线缺乏有利于推测的实验数据。

为了进一步证明我们得到的是一个掩埋波导的推测,对离子交换过的BK7玻璃样品进行了电子显微镜扫描(EMS)测试,如图3(a),(b)所示。为了得到BK7玻璃波导中Cu元素从玻璃表面到玻璃纵深的浓度分布,由图3(a),十字圆圈表示电镜扫描的起点,横线表示扫描由起点向玻璃波导纵深的轨迹,扫描深度为 $12.9\ \mu\text{m}$ 。在图3(b)中可以看到Na, K, Cu三种元素从扫描起点到终点的浓度分布,其中Cu元素的浓度分布呈现出类似掩埋波导的“波峰”分布。

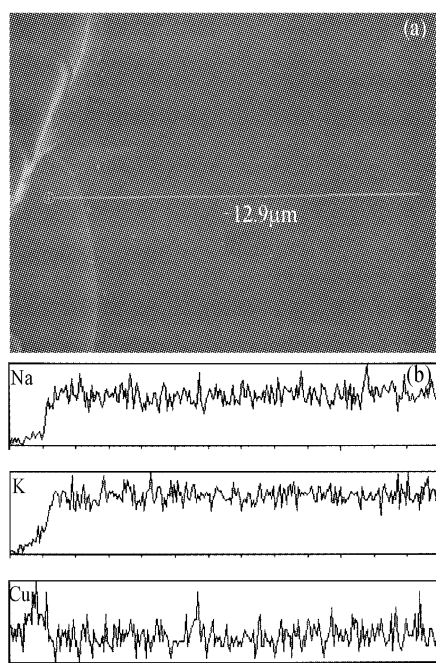


图3 Cu^+-Na^+ 交换BK7玻璃平面光波导的电镜扫描深度示意图(a)和电镜扫描结果(b)

Fig. 3 Schematic diagram of EMS depth (a) and the end of scanning by EM (b)

由于BK7玻璃实验样品的切割断面不平滑,故得出的扫描曲线分布不是特别理想,因此又对样品进行了次级离子质谱(SIMS)测试。由图4可以看出Cu元素在样品表面扩散有一定量的分布,到达表面以下一定深度后,浓度达到最大值。随后随着扩散深度的增加,浓度不断减小。这些都充分表征了我们在实验中利用了BK7玻璃中的Cu离子和K离子的反扩散作用制备了平面掩埋玻璃光波导,有效折射率分布同理论上改进的高斯分布公式相吻合。由于在实验中并未在坩埚外部施加电场辅助离

子交换扩散,离子交换后波导材料也未进行退火处理,从而证明得到了一个“单步”掩埋玻璃光波导。

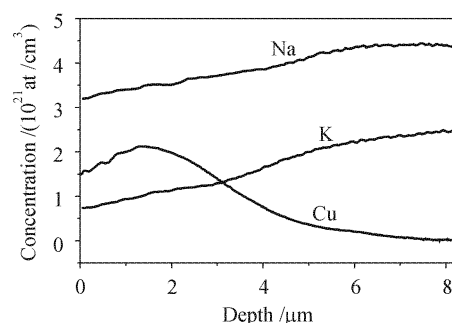


图4 Cu^+-Na^+ 交换BK7玻璃平面光波导的次级离子质谱图

Fig. 4 Cu^+-Na^+ concentration profile of ion-exchanged BK7 glass waveguide

4 结 论

在 570°C 温度下,通过Cu离子交换制备了BK7玻璃平面光波导,用反WKB方法确定了波导的折射率分布。通过对波导折射率分布的计算机拟合,发现BK7玻璃平面光波导的折射率分布近似为“改进”的高斯函数分布,即具有掩埋波导的折射率分布特征。得到波导表面折射率 $n_s = 1.5158$,折射率最大值 $n_{\max} = 1.5223$,扩散厚度 $d = 3.8120$,扩散系数 $D_e \approx 1.2133 \times 10^{-14}\ \text{m}^2/\text{s}$ 。通过测试和比对Sodalime玻璃和BK7玻璃吸收光谱,发现了BK7玻璃吸收光谱的异常表现。为了证明所制备波导是掩埋波导的推测,研究了BK7玻璃波导的质谱和电镜扫描等谱图特性,从而证明所得到的BK7玻璃光波导是一个单步掩埋波导。

参 考 文 献

- 1 R. V. Ramaswamy, R. Srivastava. Ion-exchanged glass waveguides: A review [J]. *J. Lightwave Technol.*, 1988, **6** (6):984~1002
- 2 H. Marquez, D. Salazar, A. Villalobos *et al.*. Experimental study of Cu^+-Na^+ exchanged glass waveguides [J]. *Appl. Opt.*, 1995, **34**(25):5817~5822
- 3 Shen Rong-gui, G. C. Righini. Glass waveguide and the double ion-exchange process [J]. *Acta Optica Sinica*, 1991, **11** (6): 558~563
沈荣桂, G. C. Righini. 玻璃波导及两次离子交换法[J]. *光学学报*, 1991, **11** (6):558~563
- 4 R. Debnath. On the excitation of the ^3E luminescent state of Cu^+ ions in glass [J]. *J. Lumin.*, 1989, **43**:375~377
- 5 S. S. Gevorgyan. Single-step buried waveguides in glass by field-assisted copper ion-exchange [J]. *Electron. Lett.*, 1990, **26**(1):38~39
- 6 R. Ulrich, R. Torge. Measurement of thin film parameters with a prism coupler [J]. *Appl. Opt.*, 1973, **12**(12):2901~

- 2908
- 7 J. M. Write, P. F. Heidrich. Optical waveguide refractive index profiles determined from measurement of mode indices: A simple analysis [J]. *Appl. Opt.*, 1976, **15**(1):151~155
- 8 K. S. Chiang. Construction of refractive-index profiles of planar dielectric waveguides from the distribution of effective indexes [J]. *J. Lightwave Technol.*, 1985, **LT-3**(2):385~391
- 9 P. Hertel, H. P. Menzler. Improved inverse WKB procedure to reconstruct refractive index profiles of dielectric planar waveguides [J]. *Appl. Phys. B*, 1997, **44**:75~80
- 10 F. Gonella, F. Caccavale, A. Quaranta *et al.*. Copper-doped ion-exchanged waveguide characterization [J]. *J. Mod. Opt.*, 1998, **45**(4):837~845
- 11 H. M. Garfinkel. Ion-exchange equilibria between glass and molten salts [J]. *J. Phys. Chem.*, 1968, **72**:4175~4182
- 12 Wang Pengfei, Zheng Jie, G. C. Righini. Fabricate in Cu⁺-Na⁺ ion-exchange glass waveguide with index profile of Gauss [J]. *Chinese J. Lasers*, 2004, **31**(1):37~40
王鹏飞,郑杰,G. C. Righini. 高斯折射率分布 Cu⁺-Na⁺ 离子交换玻璃波导的制备[J]. *中国激光*, 2004, **31**(1):37~40

《中国激光》关键词推荐表

为了使作者在撰写论文时更准确地选择第一关键词,本刊特推荐以下学科名称,供作者选用:

大气与海洋光学(atmospheric and ocean optics)
 衍射与光栅(diffraction and gratings)
 光纤光学(fiber optics)
 光通信(optical communication)
 傅里叶光学与光信号处理(fourier optics and optical signal processing)
 几何光学(geometrical optics)
 导波光学(集成光学)(guided wave optics(integrated optics))
 全息(holography)
 图像处理(image processing)
 成像系统(imaging systems)
 仪器,测量与计量(instrumentation, measurement and metrology)
 激光器(lasers)
 激光物理(laser physics)
 激光技术(laser technique)
 激光光学(laser optics)
 材料(materials)
 医用光学与生物技术(medical optics and biotechnology)
 显微(microscopy)
 非线性光学(nonlinear optics)
 光数据存储(optical data storage)
 光学设计与制造(optical design and fabrication)
 光学器件(optical devices)
 光电子学(optoelectronics)
 量子光学(quantum optics)
 遥感(remote sensing)
 散射(scattering)
 光谱学(spectroscopy)
 薄膜(thin films)
 超快光学(ultrafast optics)
 X射线光学(X-ray optics)