

文章编号: 0258-7025(2004)Supplement-0249-03

# 微细孔隙聚合物光波导技术的研究

朱大庆, 杨振宇, 金曦, 刘拥军, 韩晓星

(华中科技大学激光研究院 激光技术国家重点实验室, 湖北 武汉 430074)

**摘要** 采用纳米相位分离技术,通过四氢呋喃(THF)同时溶解两种互不相溶的聚合物材料聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA)和聚苯乙烯(PS),并充分混合。在旋涂成膜后,用环己烷溶解薄膜中的PS,将其从薄膜中分离出来,从而得到带有特定孔隙的PMMA聚合物薄膜。从实验上研究了不同孔隙率下含有微细孔隙的PMMA薄膜波导的折射率和光传输损耗(632.8 nm),并与无孔隙的PMMA薄膜波导的结果进行了比较。

**关键词** 光波导; 聚合物; 微细孔隙

中图分类号 TN252

文献标识码 A

## Study on the Technology for Micro-Porus Polymer Waveguide

ZHU Da-qing, YANG Zhen-yu, JIN Xi, LIU Yong-jun, HAN Xiao-xing

(State Key Laboratory of Laser Technology, Huazhong University of Science and Tech., Wuhan, Hubei 430074, China)

**Abstract** The micro-porus PMMA film was made by removing the PS phase with cyclohexane from the mixture of PS and PMMA which were dissolved with THF. The microstructure and the refractive index of the film and the light loss (632.8 nm) in the film were studied.

**Key words** waveguide; polymer; micro-porus

## 1 引言

集成光波导器件以其体积小、结构紧凑坚固、抗干扰能力强、可靠性高等优点得到广泛的重视。制作光波导的关键之一是材料折射率的调节,需要有不同折射率的材料构成波导结构。目前是采用不同的材料或通过掺杂的方法得到不同的折射率。由于材料和工艺的限制,折射率调节的范围有限。S. Waiheim 等采用纳米孔隙方法调节增透膜折射率,使 PMMA 膜的等效折射率可从 1.14 至 PMMA 本身折射率 1.5 左右变化<sup>[1]</sup>。本文采用在聚合物材料中产生微细孔隙的方法来调节材料的折射率,可以不受材料限制,得到比较大的折射率调节范围。

## 2 微细孔隙薄膜波导的制作

### 2.1 材料

使用的两种聚合物材料分别是 PS (聚苯乙烯,摩尔质量为  $M_w=10.3 \text{ kg/mol}$ )和 PMMA(聚甲基丙烯酸甲酯,摩尔质量为  $M_w=10.6 \text{ kg/mol}$ )。需要的两种溶剂分别是 THF(四氢呋喃)和 cyclohexane (环

己烷),其中,THF既可以溶解PS又可以溶解PMMA,而环己烷只能溶解PS。

### 2.2 微细孔隙聚合物膜的制备

将PS和PMMA共同溶于四氢呋喃中。用丙酮和酒精清洗好硅基片,并进行烘烤。然后在硅片上倒入聚合物溶液进行旋涂成膜,将镀好的膜放在120℃温度下烘烤30min左右,得到由PS(作为嵌入相)和PMMA(作为本体相)构成的高分子薄膜。把得到的薄膜放在环己烷中浸泡以去掉部分PS,得到含微细孔隙的聚合物薄膜。

## 3 测量结果与分析

使用精度为  $10^{-3} \text{ g}$  的光学天平称重,用METRICON薄膜测试仪进行薄膜厚度、折射率和传输损耗的测量。本文采用的PS和PMMA的密度分别是  $1.0894 \text{ g/cm}^3$  和  $1.1808 \text{ g/cm}^3$ ,折射率分别是 1.5615 和 1.4663。通过孔隙的调节,PMMA薄膜的折射率可以调到 1.35 以下<sup>[2]</sup>。具体的方法和数据可参见文献[2]。

基金项目: 国家自然科学基金(60107001)资助课题。

作者简介: 朱大庆(1966-),男,华中科技大学副教授,博士,主要从事光电子方面的研究。E-mail: zhenex@mail.hust.edu.cn

图1为薄膜表面的微观形貌(PS:PMMA 体积比 1:2,放大 400 倍)。(a)为去掉 PS 前的照片,(b)为去掉 PS 之后的照片。从图可以看出,由于 PS 少于 PMMA,PMMA 为连续相,PS 为几乎孤立的相。此外,在去掉 PS 之前,PS 要突出些,这是由于 THF 对 PS 和 PMMA 的溶解度不同以及二者与 SiO<sub>2</sub> 基底之间的附着性能不同<sup>[3]</sup>。

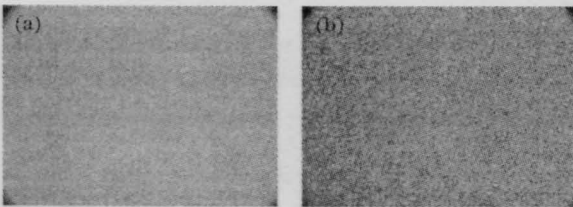


图1 微细孔隙薄膜的微观结构,放大 400×

(a) 去 PS 之前; (b) 去 PS 之后

Fig.1 Microstructure of the micro-porus film, 400×

(a) before removing of PS; (b) after removing of PS

图中显示,孔隙大小在微米量级,不能满足制作波导的要求。为了得到比较小尺寸的孔隙,我们制作了 PS:PMMA=1:4 和 1:9 的薄膜,并用原子力显微镜进行了测量,结果见图 2 和图 3。

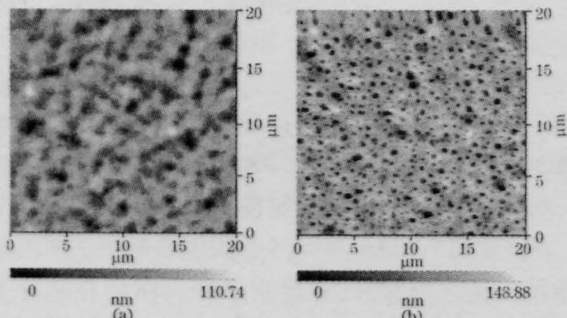


图2 原子力显微镜(AFM)图片,PS:PMMA=1:4

(a) 去 PS 之前; (b) 去 PS 之后

Fig.2 AFM picture of the micro-porus film with

PS:PMMA=1:4

(a) before removing of PS; (b) after removing of PS

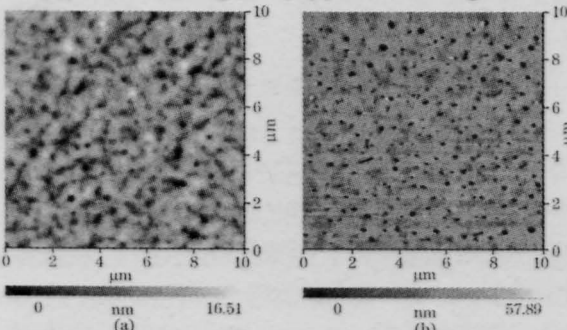


图3 原子力显微镜(AFM)图片,PS:PMMA=1:9

(a) 去 PS 之前; (b) 去 PS 之后

Fig.3 AFM picture of the micro-porus film with

PS:PMMA=1:9

(a) before removing of PS; (b) after removing of PS

图2为 PS:PMMA=1:4 的照片。去掉 PS 前后表面高低最大为 110.74 nm 和 148.88 nm。去掉 PS 后最大孔隙尺寸小于 1 μm。薄膜厚度约 0.8 μm,可以看出只有上面约 30 多微米的 PS 被溶掉。由于 PS 的折射率比 PMMA 大,因此薄膜的等效折射率可能比 PMMA 本身的折射率大。在现在的情况下,去 PS 前后薄膜的等效折射率分别为 1.486 和 1.466。因此,如果要求薄膜的等效折射率比原材料小,作为嵌入相的材料折射率应该比本体相材料的折射率小。

图3为 PS:PMMA=1:9 的照片。去掉 PS 前后表面高低最大为 16.57 nm 和 57.89 nm。去掉 PS 后最大孔隙尺寸约为 0.3 μm。薄膜厚度约 0.87 μm,去 PS 前后等效折射率分别为 1.476 和 1.458。

由图1至图3可以得出,在降低 PS 比例后,孔隙尺寸减小。但降低嵌入相的比例,又使得孔隙的调节范围减小<sup>[4]</sup>。因此使用低折射率的嵌入相材料有利于薄膜折射率的调节。

作为制作光波导的薄膜材料,除了折射率外,在特定波段的损耗也是非常重要的指标。通过 SiO<sub>2</sub> 基底旋涂 PMMA 或微细孔隙的 PMMA 薄膜,构成平板波导,测量了单纯 PMMA 和微细孔隙结构的 PMMA 薄膜波导在 632.8 nm 波段的传输损耗,微细孔隙薄膜的 PS:PMMA 分别为 1:9 和 1:4。这三者的损耗分别为:3 dB/cm,7.6 dB/cm 和 11 dB/cm,纯 PMMA 薄膜厚度约 1 μm,孔隙薄膜厚度均为 0.8 μm 左右。

在孔隙比较大时,孔隙引起的额外损耗很大。孔隙尺寸为微米量级时,微细孔隙薄膜的额外损耗有 8 dB/cm。孔隙尺寸小于 0.3 μm 时,微细孔隙薄膜的额外损耗为 4.6 dB/cm,虽然大大降低,但仍然是比较大的。其原因在于,除了薄膜内部孔隙对光的散射外,在本文的平板波导中,上表面直接与空气接触,折射率差很大,达到 35%,这时很小的不平整也会引起较大的散射损耗。在一般的波导结构中,上包层材料与芯层材料的折射率差小于 1%。这时,由芯层上表面不平整引起的散射损耗将大大降低,微细孔隙薄膜的额外损耗也将比 4.6 dB/cm 小很多。尽管如此,由于孔隙尺寸在 0.3 μm 时引起的散射损耗仍然可能是比较可观的,降低孔隙尺寸是很重要的。前面已表明减少嵌入相当配比可在一定程度上减小孔隙尺寸,但受到孔隙调节范围的限制。文献[1]中提到采用分子量小的聚合物可以减小孔隙尺寸,因此,在其它性能满足要求的情况下,应尽

量采用分子量小的聚合物制作孔隙薄膜。

## 4 结 论

通过相位分离技术,在 PMMA 薄膜上产生微细孔隙,以调节薄膜的折射率。实验制作了带有特定孔隙的 PMMA 聚合物薄膜,孔隙的尺寸可小于  $0.3\ \mu\text{m}$ 。测量了薄膜波导的损耗,孔隙薄膜比纯 PMMA 薄膜的损耗大  $4.6\ \text{dB/cm}$ 。分析了损耗较大的原因,并提出了解决方法,有待进一步的研究。

## 参 考 文 献

- 1 S. Waiheim, E. Schaffer, J. Mlynek *et al.*. Nanophase-separated polymer films as high performance antireflection coating [J]. *Science*, 1999, **283**:520-522
- 2 Liu Yongjun, Zhu Daqing, Yang Zhenyu *et al.*. Model of effective index of nano-porus film of polymer and the FDTD approaching[J]. *Natural Science Review*, 2003, **13**(12),:1301-1305  
刘拥军,朱大庆,杨振宇等. 纳米孔隙聚合物光波导薄膜等效折射率模型和实验验证[J]. *自然科学进展*, 2003, **13**(12),:1301-1305
- 3 S. Walheim, M. Botlau, J. Mlynek *et al.*. Structure formation via polymer demixing in spin-cast films[J]. *Macromolecules*, 1997, **30**: 4995-5003