

掺杂 $\text{LiYF}_4:\text{Er}, \text{Yb}$ 纳米晶的聚合物平面光波导放大器

陈 曦 王天娇 刘树森 李 然 秦冠仕 秦伟平 王 菲* 张大明

(吉林大学电子科学与工程学院集成光电子学国家重点联合实验室吉林大学实验区,
吉林省光通信用聚合物波导器件工程实验室, 吉林 长春 130012)

摘要 采用高温热分解法合成了粒径约为 10 nm 的 $\text{LiYF}_4:\text{Er}, \text{Yb}$ 纳米晶, 将其掺杂入 SU-8 聚合物作为光波导放大器的有源层。以 SiO_2 作为下包层, P(MMA-GMA) 聚合物作为上包层, 制备了 $\text{LiYF}_4:\text{Er}, \text{Yb}$ 纳米晶掺杂 SU-8 聚合物平面光波导放大器。当 980 nm 波长抽运光功率为 180 mW 时, 在 1535 nm 波长处获得了 2.3 dB/cm 的相对增益率。

关键词 光学器件; 光波导放大器; $\text{LiYF}_4:\text{Er}, \text{Yb}$ 纳米晶; 聚合物; 相对增益

中图分类号 TN256 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/CJL201441.0206001

Polymer Planar Waveguide Amplifier Doped with $\text{LiYF}_4:\text{Er}, \text{Yb}$ Nanocrystals

Chen Xi Wang Tianjiao Liu Shusen Li Ran Qin Guanshi Qin Weiping
Wang Fei Zhang Daming

(State Key Laboratory on Integrated Optoelectronics,

Jilin Provincial Engineering Laboratory on Polymer Planar Lightwave Circuits,

College of Electronic Science and Engineering, Jilin University, Changchun, Jilin 130012, China)

Abstract With the method of high-temperature thermal decomposition, $\text{LiYF}_4:\text{Er}, \text{Yb}$ nanocrystals with an average diameter of about 10 nm are synthesized, which are doped into SU-8 and used as the active layer of the waveguide amplifier. The waveguide amplifier based on SU-8 doped with $\text{LiYF}_4:\text{Er}, \text{Yb}$ nanocrystals is fabricated by using SiO_2 as an upper cladding and P(MMA-GMA) as a lower cladding. For an input signal power of about 0.05 mW and a 980 nm pump power of about 180 mW, a relative optical gain of about 2.3 dB/cm at 1535 nm is achieved in polymer waveguide doped with $\text{LiYF}_4:\text{Er}, \text{Yb}$ nanocrystals.

Key words optical devices; waveguide amplifier; $\text{LiYF}_4:\text{Er}, \text{Yb}$ nanocrystals; polymer; relative gain

OCIS codes 250.4480; 130.5460; 160.5690

1 引 言

稀土离子掺杂的光波导放大器是继半导体光放大器、光纤放大器之后又一具有良好应用前景的光放大器^[1-2]。按照掺杂稀土离子的不同, 分为掺铈光波导放大器, 其中心工作波长为 1.06 μm ; 掺铈光

波导放大器, 其中心工作波长为 0.61 μm ; 掺铟光波导放大器(EDWA)和 Er/Yb 共掺光波导放大器, 其中心工作波长为 1.55 μm 等^[3-6]。由于石英光纤在 1.53 μm 处具有较小的损耗和色散, 所以中心波长在 1.55 μm 的掺铟光波导放大器成为人们研究的

收稿日期: 2013-08-14; **收到修改稿日期**: 2013-09-12

基金项目: 国家自然科学基金(61177027, 61107019, 61261130586, 11274139, 51072065, 61077033)、吉林省科技发展计划(20110315)、吉林省青年科研基金(20100174)、集成光电子学国家重点联合实验室自主课题(IOSKL2012ZZ06)、吉林大学大学生创新创业训练计划(2012A51136)

作者简介: 陈 曦(1988-), 男, 硕士研究生, 主要从事聚合物平面光波导放大器方面的研究。E-mail: cooljayxiaoxi@qq.com

导师简介: 张大明(1970-), 男, 博士, 教授, 博士生导师, 主要从事高速光电子器件、有机光子器件及其集成技术等方面的研究。E-mail: zhangdm@jlu.edu.cn

* **通信联系人**。E-mail: wang_fei@jlu.edu.cn

热点。掺铒光波导放大器可以和调制器、光开关、阵列波导光栅、隔离器等器件集成在一起,补偿光传输过程中的损耗^[7-8]。稀土离子掺杂的有机聚合物光波导放大器,相对于无机光波导放大器主要解决了折射率改变量小、工艺复杂、难于与硅基材料集成等问题。有机聚合物光波导放大器制备工艺简单,在室温下通过旋涂和光刻等工艺就可以制作出性能良好的器件,并且很容易调节聚合物材料的折射率,制作的器件尺寸较小,质量较轻,在制作高密度集成器件方面具有独特的优势,前景良好^[9-13]。2004年,Wong等^[14]用电子束写入技术,制备了Er³⁺-Yb³⁺共掺的SU-8 2000光波导放大器,在18 mm长的多模波导(50 μm × 10 μm)通道中获得13 dB的小信号相对增益。2006年,Le Quang等^[15]制成了可获得1.34 dB净增益的聚合物波导放大器。2009年,Chen等^[16]合成了一种可溶于环戊酮溶剂的配合物材料,并用该配合物设计了一种嵌入型波导结构的光波导放大器,在工作波长1550 nm条件下,获得了6.6 dB的相对增益。2010年,Lei等^[17]合成了油酸包覆的铒镱共掺NaYF₄纳米晶,将其掺入KMPR制成波导。在工作波长为1535 nm,抽运光功率为150 mW时,在1.6 cm长的器件上获得了7.5 dB的相对增益。

本文合成了一种LiYF₄:Er,Yb纳米晶,由于纳米晶粒径较小(约10 nm),使其在聚合物中具有良好的分散性,同时LiYF₄:Er,Yb纳米晶^[18-19]在1550 nm处具有很高的发光效率,将其掺入SU-8聚合物中作为光波导放大器的有源层,将有效提高光波导放大器的相对增益。采用光刻显影工艺,制备了基于LiYF₄:Er,Yb纳米晶掺杂SU-8聚合物的矩形结构光波导放大器,以SiO₂作为下包层,P(MMA-GMA)作为上包层,并对器件性能进行了测试分析。

2 铒镱共掺光波导放大器的工作原理

铒镱共掺光波导放大器的信号放大作用是利用光波导中掺入的铒、镱离子在抽运光作用下的受激辐射来实现的^[20]。图1为铒镱共掺系统的能级跃迁简图。基态能级²F_{7/2}上的镱离子在980 nm抽运光的作用下,受激吸收跃迁至能级²F_{5/2}上。因为原子间隔较近,镱离子上的能量将被传递给其附近的铒离子,使其从基态能级⁴I_{15/2}跃迁至激发态能级⁴I_{11/2}。铒离子在激发态能级⁴I_{11/2}上寿命较短,所以会快速非辐射跃迁至亚稳态能级⁴I_{13/2}上,并停留

较长时间,当抽运光功率大于阈值功率时,Er³⁺离子的基态和亚稳态能级粒子数发生反转。如果此时受到外界1550 nm信号的激发,铒离子就会产生受激发射,从亚稳态能级⁴I_{13/2}向基态能级⁴I_{15/2}跃迁,产生与信号光同频率、同相位的光子,实现对信号光功率的放大。

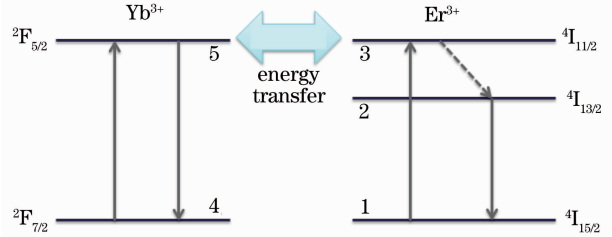


图1 铒镱共掺系统能级跃迁简图

Fig. 1 Energy level transitions for Er-Yb co-doped system

3 LiYF₄:Er,Yb 纳米晶的制备

LiYF₄:2%Er, 18%Yb(离子数分数)纳米晶是通过高温热分解法合成的。将1 mmol的YCl₃·6H₂O, YbCl₃·6H₂O,ErCl₃·6H₂O按照0.8:0.18:0.2的质量比例加入十八烯和油酸的溶液中,在150 °C下搅拌成稀土盐溶液,溶解后冷却到室温。将2.5 mmol的LiOH和6 mmol的NH₄F溶解到甲烷中,缓慢滴加到溶有稀土盐的有机溶液中,在90 °C下抽真空。待甲醇完全除去后,将体系在氩气气氛的保护下升温到290 °C,保持1 h,冷却到室温后即得到溶有LiYF₄:2%Er, 18%Yb纳米晶的有机溶液。最后通过离心等方法即可得到纯净的纳米晶。对制备出的LiYF₄:Er,Yb纳米晶使用透射电子显微镜(TEM)测试其形貌,图2为在60000倍显微镜下观察到的纳米晶形貌,图中显示,合成的纳米晶分布均匀,粒径约为10 nm。对制备的材料样品进行X射线衍射(XRD)测试,与标准卡(JCPDS card 81-2254)对比,如图3所示,可以证实材料为LiYF₄。图4为

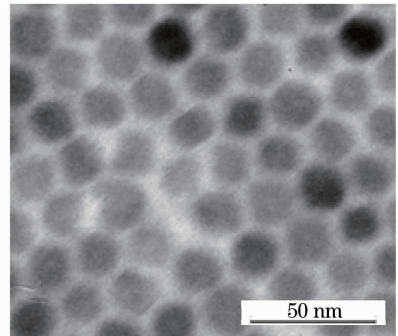


图2 LiYF₄:Er,Yb纳米晶的TEM照片

Fig. 2 TEM image of LiYF₄:Er,Yb nanocrystals

$\text{LiYF}_4:\text{Er},\text{Yb}$ 纳米晶在 980 nm 波长抽运光激发的发射谱,图中显示, $\text{LiYF}_4:\text{Er},\text{Yb}$ 纳米晶在 1.49 μm 和 1.53 μm 附近有两个发射峰,利用该材料在 1.53 μm 处有较强光致发光的性质,将其作为增益介质掺入聚合物材料中制备了 C 波段的聚合物光波导放大器。

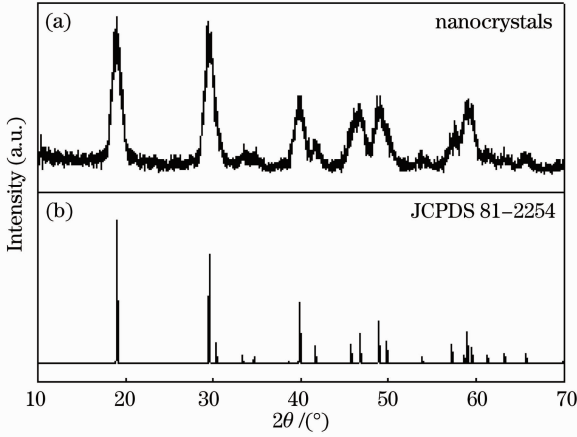


图 3 $\text{LiYF}_4:\text{Er},\text{Yb}$ 纳米晶的 XRD 图谱

Fig. 3 XRD spectrum of $\text{LiYF}_4:\text{Er},\text{Yb}$ nanocrystals

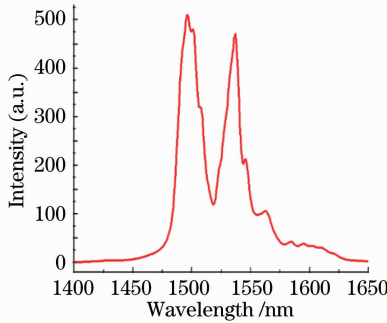


图 4 980 nm 抽运光激发下 $\text{LiYF}_4:\text{Er},\text{Yb}$ 纳米晶的发射谱

Fig. 4 Emission spectrum of $\text{LiYF}_4:\text{Er},\text{Yb}$ nanocrystals excited under 980 nm pumping light

4 聚合物光波导放大器的制备

将 0.047 g $\text{LiYF}_4:\text{Er},\text{Yb}$ 纳米晶用 2.1 g 氯仿溶解,超声搅拌 3 h。然后将其掺入 SU-8 2005 型紫外固化胶中,纳米晶在聚合物中的质量比为 0.27%,避光超声 1 h,用于制备聚合物光波导放大器。

聚合物光波导放大器的工艺制备流程如图 5 所示:1)依次使用丙酮、乙醇擦拭 SiO_2 衬底表面,再用去离子水冲洗;2)在表面长有 SiO_2 的 Si 衬底上旋涂 $\text{LiYF}_4:\text{Er},\text{Yb}$ 纳米晶掺杂 SU-8 芯层材料;3)光刻,显影后再进行热固化;4)旋涂 P(MMA-GMA) 上包层并固化,待完全交联后,自然降温。图 6 为旋涂上包层后波导端面的显微镜照片,图中显示,波导高度为 5 μm ,宽度为 8 μm 。

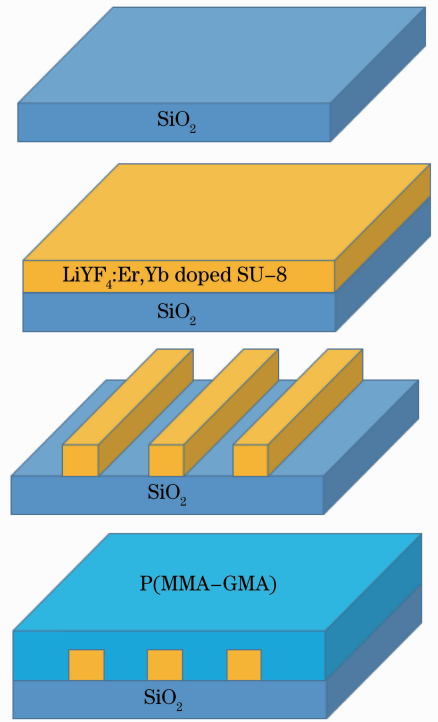


图 5 聚合物光波导放大器制备工艺流程

Fig. 5 Fabrication process for polymer waveguide amplifier

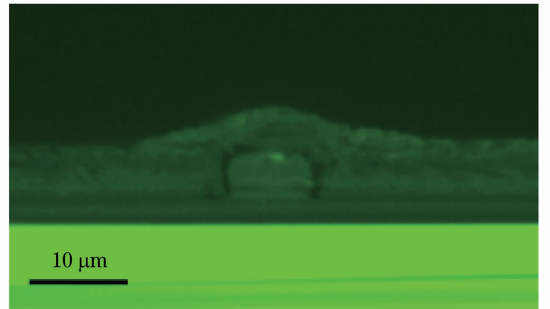


图 6 旋涂上包层后波导端面的显微镜照片

Fig. 6 Microphotograph of cross section of the polymer waveguide after spin-coated cladding

5 器件性能测试及分析

将制备完成的 $\text{LiYF}_4:\text{Er},\text{Yb}$ 纳米晶掺杂 SU-8 光波导放大器使用划片机进行解理,采用光波导耦合测试系统对制备完成的器件进行测试。图 7 为光波

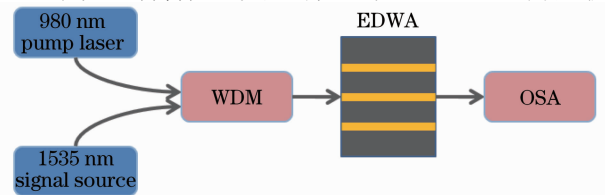


图 7 光波导放大器增益测试系统

Fig. 7 Experimental setup for the optical gain of waveguide amplifier

导耦合测试系统结构示意图,将980 nm抽运激光和1535 nm 信号光(Santec TSL-210 可调谐激光器,波长调谐范围 1510~1590 nm)通过 980 nm/1550 nm 单模波分复用器(WDM)耦合至聚合物光波导放大器中,输出信号光由光纤耦合进光谱分析仪(OSA, ANDO AQ-6315A)中,测试信号光的输出光谱。在未加 980 nm 抽运光时,测得器件的插入损耗为

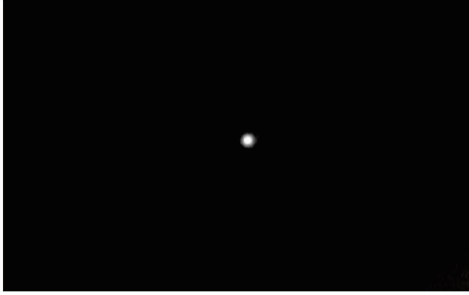


图 8 聚合物光波导放大器的近红外输出光斑

Fig. 8 Near-infrared output signal of polymer waveguide amplifier

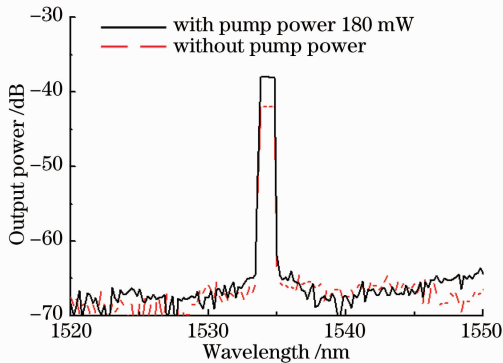


图 9 980 nm 抽运光功率为 0 和 180 mW 时聚合物光波导放大器的输出光谱

Fig. 9 Output spectra of polymer waveguide amplifier with pumping power of 0 and 180 mW at 980 nm

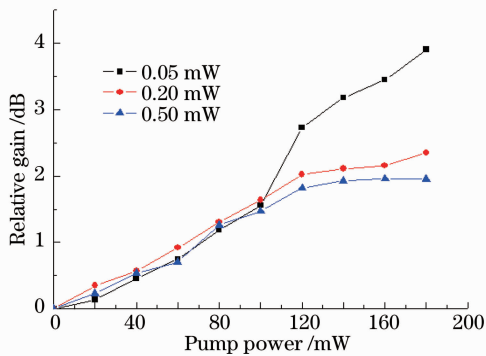


图 10 不同信号光功率下聚合物光波导放大器的相对增益随抽运光功率变化曲线

Fig. 10 Relative gain curves of polymer waveguide amplifier with the pumping power under different signal powers

21 dB。图 8 为信号光波长为 1535 nm,功率为 0.05 mW 下时测得的近红外输出光斑。图 9 为 980 nm 抽运光功率为 0 和 180 mW 时,聚合物光波导放大器的输出光谱。图 10 为 LiYF₄:Er,Yb 纳米晶掺杂 SU-8 聚合物光波导放大器在信号光波长为 1535 nm,功率分别为 0.05、0.2、0.5 mW 时相对增益随抽运光功率变化的曲线。图中显示,当 980 nm 波长抽运光功率为 180 mW 时,长度为 1.7 cm 的 LiYF₄:Er,Yb 纳米晶掺杂 SU-8 聚合物平面光波导放大器的相对增益随信号光功率的增加而减小,在信号光功率为 0.05 mW 时,最大相对增益约为 3.9 dB。

6 结 论

合成了一种 LiYF₄:Er,Yb 纳米晶材料,对纳米晶的粒径和近红外发射谱进行了测试,测试结果表明这种材料在 1.53 μm 具有较强的发射,适合作为光波导放大器的有源材料。以表面长有 SiO₂ 的 Si 为衬底,P(MMA-GMA)作为上包层,LiYF₄:Er,Yb 纳米晶作为增益介质,将其掺入 SU-8 聚合物作为芯层材料,制作了聚合物平面光波导放大器。当 980 nm 波长抽运光功率为 180 mW 时,在长度为 1.7 cm 的光波导放大器上,对波长为 1535 nm 的信号光,在信号光功率为 0.05 mW 时获得了 2.3 dB/cm 的相对增益率。

参 考 文 献

- Li Tong. Optimal Design and Preparation of Er³⁺-Yb³⁺ Co-Doped Polymeric Planar Optical Waveguide Amplifiers [D]. Changchun: Jilin University, 2009.
李 彤. 钇铽共掺聚合物平面光波导放大器的研究[D]. 长春: 吉林大学, 2009.
- Zhai Xuesong, Li Jie, Liu Shusen, *et al.*. Enhancement of 1.53 μm emission band in NaYF₄:Er³⁺, Yb³⁺, Ce³⁺ nanocrystals for polymer-based optical waveguide amplifiers[J]. Optical Materials Express, 2013, 3(2): 270-277.
- K Hattori, T Kitagawa, M Oguma, *et al.*. Erbium-doped silica-based waveguide amplifier integrated with a 980/1530 nm WDM coupler[J]. Electron Lett, 1994, 30(11): 856-857.
- Zhang Dan, Liu Ke, Zhang Daming, *et al.*. Optical gain and upconversion in Er³⁺-Yb³⁺ co-doped phosphate glass waveguide amplifiers[J]. J Semiconductors, 2006, 27(10): 1857-1860.
张 丹, 刘 克, 张大明, 等. 钇铽共掺磷酸盐玻璃波导放大器及上转换性质[J]. 半导体学报, 2006, 27(10): 1857-1860.
- Di Pasquale F, Federighi M. Improved gain characteristics in high-concentration Er³⁺/Yb³⁺ codoped glass waveguide amplifiers[J]. IEEE J Quantum Electron, 1994, 30(9): 2127-2131.
- Zhang Dan, Wang Zhaoming, Wang Yanshuang, *et al.*. Fabrication of LaF₃:Er,Yb nanoparticle doped organic-inorganic hybrid material waveguide amplifier and its properties[J]. Acta Physica Sinica, 2009, 58(3): 1675-1678.
张 丹, 王兆明, 王艳双, 等. LaF₃:Er,Yb 纳米颗粒掺杂有机/无机杂化材料制备光波导放大器及特性研究[J]. 物理学报,

- 2009, 58(3): 1675–1678.
- 7 Liu Tianji, Li Tong, Chen Cong, *et al.*. Investigation of the characteristics of oleic modified $\text{LaF}_3:\text{Er}, \text{Yb}$ nanoparticle and fabrication of inorganic-organic hybrid waveguide amplifier[J]. Chinese J Luminescence, 2010, 31(6): 899–903.
刘天际, 李彤, 陈聪, 等. 油酸修饰的 $\text{LaF}_3:\text{Er}, \text{Yb}$ 纳米颗粒的光学特性及有机-无机复合型光波导放大器[J]. 发光学报, 2010, 31(6): 899–903.
 - 8 J Yang, M B J Diemeer, D Geskus, *et al.*. Neodymium-complex-doped photodefined polymer channel waveguide amplifiers[J]. Opt Lett, 2009, 34(4): 473–475.
 - 9 Y C Yan, A J Faber, H W De, *et al.*. Erbium-doped phosphate glass waveguide on silicon with 4.1 dB/cm gain at 1.535 μm [J]. Appl Phys Lett, 1997, 71(20): 2922–2924.
 - 10 Kik P G, Polman A. Erbium-doped optical-waveguide amplifiers on silicon[J]. MRS Bulletin, 1998, 23(4): 48–54.
 - 11 Meng Jie, Cao Zijian, Jin Lin, *et al.*. Plasma etching technology for polymer optical waveguide fabrication[J]. Acta Photonica Sinica, 2011, 40(1): 7–10.
孟杰, 曹子谏, 靳琳, 等. 聚合物光波导的等离子体刻蚀工艺研究[J]. 光子学报, 2011, 40(1): 7–10.
 - 12 Han Chao, Yue Yuanbin, Zhao Shimin, *et al.*. Design and fabrication of 650 nm arrayed waveguide grating[J]. Acta Optica Sinica, 2013, 33(3): 0323002.
韩超, 岳远斌, 赵世民, 等. 650 nm 阵列波导光栅波分复用器的设计与制备[J]. 光学学报, 2013, 33(3): 0323002.
 - 13 Yue Yuanbin, Wang Xibin, Sun Jian, *et al.*. Application of ultraviolet photo-resist in polymeric quasi-rectangle electro-optical waveguide[J]. Acta Optica Sinica, 2012, 32(12): 1225001.
岳远斌, 王希斌, 孙健, 等. 紫外胶在聚合物准矩形电光波导中的应用[J]. 光学学报, 2012, 32(12): 1225001.
 - 14 Wong W H, Pun E Y B, Chan K S. $\text{Er}^{3+}-\text{Yb}^{3+}$ codoped polymeric optical waveguide amplifiers[J]. Appl Phys Lett, 2004, 84(2): 176–178.
 - 15 Le Quang A Q, Hierle R, Zyss J, *et al.*. Demonstration of net gain at 1550 nm in an erbium-doped polymer single mode rib waveguide[J]. Appl Phys Lett, 2006, 89(14): 141124.
 - 16 Chen Cong, Zhang Dan, Li Tong, *et al.*. Erbium-ytterbium codoped waveguide amplifier fabricated with solution-processable complex[J]. Appl Phys Lett, 2009, 94(4): 041119.
 - 17 Lei K L, Chow C F, Tsang K C, *et al.*. Long aliphatic chain coated rare-earth nanocrystal as polymer-based optical waveguide amplifiers[J]. J Materials Chemistry, 2010, 20(35): 7526–7529.
 - 18 Chen G, Ohulchanskyy T Y, Kachynski A, *et al.*. Intense visible and near-infrared upconversion photoluminescence in colloidal $\text{LiYF}_4:\text{Er}^{3+}$ nanocrystals under excitation at 1490 nm[J]. ACS Nano, 2011, 5(6): 4981–4986.
 - 19 Wang J, Wang F, Xu J, *et al.*. Lanthanide-doped LiYF_4 nanoparticles: Synthesis and multicolor upconversion tuning[J]. Comptes Rendus Chimie, 2010, 13(6): 731–736.
 - 20 Zhang D, Chen C, Wang F, *et al.*. Optical gain and upconversion luminescence in $\text{LaF}_3:\text{Er}, \text{Yb}$ nanoparticles-doped organic-inorganic hybrid materials waveguide amplifier[J]. Appl Phys B, 2010, 98(4): 791–795.

栏目编辑：韩峰