

离子交换法中熔盐成分与 波导参数的关系

阮丽真 徐敬舆 吴惠珍 陈益新
(上海交通大学应用物理系)

提 要

本文用 $\text{AgNO}_3 + \text{NaNO}_3$ 混合熔盐的离子交换法制作了多模掩埋玻璃波导, 采用 White 法和扫描电镜的背向散射谱研究了 AgNO_3 浓度对波导参数的影响。提出了一种制作与多模光纤有较佳匹配的波导结构的方案。

关键词: 波导参数; 离子交换技术; 熔盐; 模场。

一、引 言

为使光波导器件能在光纤通讯系统中得以应用, 必须使波导中的模场分布和光纤中的模场分布相匹配, 以期取得较好的耦合效果。因为波导中的场分布是和波导中的折射率分布及波导尺寸直接相关, 所以要提高两者的耦合效率就必须使波导尺寸和折射率分布基本上与光纤的一致。目前, 在通信系统中用的多模光纤的数值孔径一般都在 $N.A. \sim 0.20$ 左右, 所以包层和芯子的折射率差 Δn 为 0.014 左右。对于自聚焦光纤, 其折射率分布为由中心向外层呈抛物线型下降(即二次曲线型)。芯径尺寸约为 $50 \mu\text{m}$ 。

早在 1972 年 Izawa^[1] 等人就提出用离子交换技术来制作低损耗的光波导。他使用硼硅玻璃作基极, 利用玻璃中的 Na^+ 、 K^+ 离子和熔体中的 Tl^+ 离子在一定条件下进行交换, 在玻璃表面形成高折射率波导层。这是由于介质中电极化强度小的离子(Na^+ 、 K^+)被电极化强度大的离子(Tl^+)所替代而使介质的折射率增加。后来, T. G. Giallorenzi 等人^[2, 3] 又研究了 Tl^+ 、 K^+ 、 Ag^+ 等离子和 Na^+ 离子交换形成玻璃波导的性质, 指出 $\text{Ag}^+ - \text{Na}^+$ 交换给出最好的结果, 且这种波导的制作以其低温简单具有独特的方便性。G. H. Chartier 等人^[4] 用 Li_2SO_4 作熔体, 通过 $\text{Li}^+ - \text{Na}^+$ 离子交换来制作波导。这是由于 Li^+ 离子的体积比 Na^+ 离子小, 引起在小离子周围的玻璃网络的破裂而产生比较致密的堆积结构, 这种结构一般具有较高的折射率。这种方法制作波导只需很短的时间。与此同时, 二步法^[5, 6] 制作掩埋式波导的方法也提了出来。离子交换制作波导的技术至今仍被许多人所研究和利用^[5, 6]。

在考虑与光纤匹配使用的光波导时, 以上所提及的方法则显出其不足之处。如用纯 AgNO_3 作熔盐, 则所得波导的最大折射率差为 0.1 , 与光纤的相比差距甚远。而用 Li_2SO_4 作熔盐时, 虽然最大折射率差 Δn 与光纤的接近, 但其折射率的分布却是线性的, 与纤芯中二次型的折射率分布不匹配, 而且这种波导制作所需要的高温条件还给工艺过程造成一系列

的问题。现在我们使用 $\text{AgNO}_3 + \text{NaNO}_3$ 作熔体, 采用不同的 AgNO_3 浓度, 利用 $\text{Ag}^+ - \text{Na}^+$ 离子交换来制作波导。然后, 用 White 法和扫描电子显微镜的背向散射谱来研究熔体成分对波导参数的影响, 提出制作与多模光纤有较佳匹配的波导结构的方案。

二、实 验

1. 波导的制作

选取大小为 $25 \times 12 \times 1 \text{ mm}^3$ 的玻璃片作基板, 采用常规清洗方法洗净、烘干备用。采用含有不同比例的 AgNO_3 的 $\text{AgNO}_3 + \text{NaNO}_3$ 混合体作为熔体。将装有熔体的坩埚置于加热恒温炉内。控温精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。为了加速波导的制作时间, 采用电场增强法^[3], 即在波片的上下表面之间加上直流电场, 加速离子的交换过程。待熔体熔化及炉温稳定后, 将安好电极的玻璃片放入体中进行交换, 并加上一定的电场。交换结束后, 将玻璃片取出, 洗净, 则在玻璃片下表面便形成波导。我们制作了 AgNO_3 浓度分别为 0.05%, 0.1%, 0.15% 的波导, 实验条件见表 1。

Table 1

sample No.	substrate	AgNO_3 (% mol)	diffusion temperature ($^\circ\text{C}$)	electric field V/mm	diffusion time	Δn	mode depth (μm)
4*	carrier	0.05	330	10	4hr	0.007	15.4
13*		0.1	330	20, 10	1hr, 20m	0.018	28.2
10*		0.1	330	10	2hr	0.017	24.0
14*		0.1	330	10	4hr	0.018	40.9
1*		0.15	330	10, 20	2hr, 0.5hr	0.025	34.2
010*	mask	0.1	246	7	3hr	0.016	21.0
018*	glass	0.1	246	7	3hr 50m	0.012	25.0
011*		0.1	350	10	3hr	0.016	22.1

为了和光纤的折射率分布相匹配, 必须使波导中折射率极大层处在表面以下, 即形成所谓的掩埋式波导。为此可将上述折射率极大处于玻璃表面的单调渐变折射率的波导, 放在 NaNO_3 熔体中, 在一定温度下进行二次离子交换, 使表面高折射率层部分的 Ag^+ 离子向外与熔体中的 Na^+ 离子交换, 同时波导层的 Ag^+ 离子还向玻璃内扩散, 形成掩埋式波导。我们将上述的 010*、011* 波导在 350°C 温度的熔体中分别交换 3 小时和 2 小时。

2. 波导的测试

我们测试了经过一次离子交换波导的 m 线谱, 实验装置示意图见图 1。其中采用重火石玻璃棱镜实现对波导的光束耦合, 测出各模线的同步角 θ_i , 并由公式

$$n_{\text{eff}} = \sin \theta_i \cos \delta + \sin \delta \sqrt{n_p^2 - \sin^2 \theta_i},$$

算出相应的有效折射率。式中 δ 是棱镜底角, n_p 是棱镜折射率。由算得的一套有效折射率值, 利用 White^[7] 法用微机处理即可得波导中的折射率分布曲线。

对于用二步法得到的波导, 一般不能用棱镜耦合出 m 线, 因其波导区是掩埋于表面以下。对于这样的波导, 可以使用一定的夹具和常规的光学抛光技术, 把波导的端面抛光, 用

扫描电子显微镜来分析波导横截面银离子随深度的分布。由于银离子的原子量比玻璃中其它离子的原子量大得多,在加速电子束的轰击下,在波导区域中由银离子产生的背散射电子是最强的。所以背散射电子谱反映了银离子的浓度分布,因为折射率分布正比于 Ag^+ 浓度分布,由此可得出波导中折射率随深度的分布。

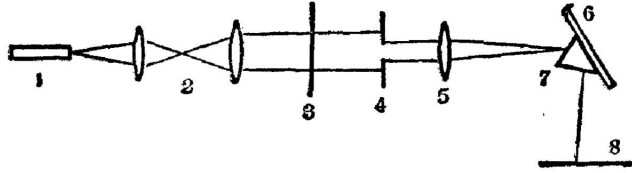


Fig. 1 Setup for m -line measurement

1—He-Ne laser; 2—beam expander; 3—polarizer; 4—stop;
5—condensing lens; 6—waveguide plate; 7—prism; 8—screen

三、实验结果及分析

用 White 法算出了离子交换波导的折射率分布。图 2 是 AgNO_3 浓度为 0.05%、0.1%、0.15% 熔体中所得到的 4[#]、10[#]、1[#] 波导的折射率分布曲线。其余波导的最大折射率差和模深列于表 1 中。

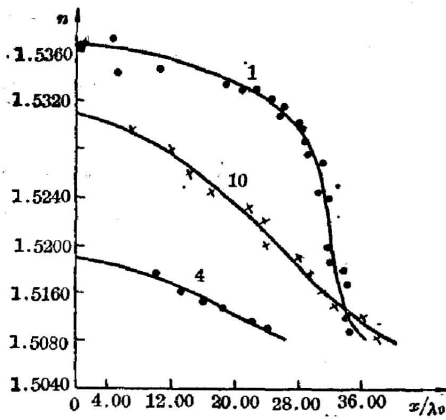


Fig. 2 Refractive-index profiles of 1[#], 4[#] and 10[#] waveguides

由于离子交换法制作波导的物理机制是在电场作用下的离子扩散,它可以由如下的扩散方程解决:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} - E\mu \frac{\partial C}{\partial x}$$

其中, C 是扩散离子(在这里即是 Ag^+ 离子)的浓度, μ 是离子的迁移率, D 是扩散系数, E 是所加电场。在我们的工艺条件下可以认为熔体中 Ag^+ 的浓度不变,即以上方程的边界条件和初始条件为:在 $x=0$ 处,在任何时刻 t 皆有 $C=C_0$ 。在 $x>0$ 处,在 $t=0$ 时, $C=0$ 。所以其解为:

$$C(x, t) = C_0 \operatorname{erfc} \left[\frac{x - E\mu t}{2(Dt)^{1/2}} \right]$$

其中,补余误差函数 $\operatorname{erfc}(\xi)$ 的定义为

$$\operatorname{erfc}(\xi) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_{\xi}^{\infty} e^{-t^2} dt$$

我们所得的波导的折射率分布曲线和补余误差函数的曲线是一致的。而且还可看出由于施加电场,使表面层附近的折射率变化趋于平缓,这和实验结果也是一致的。这样,波导表面层和基板之间的折射率基本上等于不施加电场所得波导的表面层和基板的折射率差 Δn , 由于在波导中 Ag^+ 离子的浓度分布正比于折射率分布,则 Δn 只和制作波导时熔体中的 Ag^+ 离子浓度有关。随着 AgNO_3 浓度的增加, Δn 变大,且基本呈线性关系。对于 AgNO_3 浓度分别为 0.05% mol、0.1% mol、0.15% mol 三种熔体所得的 Δn 的实验结果与理论预测的基本一致。考虑到与光纤的匹配,我们选择 AgNO_3 浓度为 0.1% mol 的熔体中所制得的波导进行二次交换。

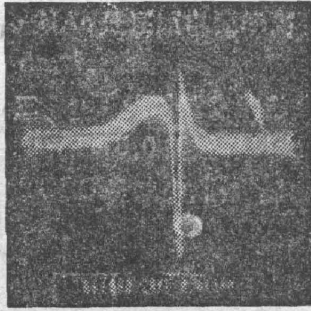


Fig. 3 Back-scattered SEM spectrum of 010* (left) and 18* (right) waveguides

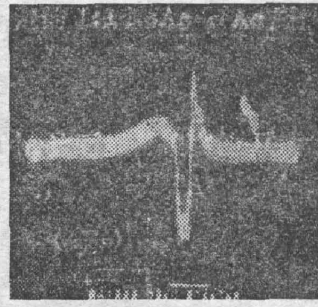


Fig. 4 Back-scattered SEM spectrum of 011* (left) waveguides

图3和图4表示用二步法制得的010*、011*、波导的电镜背散射谱，其横坐标表示沿波导深度方向，纵坐标表示 Ag^+ 离子浓度。由此看到，经过二步法制作的波导，其 Ag^+ 离子浓度分布的极大值确实移向表面以下，折射率分布曲线基本上呈二次型。适当控制二次交换的时间，可以得到折射率分布基本上呈对称型的二次曲线。经过二次交换后波导的折射率极大和基板折射率之差 Δn 将下降，和照片中右边未经二次交换的波导比较，可以看出， Δn 将较前减小一倍，这样，所制的波导的 Δn 约为0.008左右，与多模光纤的较为一致了。同时，二次交换还将使波导的模厚加深，由电镜照片所测得的010*、011*波导深度分别为 $42.7\mu m$ 和 $34.67\mu m$ 。

所以，通过对离子交换法中熔体成分和波导参数关系的研究，我们可以使用 $AgNO_3$ 浓度为0.1%mol的 $AgNO_3+NaNO_3$ 混合体做熔体，适当地控制工艺过程，通过一次和二次离子交换，得到折射率分布， Δn 以及模厚都和多模光纤相匹配的多模光波导。

作者感谢应再生同志，郑天慧同志协助拍摄了电镜照片。

参 考 文 献

- [1] T. Izawa, H. Nakagoma; *Appl. Phys. Lett.*, 1972, **21**, (Dec), 584.
- [2] T. G. Giallorenzi; *Appl. Opt.*, 1973, **12**, No. 6 (Jun), 1240.
- [3] 阮丽真等;《中国激光》, 1986, **13**, No. 5 (May), 281.
- [4] G. H. Chartier, P. Jausaud *et al.*; *Electron. Lett.*, 1977, **13**, No. 25 (Dec), 763.
- [5] R. K. Lagu, R. V. Ramaswamy; *Appl. Phys. Lett.*, 1986, **48**, No. 1 (Jan), 19.
- [6] R. K. Lagu, V. Ramaswamy, *et al.*; *Proc. Third European Conference, ECIO'85*, (Berlin, Germany, May 6~8, 1985), 75.
- [7] J. M. White, P. F. Heidrich; *Appl. Opt.*, 1976, **15**, No. 1 (Jan), 151.

Relation between composition of molten salts and parameters of waveguides in ion migration technique

RUAN LIZHEN, XU JENGYU, WU HUIZHEN AND CHEN YIXIN
(*Department of Applied Physics Shanghai Jiaotong University*)

(Received 6 November 1986; revised 15 December 1986)

Abstract

Multimode waveguides in glass are fabricated by ion migration technique in AgNO_3 + NaNO_3 molten salts. Dependence of waveguide parameters on the concentration of AgNO_3 is studied by using the White method and the back-scattered SEM spectra. A scheme for fabrication of waveguides with good matching with multimode fibre is proposed.

Key Words: waveguide parameters; ion migration technique; mode field; molten salts.