

玻璃波导及两次离子交换法

沈 荣 桂

(上海交通大学应用物理系, 上海 200030)

G. C. Righini

(IROF-CNR, Florence, Italy)

提 要

本文报道 Soda-lime 玻璃的 Ag^+-Na^+ 和 K^+-Na^+ 离子交换波导的制备、特性分析; 并介绍制作表面折射率元件(例如棱镜、透镜)的两次离子交换法, 以及用卢瑟福后向散射谱分析玻璃离子交换后表面层的离子分布轮廓。

关键词: 玻璃波导、离子交换。

一、引 言

在集成光学中, 玻璃是一种使用得很普遍的波导衬底材料。玻璃波导的折射率与光纤很接近, 适宜与光纤的耦合。选择合适的方法, 可以制得低损耗、能承受高功率密度的波导。而且, 玻璃的价格相当低廉。这些优点早已为人们熟知, 所以对玻璃波导的研究已经开展多年。最近, 玻璃波导赢得了人们的更大关注, 因为发现掺杂半导体的玻璃具有光学非线性; 掺杂稀土元素的玻璃可以制作光放大器和激光器; 有人还发现了掺杂玻璃具有压电性能。这些诱人的特性, 给单片集成带来了光明的前景。

离子交换、射频溅射和电子束淀积是制作玻璃波导的常用方法。在本文的实验中, 将报道 Soda-lime 玻璃在 KNO_3 熔融液和 AgNO_3 熔融液中进行 K^+-Na^+ 、 Ag^+-Na^+ 交换而制成的波导。并且, 测试了有效折射率和传输损耗, 然后运用反 WKB 法^[1]计算出波导的折射率分布轮廓和色散曲线, 发现它们与理论上的高斯分布相符合。

在 K^+-Na^+ 和 Ag^+-Na^+ 的两种离子交换中, 由于 K 的自扩散系数 D_K 比 D_{Ag} 、 D_{Na} 小三个数量级, 所以 K^+-Na^+ 交换后玻璃的折射率增量比 Ag^+-Na^+ 的小一个数量级。这就为用两次离子交换制作表面折射率元件(例如棱镜、透镜等)提供了理论和实验基础^[2,3]。本文报道棱镜的制作及卢瑟福后向散射谱的分析结果。根据卢瑟福后向散射分析对 Ag^+-Na^+ 交换波导的折射率分布作了修正, 定性地解决了波导浅表面折射率分布的问题。最后讨论了进一步研究的方案。

二、离子交换波导

Ag^+-Na^+ 离子交换, 一般的交换温度为 $220\sim 300^\circ\text{C}$ 。如果玻璃在熔融的纯硝酸银中进行离子交换, 它的表面折射率增量 Δn 可高达 0.09, 但是由于 Ag^+ 、 Na^+ 相互扩散很强, 交换速度很快, 所以很难控制波导参数, 并且最大的缺点是, 波导的传输损耗很大。采用硝

酸钠和硝酸银的混合熔盐,则可以克服以上的缺点,且可较容易地调节表面折射率增量。本文使用各种浓度不同的混合熔盐(5 mol%、20 mol% 等 AgNO_3 浓度)制备平面波导。

K^+-Na^+ 离子交换也是常用的。在纯 KNO_3 的熔盐中交换,玻璃表面折射率增量仅 0.009,交换时间需较长,但是其最大的优点是波导的传输损耗极低,小于 $1\text{ dB}\cdot\text{cm}^{-1}$ 。

波导制成后采用棱镜耦合法,测定波导模的有效折射率,然后用反 WKB 法计算出折射率轮廓和色散曲线。

图 1 所示的是银离子交换波导的折射率轮廓,曲线对应于理论上的高斯分布,十字交叉符号对应于实验测得的有效折射率。该波导片的制备条件如下:在 AgNO_3 的 20mol% 浓度熔液中,交换温度为 305°C ,时间为 30 min,测量波长为 6328 \AA ,采用 TE 模。

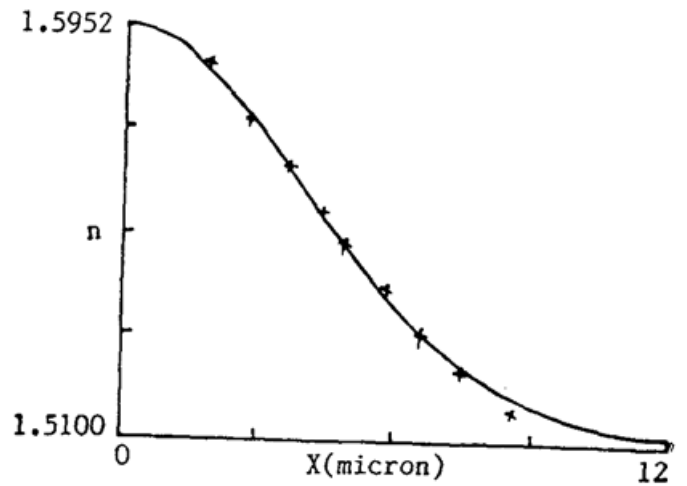


Fig. 1 Gaussian index profile of a silver-exchanged waveguide supporting 9 modes

图 2 所示的是模的色散曲线,交换的时间分别列在图上,其他条件同上,曲线对应于理论上的高斯分布。图 3 显示了 K^+-Na^+ 离子交换波导的实验结果。在 395°C 的纯 KNO_3 熔液中,分别进行了 30'、120'、270' 和 720' 的交换。显然折射率的增量远远小于 Ag^+-Na^+ 交换波导,但同样获得了高斯分布的折射率轮廓。

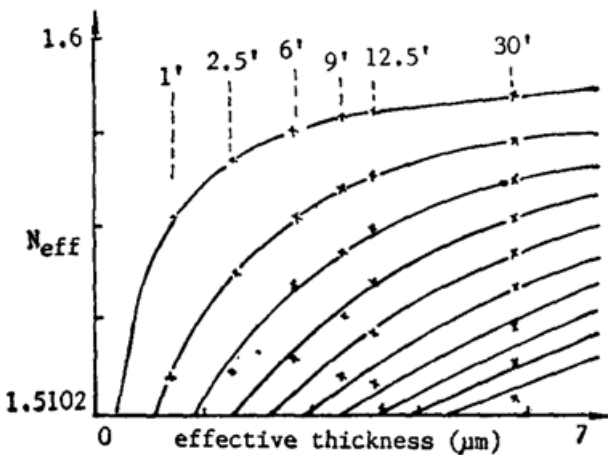


Fig. 2 Gaussian dispersion curves of the guided modes compared with measured mode indices for Ag^+-Na^+ exchanged waveguides prepared at 305°C (diffusion times in minutes)

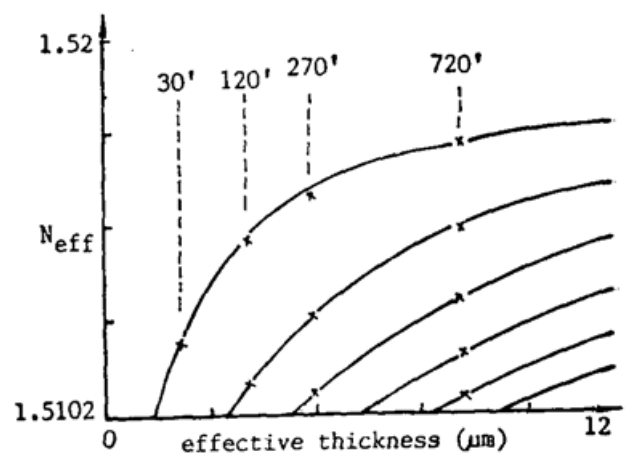


Fig. 3 Gaussian dispersion curves of the guided modes compared with measured mode indices for K^+-Na^+ exchanged waveguides prepared at 395°C (diffusion times in minutes)

在 AgNO_3 的 5mol%、20mol% 浓度溶液中,以及 KNO_3 熔盐中,实验结果与高斯分布的符合程度最好。但是当用纯 AgNO_3 熔盐时,却获得了余误差函数折射率分布轮廓。可见,实验结果究竟接近理论上哪种分布,与基板材料,熔盐种类,交换温度诸多因素都有关。

对评价波导的另一个重要参数——传输损耗,采用微机辅助的视频摄象机^[4]来测定。实

验装置如图 4 所示,测量结果列于表 1。

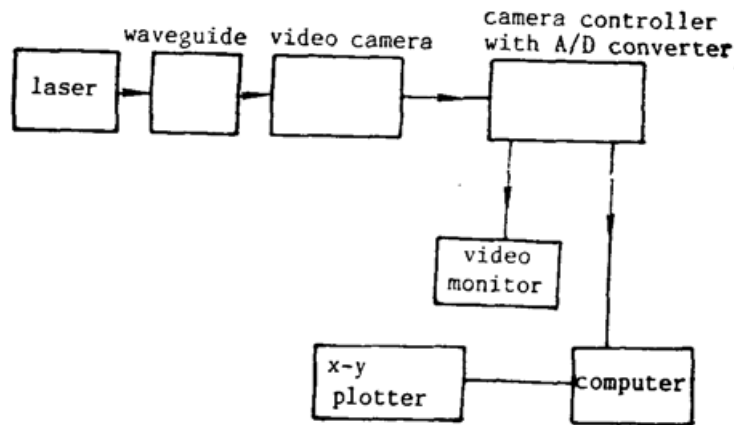


Fig. 4 Experimental setup for measuring the propagation loss of the waveguide

Table 1 Measured propagation losses of waveguides

Exchanged ions	Propagation losses (dB/cm)	The waveguide material
K ⁺ -Na ⁺	0.2~1.0	Soda-lime glass
Ag ⁺ -Na ⁺ (5%)	1.3~2.8	Soda-lime glass
Ag ⁺ -Na ⁺ (20%)	2.6~3.1	Soda-lime glass

三、两次离子交换法

由于 Ag、Na 的自扩散系数 D_{Ag} 、 D_{Na} 比 K 的自扩散系数 D_K 大得多, Ag^+ 在玻璃中与 Na^+ 相互扩散的速度比 K 的大得多, 所以 Ag^+ - Na^+ 交换比 K^+ - Na^+ 交换获得的折射率增量约大一个数量级。其次在上述的研究中, 可以获得同样的折射率分布轮廓。并且, 第一次 K^+ - Na^+ 离子交换后的波导表面层具有降低甚至阻止该波导片再次与 Ag^+ 交换的特性, 即 K^+ - Na^+ 交换过的区域犹如第二次 Ag^+ - Na^+ 交换时的离子掩模。例如, K^+ - Na^+ 交换波导为单模, 有效折射率为 1.5139, 经第二次交换后 (Ag^+ , 5%, 305°C, 180 sec), 仍是一个单模, 折射率略有些变化, 为 1.5146。与这波导片一起进行 Ag^+ - Na^+ 交换的玻璃基片, 交换后却获得了 3 个模。在一些交换时间稍短的试验中, 原来样品的有效折射率基本上不变。

离子掩模的特性被用来制作波导透镜和棱镜等表面折射率元件。此外两次交换的方法也可用来制作窄的单模波导和控制波导中的双折射^[3]。

作为一个例子, 介绍用这方法制作波导棱镜的实验, 制作的过程如图 5 所示。

第一次进行 K^+ - Na^+ 离子交换, 控制在制作单模波导。第二次进行 Ag^+ - Na^+ 离子交换, 一般控制在波导棱镜区产生多模波导, 通常为 3 个模。已经计算出为了达到波导与波导棱镜间的高耦合系数, 棱镜区宜能支承多个模^[5], 但是过多的模则意味着第二次交换时间偏长, 这样容易引起棱镜外部波导区的折射率改变, 即离子掩模作用的减弱。

棱镜制成后, 用扫描电镜观察, 发现棱镜与周围的平面波导交界十分清晰, 但是在棱镜

区存在许多缺陷。用 He-Ne 6328Å 激光作通光试验时，在波导区，表面呈现许多亮点，表征了极大的传输损耗。当光束进入棱镜发生偏转后，光已经变得很暗淡，未能通过观察的显微镜摄得较好的照片。

为了更好地了解两次离子交换法，作者曾对一些波导样品进行了卢瑟福后向散射谱的分析。使用氢原子束卢瑟福后向散射谱技术可以测定样品表面下 10 μm 内的浓度轮廓，其深度的分辨率在 300 Å 量级。

图 6~图 9 是卢瑟福后向散射的分析结果。图中折线表示样品经过 K⁺-Na⁺，Ag⁺-Na⁺ 以及两次离子交换后，表面 K⁺、Na⁺ 和 Ag⁺ 的归一化浓度。

采用实验上的有效折射率测量及理论上的反 WKB 法共同来拟合折射率分布固然获得了成功，但是对波导表面到第一个模的有效深度之间的折射率轮廓不能给出更详尽的数值。根据高斯分布。

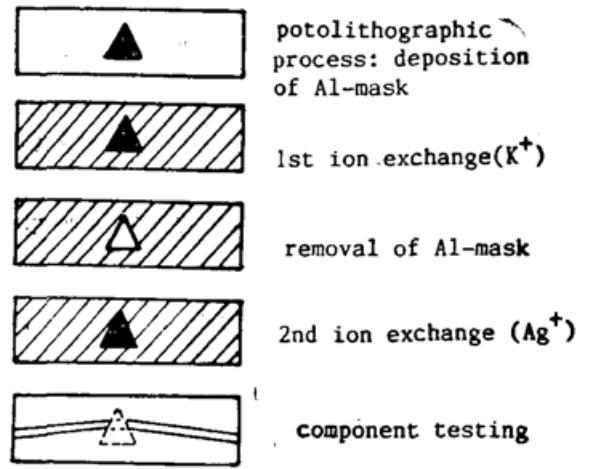


Fig. 5 The double ion exchange process of refractive components

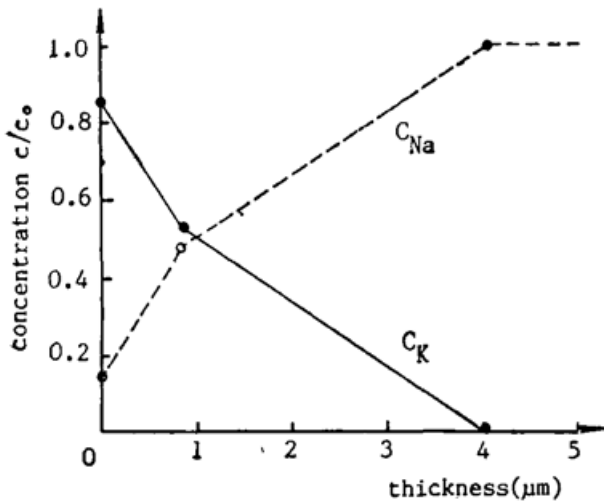


Fig. 6 K and Na profiles obtained in soda-lime glass treated in molten KNO₃ at 395°C for 30 min

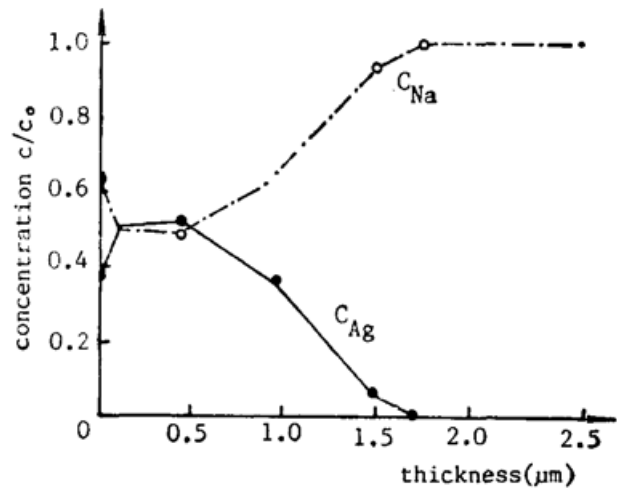


Fig. 7 Ag and Na profiles obtained after treatment in 5% AgNO₃/NaNO₃ at 310°C for 30 sec

$$\left. \begin{aligned} n(x) &= n_1 + \Delta n_s \exp[-(x/d)^2], \\ \Delta n_s &= n_s - n_1 \end{aligned} \right\} \quad (1)$$

式中 n_s 为表面折射率， n_1 为基板折射率， d 为波导层的深度。显然在卢瑟福后向散射分析所获得的实验结果中，K⁺-Na⁺ 交换波导的折射率分布于(1)式吻合，即表面($x=0$ 处)的折射率最大。对 Ag⁺-Na⁺ 交换波导，如图 7 所示，最大折射率处是在表面以下约 0.2~0.4 μm 处，因此要对(1)式作一修正如下

$$n(x) = n_1 + \Delta n_s \exp[-(x-a)^2/d^2], \quad (2)$$

式中 a 是一个表示折射率最大值处离表面的距离。这样能使实验结果与理论分析更趋

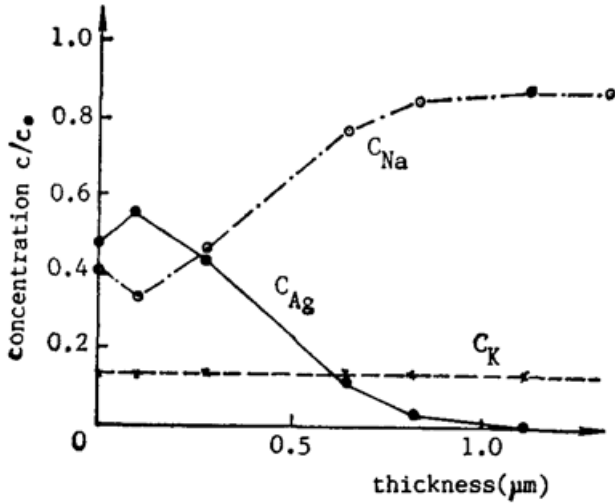


Fig. 8 Ag, K, and Na profiles in the prism area after second exchange

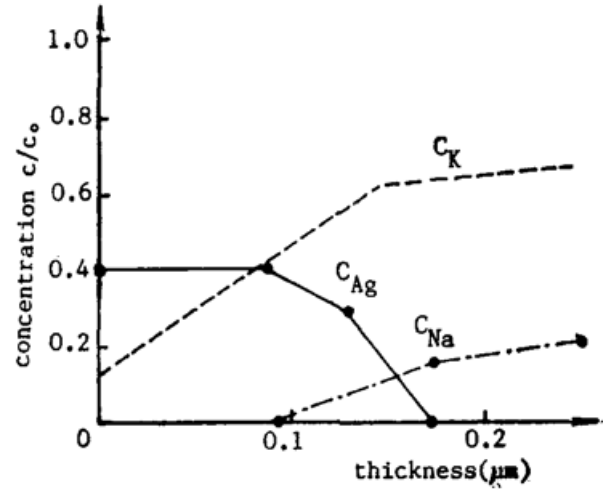


Fig. 9 Ag, K, and Na profiles in the waveguide outside prism area after second exchange

一致。

从图 8 中可见棱镜区 C_K 随深度方向没有变化, 原因很简单, 因为 K^+ 的进入是由于第一次 K^+-Na^+ 交换时金属铝掩模上存在针孔, 棱镜区没有完全被保护好。但是第二次进行 Ag^+-Na^+ 交换时, 熔盐中不存在 K^+ , 这些原来掺入的 K^+ 就成了这个区域的扩散源, 向四处扩散, 并趋于平衡, 所以造成了在 μm 级线度内的均匀分布。

图 9 显示了波导区表面下的极薄层 ($<0.2 \mu m$) 内发生了 Ag^+ 与 K^+ 的交换。因为它发生在浅表面, 所以对模的特性没有产生多大影响, 也许正因为 Ag^+-K^+ 的交换, 这些新增的散射中心—— Ag^+ 使波导区的传输损耗大大地增加 (从 0.7 上升到 $4.1 \text{ dB}\cdot\text{cm}^{-1}$)。

四、结 论

离子交换是制作玻璃波导的极方便的方法。在本文实验中, Ag^+-Na^+ 和 K^+-Na^+ 离子交换波导的折射率分布都是高斯型的。卢瑟福背向散射的分析能确定波导浅表面的成分, 然后定性地了解其折射率分布情况, 弥补了反 WKB 法无法拟合波导表面到第一个导模有效深度间的折射率分布轮廓的不足。 $NaNO_3$ 和 $AgNO_3$ 的混合熔液能制得比纯 $AgNO_3$ 熔液传输损耗小的波导; K^+-Na^+ 交换波导的传输损耗更小, 且具有离子掩模的功能。基于以上两种离子交换后获得的折射率增量的不同, 可以用两次离子交换制作表面折射率元件。卢瑟福后向散射分析表明, K^+-Na^+ 交换波导, 经受第二次 Ag^+-Na^+ 交换后, Ag^+ 的掺入深度约 $0.1 \mu m$, 这意味着有可能采用两次离子交换工艺后再抛光的方法去除 Ag^+ 的高散射层, 以大大地减小传输损耗。并且提高金属掩模的质量, 减少器件内部的缺陷。

进一步的研究将旨在制作能实用的低损耗的表面折射率元件。

该研究项目得到了意大利 ONR 的特别项目“MADESS”和高级材料的特别项目的支持。

沈荣桂的研究工作又受到了意大利的国际理论物理中心 (IOTTP) 的资助。

作者还感谢 F. Nicoletti 和 P. Polato 在卢瑟福后向散射分析方面的大力协作。

参 考 文 献

- [1] J. M. White, P. F. Heidrich; *Appl. Opt.*, 1976, **15**, No. 1 (Jan), 151.
- [2] G. H. Chartier, P. J. R. Laybourn and A. Girod; *Electron Lett.*, 1986, **22**, No. 9, 925~926.
- [3] A. Tervonen, S. Honkanen; *Opt. Lett.*, 1988, **13**, No. 1, 71~73.
- [4] Yasuyuki Okamura, Shinji Yoshinaka and Sadahiko Yamamoto; *Appl. Opt.*, 1983, **22**, No. 23 (Dec), 3892~3894.
- [5] J. Linares, J. E. Alvarellos and G. C. Righini; «*Proc. of ECOISA*, 1989, Sept. 25~28, Amsterdam, The Netherlands», D6.

Glass waveguides and the double ion-exchange process

SHEN RONGGUI

(*Department of Applied Physics, Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200030*)

G. C. RIGHINI

(*IROE-CNR, Florence, Italy*)

(Received 19 September 1990; revised 7 November 1990)

Abstract

In this paper, we report the fabrication of glass waveguides with Ag^+ - Na^+ and K^+ - Na^+ ion-exchange on Soda-Lime glass substrates and the analyses of their characteristics. The double ion-exchange is introduced, which can be used to fabricate surface refractive components such as prism and lenses. The profiles of various ions on top layers of ion-exchanged glasses have been analyzed using Rutherford backscattering spectrometry (RBS).

Key words: glass waveguide; ion exchange.