

Ta₂O₅ 平面波导湿度传感器的研究*

杜春雷 苗景歧

(中国科学院光电技术研究所, 微细加工光学技术国家重点实验室, 成都 610209)

R. E. Kunz

(PSIZ, Badernerstrass 569, CH-8048 Zurich, Switzerland)

摘 要 本文从应用的角度介绍平面波导传感器的概念及制备方法, 在实验的基础上分析和讨论了 Ta₂O₅ 平面波导湿度传感器的原理, 结构与特性测试方法, 为开展集成光学平面波导传感器研究提供理论与技术依据.

关键词 平面波导, 湿度传感器.

1 引 言

近年来人们提出多种集成光学传感器模型, 并报道了一些研究与实验结果^[1~5], 虽然由于材料和工艺的限制, 目前大多数所研究的集成光学传感器仍然为混合式结构, 即传感器是由带耦合器的平面波导与激光器, 透镜, 探测器, 机械转台等所组成, 但开发探索单片式集成光学传感器技术是人们最终的愿望和目标, 现在有人提出^[6]关于利用有源材料如(GaAs)做衬底制作单片式传感器的设想和模型, 随着工艺的不断改进和新材料的不断引进及有效利用, 集成化的传感器会很快地发展起来.

2 平面波导传感器模型和制作

2.1 两种典型的平面波导传感器模型

平面波导是由折射率为 n_f 和厚度为 h_f 的波导薄膜用一定的技术形成在折射率为 $n_s < n_f$ 的透明衬底上, 只有在 n_f 大于衬底折射率和顶部约束层折射率时, 才有可能存在导波^[6]. 对于二维波导, 光仅被限制在 X 方向传播, 根据光波在波导中的传播理论和特性可知^[7], 导模的相速度 $V_p = c_0/N_{eff}$ (N_{eff} 波导有效折射率) 和衰减等特性对波导及顶部约束层的特性非常敏感, 因此, 利用平面波导的这一性质可以实现两类不同的传感器如图 1 所示.

第 I 类传感器的敏感部分在导膜上表面或顶部约束层 SL, 见图 1(a), 而波导的折射率、机械和化学性能是稳定的, 因此测量波导有效折射率的变化或相速度的变化反映了波导层外

* 本课题得到中国科学院留学择优基金及所长基金的资助.

收稿日期: 1993 年月日; 收到修改稿日期: 1993 年月日

部物质性能的变化，如折射率 n_i 或 n_c ，厚度 h_f 等。导模在限制层的吸收和散射也影响模式的衰减。第 I 类传感器可用于实现折射仪、吸收和荧光光谱仪，通过测量和研究敏感层 SL 的厚度和折射率变化可实现化学及生物传感器。能够实现第 I 类传感器的波导称为致密型波导。

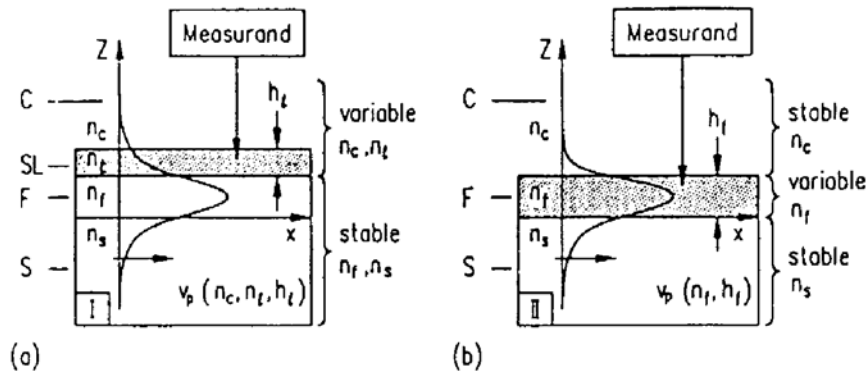


Fig. 1 Two typical types of waveguide sensors

第 II 类传感器的敏感部分在导膜中，见图 1(b)，通过测量导膜的折射率及有效厚度的变化来实现对被测物理量的测量。这种传感器的典型应用是气体和湿度传感器。能够用作这种传感器的波导属于疏松型，除要求该种平面波导有一定的化学和机械稳定性外，波导层中还存在着一些开口的微孔，通过它们吸收和排出气体来改变折射率。

2.2 波导传感器的制作

由于一般真空蒸发方法形成的介质膜污染严重^[6]，光的传播损耗高，达不到光波导的要求，所以介质平面波导的制备多用反应离子溅射或等离子体放电技术。反应式低电压离子镀膜技术可以在衬底材料 BK₇ 或 SiO₂ 上制作出象 Ta₂O₅，ZrO₂ 和 Si₃N₄ 等波导膜层^[10]，过程是这样的：真空室内的气体在电场的作用下产生辉光放电，形成等离子体，用电子束蒸发坩埚中的初始材料，蒸发粒子与气体离子和低速电子碰撞，一部分粒子变成离子和激发粒子，得到有效的离化和活化，电场使含有许多离子的蒸发粒子加速，以很高的动能沉积在基片上并与反应气体化合，产生致密，坚硬和稳定的膜层，其折射率可以接近大块晶体的折射率。该技术通过控制膜层制备过程中的工艺参数，如放电电流或电压，可以得到填充密度不同的膜层，分别适于前面提到的两类传感器，其机械性能和化学稳定性都很好。

Ta₂O₅ 等波导膜层还可以采用高真空反应离子镀膜技术来制备。它与低压反应离子镀膜的根本区别在于它不需要氩气那样的特殊气体，而是利用蒸发材料的蒸气压力和热电子，依靠蒸发源附近配置的离化极的作用，使蒸发材料的粒子离化。被激发，电离的蒸发材料粒子和反应气体的化学活性很高，他们在基片电场的作用下加速运动，并充分反应沉积在基片的表面上。该技术是在高真空中利用电子诱导离化的，所制得的膜层受真空室内剩余气体的影响小，膜层结构致密，平滑，光传输的散射，吸收损耗小。

3 平面波导湿度传感器的性能分析

本文用反应式低电压离子镀膜技术产生的带有很多开口微孔的疏松型 Ta₂O₅ 平面波导形成湿度传感器实验模型，它的灵敏度很高，尤其是在较低的湿度下，表现了很好的特性，并且其灵敏度滞后小，响应速度快。平面波导传感器的性能可以通过对波导中的模式传播特性及结构参数的测量来评价，见图 3 布局，激光束从外部通过窗口由制作在波导上的光栅耦合器

耦合到波导薄膜中, 改变入射角 θ_i 满足一定的谐振条件^[6]:

$$2h_f k n_f \cos \theta_z + \delta_{fs} + \delta_{fc} = 2\pi m \quad (1)$$

在波导中激起导模, 这时入射角 θ_i 为谐振角 θ_{res} , 导模的相位常数为:

$$\beta = k_0 N_{eff} = 2\pi N_{eff}/\lambda \quad (2)$$

$$N_{eff} = n_f \sin \theta_z = n_c \sin \theta_i + j\lambda/\Lambda \quad (3)$$

式中 N_{eff} 为有效折射率, Λ 为光栅的周期, θ_z 为导模传播角, δ_{fc}, δ_{fs} , 分别为导波在薄膜上下两面全反射的相位突变. 光栅可为矩形轮廓, 用刻蚀方法直接做到波导膜上^[9], 其周期 Λ 要满足使存在的模式都能通过光栅被激励. 膜厚 h_f 决定可以在波导中传播的模式数. 测量各模式如 TE_0, TE_1, TM_0, TM_1 的谐振角 θ_{res} , 通过解谐振方程(1)即可计算波导的折射率, 厚度, 有效折射率, 双折射等特征. 这里, 入射激光束波长 $\lambda = 632.8 \text{ nm}$, 转台精度 $\pm 0.5''$, 光栅耦合器周期名义值 $\Lambda = 400 \text{ nm}$, 被考察波导膜层厚度在 $h_f = 300 \text{ nm} \sim 400 \text{ nm}$, 一般存在 3~4 个模式, 即: TE_0, TE_1, TM_0, TM_1 . 对于每个相对湿度, 分别测量导模周围, 角位置下模式散射能量, 得到能量~角度关系曲线. 图 2 给出几个相对湿度下 TE_0 模式的散射能量~角度曲线. 各湿度下的谐振角可以通过这些谐振曲线来得到. 下面在测量的基础上, 对传感器的一些主要性能进行分析.

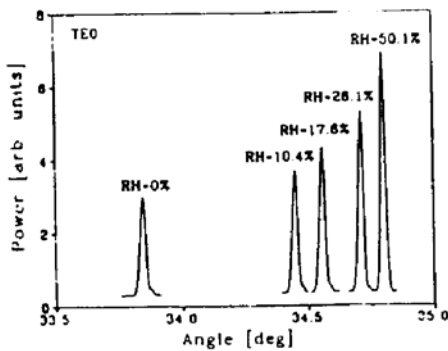


Fig. 2 The resonant curves for TE_0 mode in variable relative humidity

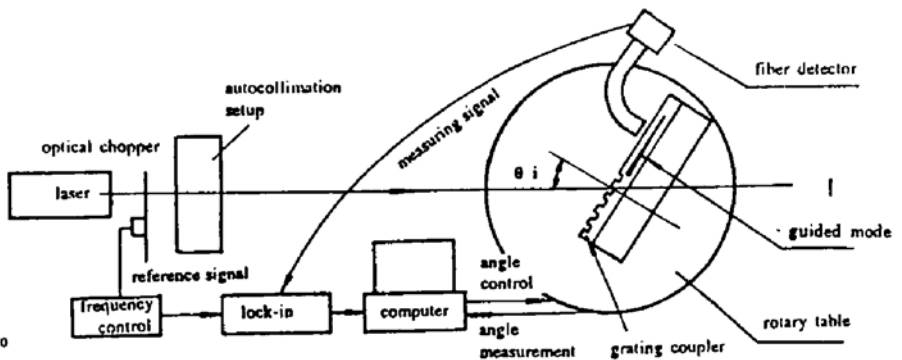


Fig. 3 The measurement setup of waveguide humidity sensor

3.1 平面波导湿度传感器的灵敏度 $S(RH)$

灵敏度是湿度传感器的一个重要指标. 利用上述方法在对不同相对湿度下 ($RH = 0 \sim 60\%$) 的谐振角 $\theta_{res(TE_0)}$, $\theta_{res(TM_0)}$ 测量后, 可以计算出波导的导模折射率 n_f , 厚度 h_f , 有效折射率 N_{eff} 等参数, 因此, 把各相对湿度下的 N_{eff} , n_f 和 h_f 计算出来, 就可以分析传感器的灵敏度:

$$S(RH) = dN_{eff}/dRH \quad (4)$$

这里, $dN = N(RH) - N(0)$ 是有效折射率的变化, $d(RH)$ 为相对湿度的变化, 图 4 给出两个平面波导作为湿度传感器的有效折射率关于相对湿度的变化曲线. 从图中可知, 对于不同的模式, 灵敏度 S 是不同的, 并且在较低的湿度下灵敏度很高, 由于波导的微孔性质可以通过膜层制备过程中的参数来改变和优化, 这样就可获得不同性质的传感器. 这里实验并分析了几块由离子镀膜法制作的 Ta_2O_5 平面波导传感器, 在 $RH = 0 \sim 10\%$ 的相对湿度下的平均灵敏度 S 为 $8 \sim 18 \times 10^{-4}/1\%$, 寻常光折射率 $n_0 = 1.91 \sim 2.04$. 在 $0 \sim 10\%$ 的相对湿度下, 最好的样板其平均灵敏度 S 为 $18 \times 10^{-4}/1\%$. 测量的有效折射率分辨率 $\delta N_{eff} = 4 \times 10^{-6}$, 相对湿度

分辨率可以到 $\delta RH = 0.002\%$, 比文献[2]报导的 SiO₂, TiO₂ 波导湿度传感器的灵敏度 ($\delta RH = 0.05\%$) 高 200 倍; 比文献[1]提出的有机材料平面波导传感器的灵敏度 ($\delta RH = 0.4\%$) 高 200 倍, 而上述两种湿度传感器在低湿度下, 灵敏度表现为不变或下降.

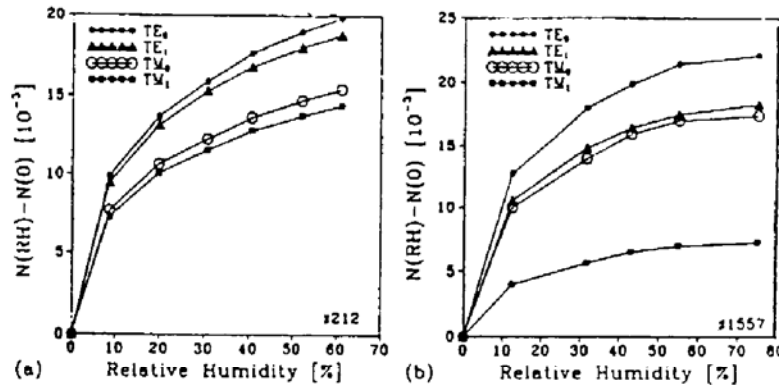


Fig. 4 the changing curves of the effective indices dN_{eff} vs the relative humidity RH

测量和分析结果表明, 该传感器的效应是由于波导层微孔结构决定的, 这些微孔吸收水蒸气而改变了膜层的折射率和有效折射率, 其灵敏度由 3 个因素表征: 波导薄膜制备过程中的工艺参数; 膜层厚度及模式的类形. 分析这些模式可见 TE₀ 最灵敏, 而 TM₁ 最不灵敏.

3.2 滞后

为考察 Ta₂O₅ 平面波导湿度传感器的滞后, 采用如下测量, 把被测样板的湿度调节到 $RH = 0$, 稳定 2 hr, 逐步增加相对湿度, 每个湿度状态稳定 40 min 后, 对各模式的谐振角曲线进行测量,

Table 1

	TE ₀	TE ₁	TM ₀	TM ₁
$W_N(10^{-4}/s)$	2.020	1.423	2.643	1.768
$W_{RH}(\%/s)$	3.65	1.835	3.16	0.743

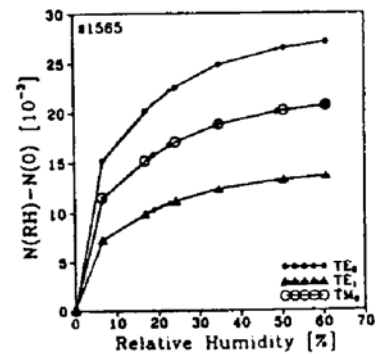


Fig. 5 Hysteresis curves of waveguide humidity sensor

直到相对湿度为 60%, 通过计算得到 $dN(RH) \sim RH$ 曲线, 见图 5 中由较大标记所代表的(上升)曲线; 然后逐步从 60%到 0 减小湿度进行测量, 得到图 5 中以小标记所代表的(下降)曲线. 各模式的滞后 $\Delta RH_{max} < 0.5\%$, 从图中可见, 两条曲线基本重合而分不出差别.

3.3 响应速度

传感器的响应速度也是一个很重要的指标, 即在一个较快的湿度变化下, 传感器要经过多长时间才能达到一个稳定的状态. 可以用转换速率 W_{RH} , W_N 来评价这一指标:

$$W_{RH} = dRH/dt = 1/(d\theta/dRH)(\Delta t/\Delta\theta_{res}) = S_\theta(\Delta t/\Delta\theta_{res}) \tag{5}$$

$$W_N = dN/dt = (dN/dRH)(dRH/d\theta)(\Delta\theta_{res}/\Delta t) = (S_N/S_\theta)(\Delta\theta_{res}/\Delta t) \tag{6}$$

图 6 给出当相对湿度突然从 0 变到 10%时, 各模式谐振角的时间变化曲线, Δt 为时间响应曲线的宽度, 即为传感器各模式谐振曲线的半宽度 $\Delta\theta_{res}$ 在突然的湿度变化下完全移过原来位置所需时间. 根据有效折射率对湿度的依赖关系及谐振角对湿度的依赖关系利用(5)式,(6)式

计算转换速率 W_N 和 W_{RH} . 对于考察的平面波导样板, 各模式的转换速率见表 1, 与其它文献中报导的湿度传感器相比, Ta_2O_5 平面波导湿度传感器的响应速度非常快.

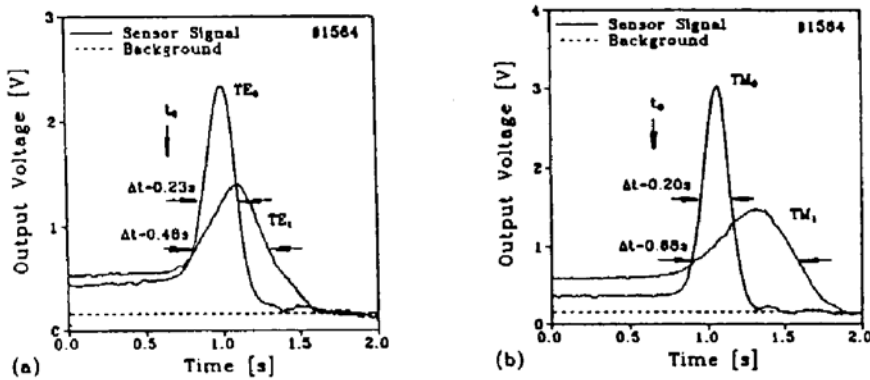


Fig. 6 The response curves of the sensor under the sudden change of RH

结 论 本文在原理和实验的基础上对平面波导传感器进行了介绍和分析, 对 Ta_2O_5 平面波导传感器作为气体湿度传感器的一些性能进行了测试实验, 说明了用反应式低电压离子镀膜法形成的疏松型波导作为湿度传感器不仅有良好的化学和机械稳定性, 而且在较低的湿度范围(0~10%)内, 具有非常高的灵敏度, 这一点在很多工业应用中是很重要的, 而一般的湿度计在低湿度下很难获得精确数值. 另外, 器件的灵敏度滞后小, 响应速度快, 其性能可以根据波导制备过程中的参数来调整和优化.

该文介绍的部分工作是作者之一在瑞士联邦 PSIZ 实验室完成的, 感谢 M. T. Gale, B. J. Curtis, J. Sochtig, A. Appassito and L. Baraldi 等同事给予的帮助.

参 考 文 献

- [1] W. Lukosz, Th. Brenner, V. Briguët *et al.*, Output grating couplers on planar waveguides as integrated optical sensors. *Proc. Soc. photo-opt. Instrum. Eng.*, 1989, 1141: 192~200
- [2] K. Tiefenthaler and W. Lukosz, Integrated optical humidity and gas sensors. *Proc. Soc. photo-opt. Instrum. Eng.*, 1984, 514: 185~218
- [3] K. Tiefenthaler and W. Lukosz, Grating couplers as integrated optical humidity and gas sensors. *Thin solid films*, 1985, 126: 205~211
- [4] W. Lukosz, K. Tiefenthaler, Sensitivity of integrated optical grating and prism couplers as biochemical sensors, *Sensors and Actuators*, 1988, 15: 285~295
- [5] R. E. Kunz, Gradient effective index waveguide sensors. *Sensors and Actuators*, (B), 1993, 11(1~3): 167~176
- [6] 田炳耕著, 裴小农译, 集成光学和光学波导中的波现象, 北京人民邮电出版社, 1980, 12~28
- [7] R. G. 汉斯伯格著, 刘树杞, 蔡伯荣等, 陈铮编译, 集成光学导论, 北京国防工业出版社, 1975, 15~39
- [8] R. E. Kunz, C. L. Du, J. Edlinger *et al.*, Integrated optical sensors based on reactive low-voltage ion-plated film. *Sensors and Actuators* (A), 1991, A25~27: 155~159
- [9] M. T. Gale, R. E. Kunz, H. W. Lehmann *et al.*, Fabrication and evaluation of reactive ion plated waveguides and grating couplers. *Tech. Digest, Conf. Iococ*, 89, Kobe, Japan, 1989, 1, 98~99
- [10] H. K. Pulker, W. Haag, M. Buhler *et al.*, Properties of ion plated oxide films. *J. Vac. Sci. Technol.*, 1985, A3(6): 2700~2701

Investigation for Ta₂O₅ Planer Waveguide Humidity sensors

Du Chunle Miao Jingqi

(The state key lab for optical technologies on microfabrication)

(Institute of optics and electronics, Chinese Academy of Science, Chengdu 610209)

R. E. Kunz

(PSIZ Badenerstrass 569, CH-8048 Zurich, Switzerland)

(Received 14 June 1993; revised 16 August 1993)

Abstract The concept of optical waveguide sensors and its fabrication are described; Based on the experiment and the measurement results, the Ta₂O₅ waveguide humidity sensors are analyzed, including the mechanism, configuration and characteristics.

Key words planer waveguide, humidity sensor.

第二届薄膜物理与应用国际会议('94 TFPA)在上海召开

由上海物理学会发起中国物理学会支持并共同举办的第二届薄膜物理与应用国际会议于 1994 年 4 月 15 至 17 日在上海金沙江大酒店举行。来自澳大利亚、比利时、加拿大、中国、法国、德国、日本、马来西亚、墨西哥、新加坡、西班牙、美国以及香港等 13 个国家地区的 130(50 多名外宾)多位代表参加了会议。

1991 年薄膜物理与应用国际会议的成功举办直接促使第二届国际会议在今年举行,上海物理学会联合华东师范大学,复旦大学,上海硅酸盐所,上海冶金所,上海光机所,上海技术物理所,上海交通大学,上海光学仪器厂,上海科学技术大学,同济大学等十几位专家学者组成组织和节目委员会;有四位中国科学院院士参加这届会议的国际顾问委员会,他们是:中国物理学会理事长,南京大学研究院院长冯端教授,上海冶金所吴自良研究员,上海光机所干福熹研究员和上海冶金所所长邹世昌研究员。会议共录用论文近 200 篇(其中 84 篇来自海外稿件)。宣讲与张贴论文各半,这些稿件就论题可分为:薄膜结构、表面和界面、超晶格与量子阱、合成半导体薄膜、半导体和硅薄膜、光学薄膜、光电薄膜、光和磁记录与金刚石薄膜、介电和铁电薄膜、超导薄膜、有机和聚合物薄膜、薄膜生长技术等 12 个专题。

会议由上海物理学会副理事长、大会秘书长吴翔教授主持,组织委员会主席王永令研究员致开幕词,接着有五位中外专家在全体大会上作特邀报告,他们是南京大学冯端教授:费班纳赛(Fibonacci)序列和费班纳赛金属超晶格;德国斯图加特大学 M. H. Pilkuhn 教授:有机分子气相外延法制备的半导体量子薄膜的界面控制和表征;上海冶金所邹世昌研究员:薄膜的离子合成;美国辛辛那提大学 R. C. Buchanan 教授:溶液法制备的氧化物薄膜的性质;德国西门子公司 W. Wersing 博士:铁电薄膜及应用。从 4 月 15 日下午开始宣讲论文分三个分会场,以 4 个半天 12 个会段进行交流;4 月 16 日晚上进行张贴文章交流。大会于 4 月 16 日下午组织与会中外专家观光市容:游览了豫园、参观了南浦大桥和杨浦大桥,代表们对改革开放上海的建设速度和日新月异的变化表示了无比的赞誉。

会议期间还举办了一个“微型”产品介绍会,SHINRON Co., 美中科技公司, J. A. Woollam Co. Inc., 等公司分别作了产品介绍和有关资料展示。会议于 4 月 17 日下午进行了简短闭幕式,由大会节目委员会主席陈益新教授宣布'94 TFPA 会议顺利结束。

(黎凤)