

KTP 离子交换光波导及特性

李玉善 马少杰

(中国科学院长春物理研究所, 130021)

近藤由纪子

多田邦雄

(日本东京大学生产技术研究所) (日本东京大学工学部电子工学科)

摘 要 报道了制备 Z-切 KTP Rb/Ba 离子交换平面光波导的方法, 给出了较理想的 Rb 和 Ba 的 mol% 比, 测量了光波导层的光损伤感度和晶格常数变化。实验结果表明: 光损伤感度为 $1.2 \sim 2.3 \times 10^{-10} \text{ cm}^2/\text{J}$, 它与掺 Ba 的含量和热退火工艺无关; 晶格常数的变化为 0.42~0.25%, 它随着掺 Ba 含量的增加而减少。

关键词 KTP 离子交换, 光损伤感度, 晶格常数。

1 引 言

由于 KTP 晶体具有大的非线性光学系数, 高的光学损伤阈值和很好的温度稳定性, 因此是制作产生二次谐波器件的好材料。同时, 它有大的电光系数和小的介电常数, 因此在集成光学领域都用它作为制作波导电光器件的衬底材料。KTP 还可以弥补 LiNbO₃ 电光波导器件的不足, 克服其在可见光和 0.8 μm 激光区因输入光功率大于几百 μW 时伴随着光损伤引起大的退极化, 使两个正交模间产生不需要的串路干扰的缺点。

近年来研究 KTP 离子交换光波导的电光调制器、二次谐波发生器等成为国际热门课题^[1~5]。并发表了很多有关 KTP 离子交换光波导的电光和倍频器件研究报告。但是对制备 KTP 离子交换光波导的稳定性、重复性以及光波导层的光学损伤、晶格畸变等研究还未见报道, 作者曾报道过 LiTaO₃ 质子交换光波导层的晶格常数变化和光学损伤等有关研究^[6]。

本文主要阐述了 KTP Rb/Ba 离子交换光波导的制备条件, 利用 X-射线衍射法测量光波导层的晶格常数变化及使用 Ar 离子激光全息法构成波导光栅并测量了它的光折射率变化即光损伤感度。

2 KTP 离子交换光波导的制备

将光学抛光并清洗过的 Z-切 KTP 基板 ($10 \times 2 \times 1.5$) mm³ 和盛有 RbNO₃、Ba(NO₃)₂ 混合盐的刚玉舟分别置于交换炉内, 加热炉温到 370°C, 并在此温度下保持 60 分钟以便混合盐充分融化。随后降温到预定的交换温度, 将 KTP 衬底放入炉内的刚玉舟中进行交换。经过预

定交换时间后将样品从舟中取出重新置于炉内并开始降低炉温,待降到室温后将样品从炉中取出用去离子水清洗干净。离子交换和热处理条件如表 1 所示。交换温度和时间分别为 320℃~340℃和 10~45 分, $\text{RbNO}_3 \cdot \text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ mol% 比分别为 97·3、93·7、85·15,热退火温度和时间分别为 325℃和 80 min。利用金红石棱镜耦合器观察了波导模(TE、TM)的传输线和由棱镜输出的 m 线(分别在 633 nm 和 514.5 nm 波长下)。

Table 1. Sample preparation

sample	exchanged source		exchanged process		annealing	
	Ba(NO ₃) ₂	RbNO ₃	temprature	time	temprature	time
	Ba(mol%)	Rb(mol%)	(°C)	(min)	(°C)	(min)
KTP ₁₁	3	97	320	45	325	80
KTP ₁₂	3	97	340	45		
KTP ₁₈	7	93	340	45		
KTP ₂₁	15	85	320	10	325	80

在形成 KTP 离子交换光波导时,由于 KTP 晶体中的 K⁺ 离子被 RbNO₃ 盐中的 Rb⁺ 离子置换,在晶体表面形成高折射率层而构成光波导。对于 Z-切 KTP 衬底,当只用 RbNO₃(熔点 310℃)融盐进行交换时,即使采用较高的交换温度,Rb⁺ 离子最大限度也只能渗入晶体表面 1 μm 左右,这一薄层阻碍着自身 K⁺ ⇌ Rb⁺ 的交换既产生阻挡效应,因此不可能再使 Rb⁺ 离子畅通。由于 KTP 晶体表层的折射率增量和离子交换深度极小,故难以维持最低阶导模。当增大交换温度和时间(350℃和 1 小时)时,KTP 衬底变得酥脆并易从 x 面解理^[3],因此很难得到质量好的光波导。为了克服 Rb 的阻挡效应使 K⁺ ⇌ Rb⁺ 交换畅通,在 RbNO₃ 交换盐中添加少量的与 K⁺ 同量级半径的二价 Ba²⁺ 离子[Ba(NO₃)₂],由于 Ba²⁺ 离子起到率先驱逐 K⁺ 离子的作用,从 KTP 衬底表面向深处形成缺 K⁺ 的晶格点使 Rb⁺ 畅通地去占据这个位置。实验上适当选择掺 Ba(NO₃)₂ 含量可获得理想的光波导。值得注意的是由于 RbNO₃ 盐对 KTP 晶体有轻微的腐蚀性,在交换过程中应尽量减少 KTP 衬底在交换液中的浸泡时间。

3 光损伤测量

KTP 离子交换平面光波导层的光损伤测量装置如图 1 所示。将波长为 514.5 nm 的 Ar 离子激光分成两束,分别用反射镜按一定角度反射,使会合的光波相干涉并由金红石输入棱镜耦合到波导平面内并沿 X 方向形成全息光栅又称光波导光栅。Ar 离子激光功率经输出棱镜耦合器耦合输出后被探测器监测。用同一对输入、输出棱镜耦合器将一束波长为 633 nm 的 He-Ne 激光耦合进波导,并通过 Ar 离子激光波导光栅衍射,被输出棱镜耦合输出后,由探测器接收,测得衍射效率 η 为

$$\eta = \sin^2 \frac{\pi \Delta n L}{\lambda \cos \theta_B} \quad (1)$$

式中 Δn 为由 Ar 离子激光引起的折射率变化, L 为 He-Ne 激光在衍射光栅中的作用长度,本实验中 L 就是两个输入、输出棱镜间的距离(4 mm), θ_B 为布拉格衍射角(25 mrad)、 λ 为 He-Ne 激光波长。由实验测出在一定 Ar 离子激光功率下构成的光波导光栅衍射效率 η ,通过(1)式计算出光折射率的变化 Δn 。衍射光功率与 Ar 离子激光照射时间曲线如图 2 所示。由图 2 可见,在 Ar 离子激光照射的开始瞬间衍射光功率几乎直线上升,经过一定时间达到饱和。在

这个直线范围内的光折射率变化 Δn 与光能量密度之比为光损伤感度。在测量时必须注意使 He-Ne 光束位于棱镜底的中心部传输, 以此提高衍射效率。因此, 要调节聚焦透镜的位置使 He-Ne 聚焦束宽远小于 Ar 离子激光在波导中的束宽, 同时要控制 He-Ne 激光功率使之小于 $20 \mu\text{W}$, 以避免 He-Ne 激光在波导中产生光损伤, 另外, 在探测器前插入滤波器以除掉 Ar 离子背景光。

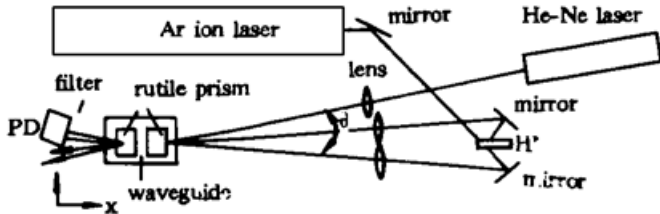


Fig. 1 Experimental arrangement for measurement of photorefractivity

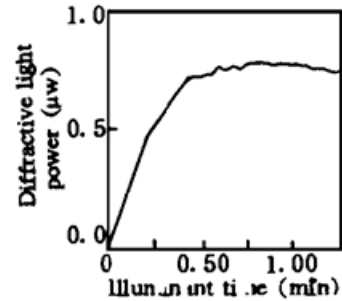


Fig. 2 Relations of between diffractive light power and illumination time of Ar ion laser

4 晶格常数测量

本实验中采用的 X 射线双晶衍射系统如图 3 所示。测量中使用 $\text{CuK}\alpha_1$ 射线 ($\lambda = 0.15405 \text{ nm}$), 单色器的反射面采用 GaAs 晶体的(004)面, 被测样品面是 KTP 晶体的(008)面、X 射线布拉格衍射角 θ_B 的表达式为

$$\theta_B = \sin^{-1}(l\lambda/2c) \tag{2}$$

式中 $l = 8$, c 是待求的晶格常数。因为基板的晶格常数 $C_s = 1.058 \text{ nm}$ 是已知的, 所以由(2)式可确定基板的 θ_{Bs} 。将实测波导层的 θ_{BW} 代入(2)式, 可求出光波导层的晶格常数值 C_w 。晶格常数的变化量 $\Delta c/c$ 是基板和波导层的衍射布拉格角之差 $\Delta\theta_B$, 可由式

$$\Delta c/c = - \Delta\theta_B \text{ ctg } \theta \tag{3}$$

求得。当 $\Delta\theta_B < 0$ 时晶格常数的变化是伸长, 而当 $\Delta\theta_B > 0$ 时晶格常数的变化是缩小。图 4 表示 X 射线双晶衍射仪描绘出的 KTP 基板和离子交换层的两个衍射峰。衍射峰在横坐标上所对应的位置就是布拉格衍射角。由图 4 可见基板的衍射峰高而锐, 而离子交换层的衍射峰低, 晶格常数的变化是伸长。

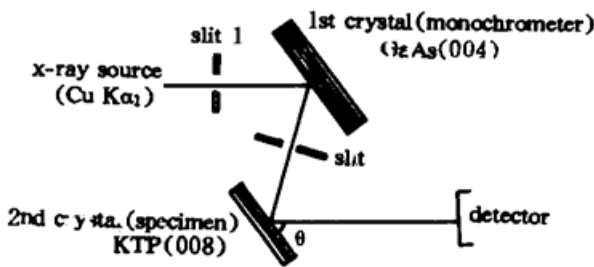


Fig. 3 Measuring system of X-ray rocking curve

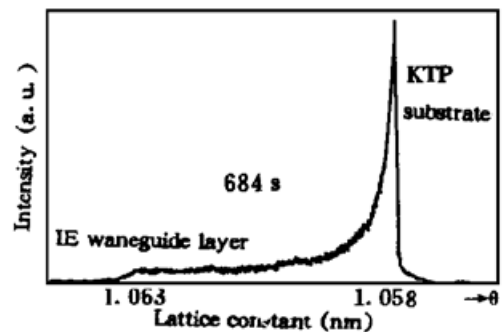


Fig. 4 X-ray rocking curve for KTP-Rb ion-exchanged layer

5 实验结果

图 5 给出了 KTP 离子交换平面光波导的光折射率变化测量结果。图 5(a) 中样品 KTP_{11}

(符号为▲)和样品 KTP₂₁(符号为●)都是使用了 320℃ 的交换温度。只是交换时间和含 Ba mol% 比不同, 样品 KTP₁₁ 是交换时间为 45 分和 3 mol% Ba(NO₃)₂, 而样品 KTP₂₁ 是交换时间为 10 分和 15 mol% Ba(NO₃)₂。图 5(b) 是将样品 KTP₂₁ 在 325℃ 热退火 80 分钟后的测量结果。由图 5 的结果说明 KTP Rb/Ba 离子交换光波导层的光折射率变化基本在 $\Delta n \sim 10^{-6}$ 量级且与 Ba(NO₃)₂ 含量的多少、交换温度和时间及热退火工艺基本没有关系。表 2 列举了部分样品的光损伤感度和晶格常数变化的测量结果。它表明, 晶格常数的变化与交换温度及 Ba(NO₃)₂ 含量密切相关, 还与热退火处理有关。在光功率密度约 230 W/cm³ 范围内光损伤感度基本是 1.2~ 2.3 × 10⁻¹⁰ cm²/J, 它和样品制备条件的改变几乎没有关系。

Table 2. Measure results

sample	Ba (mol%)	lattice constant changes $\Delta c/c$ (%)	pow-or-density (W/cm ²)	optical damage sensitivity (cm ² /J)	mode number
KTP ₁₁	3	0.36	227	2.3 × 10 ⁻¹⁰	2
KTP ₁₂	3	0.42			
KTP ₁₈	7	0.34			
KTP ₂₁	15	0.25	212	1.2 × 10 ⁻¹⁰	7
KTP _{11A}	3	0.06			5
KTP _{21A}	15	~	231	1.7 × 10 ⁻¹⁰	10

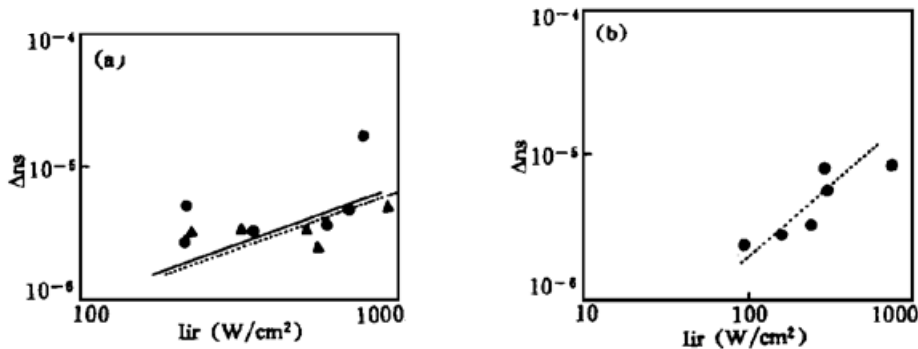


Fig. 5 Relation of photorefractivity and power

▲ 3 mol% Ba(NO₃)₂ exchanged temperature and time 320℃, 45 min, respectively, ● 15 mol% Ba(NO₃)₂ exchanged temperature and time 320℃, 10 min, respectively, annealing temperature 325℃, time 80 min

结 论 在交换温度为 320℃~ 340℃、交换时间为 10~ 45 min 的条件下制备了 Rb/Ba 离子交换 Z-切 KTP 光波导, 测量了该波导层的光学损伤感度和晶格常数变化。通过测量结果可见:

1) 适当选择 RbNO₃ 和 Ba(NO₃)₂ 的 mol% 比和交换温度及时间, 可制备出表面缺陷少、较理想的光波导。本文中选择了 3 mol% Ba(NO₃)₂、交换温度和时间分别为 320℃ 和 45 min。

2) 对于相同的交换温度和时间、当 Ba(NO₃)₂ 的含量增加时波导模数也增加。

3) 晶格常数的变化随 Ba(NO₃)₂ 含量的增加而减少(0.42%~ 0.25%), 另外经过热退火后, 晶格常数的变化变小。这说明离子交换引起的晶格畸变随热退火处理趋于恢复。

4) 光学损伤感度在 1.2~ 2.3 × 10⁻¹⁰ cm²/J, 它与改变交换温度、时间及 Ba(NO₃)₂ 的含量基本没有关系。

5) 光损伤感度与热退火处理几乎无关。

