

文章编号: 0253-2239(2003)04-0422-04

# 采用接触式极化法研制有机聚合物电光波导调制器\*

杨建义\*\* 江晓清 王明华

(浙江大学信息与电子工程学系, 杭州 310027)

**摘要:** 结合器件的整体结构考虑, 对接触式极化方法和工艺进行了研究, 基于接触式极化法, 设计并制作了聚合物电光波导相位和偏振调制器。通过测量器件的偏振调制特性, 在 1550 nm 光波波长下, 获得了最大电光系数为 11 pm/V, 电光相位调制器的半波电压为 45 V。

**关键词:** 导波光学; 光调制器; 有机聚合物; 接触式电极化法

中图分类号: TN256 文献标识码: A

## 1 引言

有机聚合物是极具前途的光波导器件材料之一。经过多年的努力, 人们已经成功地获得了低损耗有机聚合物光波导<sup>[1]</sup>, 并研制出了多种光波导器件, 如阵列波导光栅(AWG)<sup>[2,3]</sup>、热光光开关<sup>[4,5]</sup>、电光调制器<sup>[6,7]</sup>、可变光衰减器<sup>[8]</sup>等。对有机聚合物材料的电光效应进行研究, 开发其在高速光调制方面的功能是拓展聚合物材料应用的必然。在聚合物材料中产生电光效应有多种方法, 目前最为成熟的方法是采用电极化法<sup>[9]</sup>。利用这种方法, 人们研制成功半波电压为 0.8 V 的高效电光调制器<sup>[6]</sup>, 与此同时, 调制带宽也超过了 100 GHz<sup>[10]</sup>。

获得有机聚合物电光材料的方法常用电极化方法, 如电晕式极化法(Corona poling)和接触式极化法(Contact poling)<sup>[9]</sup>。接触式极化法可以进行区域选择性电极化, 且可以控制极化方向, 采用此法可以充分发挥极化电光聚合物所具有的潜在特点, 除在光调制方面的应用外, 还可研制多种光偏振控制器件等<sup>[11,12]</sup>。我们知道, 要获得高性能有机聚合物电光材料, 除材料本身外, 器件整体电极设计及电极化工艺也非常重要, 本文利用旁链型(Side-chain)DR1/PMMA 有机材料<sup>[1]</sup>, 结合器件的整体结构考虑, 对接触式电极化法和工艺进行研究, 并用此法研

制有机聚合物光波导相位和偏振调制器。采用检测偏振态的方法, 测量了该材料的电光系数和电光相位调制器的半波电压。对聚合物电光材料接触式电极化法和电光特性应用的探索, 为进一步的接触式电极化和聚合物材料的电光特性应用打下基础。

## 2 聚合物光波导的设计与制作

本文中所制作的有机聚合物光波导结构如图 1 所示。用于制作器件的电光聚合物材料是旁链型 DR1/PMMA 材料<sup>[1]</sup>: Copoly (Disperse red 1-methyl methacrylate)。在 1550 nm 光波波长下, 测得的 DR1/PMMA 聚合物薄膜折射率: 对 TE 模, 为 1.538; 对 TM 模, 为 1.537。下限制层材料选择为不受 DR1/PMMA 的环戊酮(Cyclopentanone)溶剂损害的紫外固化型环氧树脂 UV15。其在 1550 nm 波长下的薄膜折射率, 对 TE 模和 TM 模均约为 1.502。实验中发现, 在 UV15 薄膜上, 无论是用电子束还是溅射制作的金属薄膜, 包括铝、金、钛、镍等, 均无法经受较高温度, 90 °C 就已经导致金属膜

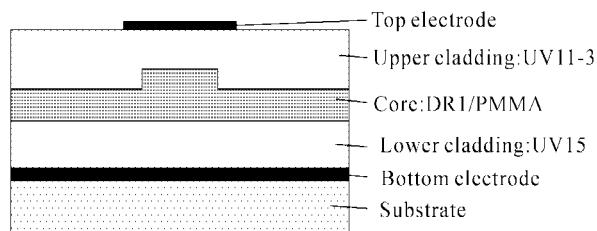


Fig. 1 Schematic diagram of the EO-polymer-based optical waveguide

\* 国家自然科学基金(69907004, 60177012)、国家重点基础研究发展规划项目(973)(G1999033104)资助课题。

\*\* 通信联系人。E-mail: yangjy@zju.edu.cn

收稿日期: 2002-04-02; 收到修改稿日期: 2002-05-29

和 UV15 薄膜起皱, 因此, UV15 不适合作为上限制层材料。另一种紫外固化型环氧树脂 UV11-3 虽然不具有 UV15 那样好的抗丙酮和环戊酮等溶剂的特性, 但在其薄膜上制作金属电极后, 聚合物薄膜与金属膜在高温下(指 90~120 °C)却均可以保持完好。测得 UV11-3 薄膜的折射率低于 DR1/PMMA, 约为 1.505(对 TE 膜和 TM 膜)。为此我们选用了 UV11-3 作为上限制层材料。

根据以上材料的选择, 我们设计了脊型聚合物光波导为芯区厚度为 3 μm, 宽度为 5 μm, 脊高 0.7 μm。为避免上下金属电极对波导 TM 膜的吸收, 设计的上下限制层厚度均为 4.5 μm。

实验中用的衬底材料是表面热氧化了 2.4 μm 厚 SiO<sub>2</sub> 的硅片。在用电子束镀了一层金属铝后, 采用旋转匀膜方法分别制作了下限制层 UV15 和芯层 DR1/PMMA 薄膜。下限制层 UV15 需先经紫外光固化, 随后置于 90 °C 烘箱中烘 1 h。DR1/PMMA 的薄膜制作则需要先将 DR1/PMMA

粉末按 0.2 g:1 mol 的比例溶于环戊酮中, 再经 0.2 μm 的过滤器过滤后才可使用, 所匀的 DR1/PMMA 薄膜随后需置于 90 °C 烘箱中 12 h 以上。脊波导是通过反应离子刻蚀(RIE)制作完成的。经过 90 °C 烘箱中坚膜后的 AZ5209 光刻胶, 对其进行反应离子刻蚀, 刻蚀的速率要低于 DR1/PMMA 的速率, 所以可以直接作为聚合物波导的反应离子刻蚀掩膜。上限制层 UV11-3 薄膜的成膜与固化程序与 UV15 相同。上电极同样采用金属铝, 通过电子束蒸发、光刻与铝刻蚀完成。

### 3 电光聚合物的接触式极化

图 2 给出了用于电极化聚合物薄膜接触式极化的装置示意图。装置中, 电极化样品被置于半导体致冷片(Thermo-electric cooler)上, 电极化过程中所需的温度升降将由控制半导体致冷片的温度来实现。

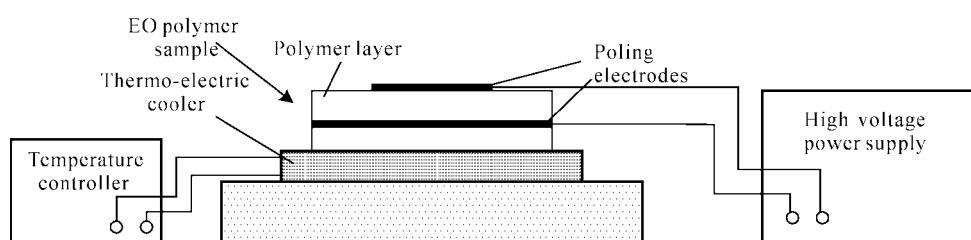


Fig. 2 Schematic diagram of the contact-poling setup for polymer-based EO modulators

通常, 器件的电极化过程可以在芯区成膜后直接进行, 极化后再完成波导、上限制层与上电极的制作。这样的过程可以保证极化电压大部分加在芯区的电光聚合物材料上。然而在实验中, 由于上限制层的固化过程需要经受较长时间的紫外光照射和 90 °C 温度烘烤, 将对电极化后的聚合物电光效应的维持极为不利, 所以我们是在完成器件的所有结构制作工艺过程后才进行聚合物电光效应的电极化过程的。虽然这会要求在电极化中加以更高的极化电压, 但却可以避免了紫外光照射和高温可能导致的材料电光效应的衰减。

电极化过程中, 极化温度和极化电压是影响聚合物材料电光效应的主要因素。由于所采用的旁链型 DR1/PMMA 材料的玻璃态温度(Glass temperature)  $T_g$  约为 125 °C, UV15 可经受的温度为 176 °C, UV11-3 的温度则为 121 °C, 实验中极化温度设在 115 °C 附近。高的极化电压有利于激发材料的电光效应, 但是由于电极化时聚合物薄膜所能

承受的最高电压是有限的, 极化电压需要低于材料的击穿电压。实验发现, 聚合物薄膜的击穿电压与极化温度密切相关, 高的极化温度下材料所能承受的最高极化电压要低。

图 3 给出一个电极化实验中所采用极化温度与极化电压以及所测得的极化电流的典型参量。电极化中样品上的极化区域面积约为 0.1 cm<sup>2</sup>。图中时间段 I 为极化起始阶段, 极化温度已经达到设定温度, 随着极化电压上升, 可以发现所监测到的极化电流开始缓慢上升。当极化电流有着较大变化时, 应适当放慢极化电压上升速度, 并注意防止电压过高而致使聚合物薄膜击穿。时间段 II 为稳定极化过程, 此时极化温度与极化电压均维持在设定值, 而极化电流则随时间先是迅速下降, 随后缓慢趋于稳定。实验发现, 极化电流一直处于下降趋势中, 只是随时间变化, 下降趋势越来越缓慢。通常达到一定时间, 当极化电流处于相对稳定状态后, 极化进入时间段 III, 极化温度被降至常温附近, 极化电压还保持在设

定值,极化电流则随温度下降而会迅速降至零值。经过时间段IV的一定时间的冷却态后,时间段V则是降压阶段。至时间段VI,聚合物电光材料的整个接触式极化过程便完成了。

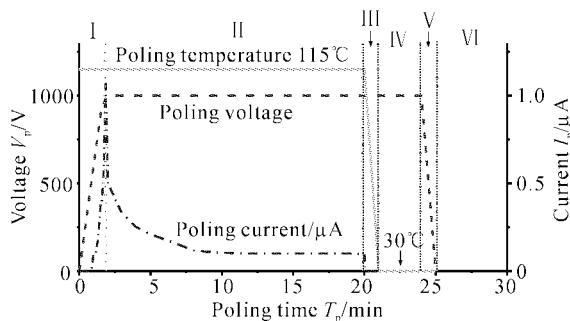


Fig. 3 A typical parameters of the applied temperature and voltage and the monitored electric current in our poling experiments

#### 4 电光相位/偏振调制器的测试

本文所研制的聚合物电光调制器是单波导的相位光调制器。如图1所示的电光调制器,经过接触式电极化处理后,在上下两电极加上一定的电压后,即可实现对TM模(或TE模)的相位调制。对此电光相位调制器进行测试,一是可以通过相干检测进行;另外则是可以利用器件波导中TE模和TM模的相位调制差,以检测偏振态方法实现。在后者,器件实际上表现为电光偏振调制器。本文采用后一种方法对电极化效果与聚合物电光相位调制器特性进行测试。

测试使用的激光光源波长为1550 nm。从光源输出的光先经过一偏振角为45 °的偏振器,再输入被测样品,以此保证输入波导的光波同时激励起等幅TM模与TE模。由于极化后的电光聚合物的电光系数 $r_{33}$ 和 $r_{31}$ 有近似关系<sup>[13]</sup>:

$$r_{31} \approx \frac{1}{3} r_{33},$$

随外加调制电压变化,TM模与TE模间相位差的变化可以表示为

$$\Delta\varphi_{TM-TE} \approx \frac{2\pi n_e^3 r_{33}}{3\lambda} \frac{V}{d} \Gamma L, \quad (1)$$

其中 $V$ 为外加调制电压, $d$ 为上下电极间聚合物薄膜厚度, $L$ 为调制电极长度, $n_e$ 近似为芯区材料折射率, $\Gamma$ 为调制电场与波导中光场的重叠积分因子。这样,TM模与TE模间相位差将随外加电压变化而变化,导致器件输出光场的偏振状态也会在45°方

向偏振、左旋圆偏振、-45°方向偏振和右旋圆偏振间变化。利用这一偏振态变化特点,在输出端放置一偏振角为45°的偏振器,便可检测出随调制电压变化而出现的光强度变化。

图4所示为所研制电光聚合物光调制器的波导输出光场近场图形。图5给出了所测得的一个聚合物电光偏振调制器的调制特性曲线。图中分离点为不同调制电压下所测得的器件输出光强,实线为正弦曲线拟合。此图所对应的器件的接触式极化温度为115 °C,极化电压1000 V,极化时间为15 min。对所测数据进行分析可得,调制特性曲线的周期 $V_{2\pi}$ 约为159 V。由式(1)可得电光系数表达式

$$r_{33} \approx \frac{3\lambda d}{n_e^3 V_{2\pi} \Gamma L}, \quad (2)$$

此时,器件的调制长度 $L$ 为1.6 cm,积分因子 $\Gamma$ 约为0.64,可得电光系数 $r_{33}$ 为9.4 pm/V。当这一器件作为光波导相位调制器使用时,其半波电压 $V_\pi$ 为53 V。

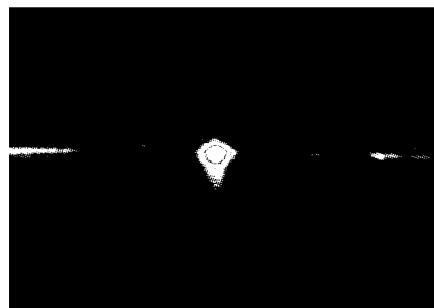


Fig. 4 The near field of the output from a polymeric waveguide

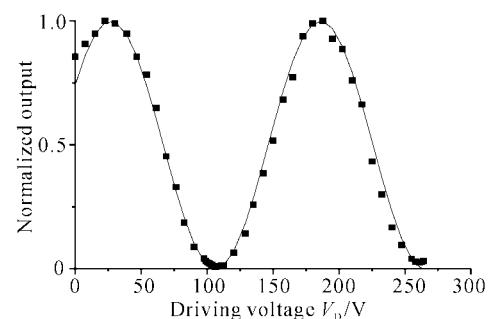


Fig. 5 The modulation characteristic of a polymer-based EO polarization modulator

由于不同电极化条件对极化结果会有着较大影响,改变极化温度、极化电压与极化时间等,进行了更多的接触式电极化实验以及器件调制特性测试。实验结果表明,虽然高的极化温度、大的极化电压以及长的极化时间有助于实现大的聚合物电光效应,

但是由于材料可能的电光效应是有限的(目前的多次实验结果所获得的最大电光系数为 11 pm/V),三个极化参量之间在一定程度上是可以互补的,而其中极化时间是最可以灵活控制的极化参量。也就是说,相对低的电压和温度下,采取长的极化时间同样可以达到大的极化效果。如在 120 ℃ 和 1000 V 下,电极化 15 min,我们获得了约 11 pm/V 的电光效应,而在 115 ℃ 和 900 V 下,电极化时间加长至 30 min,获得了同样的结果,相对应的电光相位调制器的半波电压为 45 V。

**结论** 本文对有机聚合物电光材料的接触式电极化法进行了研究,结合实验结果,分析了各电极化参量对电极化效果的影响,并研制了基于聚合物材料的电光相位和偏振调制器。采用 DR1/PMMA 电光聚合物材料,在 1550 nm 光波波长下,获得了最大电光系数为 11 pm/V 的电光效应,电光相位调制器的半波电压为 45 V。本文对聚合物电光材料接触式电极化法和电光特性应用的探索,为接触式极化和聚合物材料的电光特性应用打下基础。

## 参 考 文 献

- 1 Eldada L, Shacklette L W. Advances in polymer integrated optics. *IEEE J. Sel. Top. on Quant. Electron.*, 2000, **6**(1):54~68
- 2 Kcil N, Yao H H, Zawadzki C et al.. Athermal all-polymer arrayed-waveguide grating multiplexer. *Electron. Lett.*, 2001, **37**(9):579~580
- 3 Watanabe T, Inoue Y, Kaneko A et al.. Polymeric arrayed-waveguide grating multiplexer with wide tuning range. *Electron. Lett.*, 1997, **33**(8):1547~1548
- 4 Diemeer M, Dobbelaere P D, Flipse R. *Polymeric Thermo-Optic Digital Optical Switches*. In: *Integrated Optical Circuits and Components*, Murphy E ed.. New York: Marcel Dekker Inc., 1999, 239~302
- 5 Yang Jianyi, Jiang Xiaoqing, Yang Fanghui et al.. Study of  $1 \times 2$  total-internal-reflection thermo-optic polymeric switches. *Chinese J. Semiconductors* (半导体学报), 2002, **23**(7):741~745 (in Chinese)
- 6 Shi Yongqiang, Zhang Cheng, Zhang Hua et al.. Low (Sub-1-Volt) halfwave voltage polymeric electro-optic modulators achieved by controlling chromophore shape. *Science*, 2000, **288**(5463):119~122
- 7 Zhou Yi, Qiu Wei, Jin Guoliang et al.. Polymeric electrooptic modulator with full symmetric push-pull operation. *Acta Optica Sinica* (光学学报), 1998, **18**(3): 351~356
- 8 Noh Y O, Yang M S, Won Y H et al.. PLC-type variable optical attenuator operated at low electrical power. *Electron. Lett.*, 2000, **36**(24):2032~2033
- 9 Hari Singh Nalwa, Seizo Miyata. *Nonlinear Optics of Organic Molecules and Polymers*. Boca Raton: CRC Press, 1997
- 10 Chen Datong, Bhattacharya D, Udupa A et al.. High-frequency polymer modulators with integrated finline transitions and low  $V_{\pi}$ . *IEEE Photon. Technol. Lett.*, 1999, **11**(1):54~56
- 11 Min-Chol Oh, Sang-Yung Shin, Wol-Yon Hwang et al.. Wavelength insensitive passive polarization converter fabricated by poled polymer waveguides. *Appl. Phys. Lett.*, 1995, **67**(13):1821~1823
- 12 Min-Cheol Oh, Sang-Yung Shin, Wol-Yon Hwang et al.. Poling-induced waveguide polarizers in electrooptic polymers. *IEEE Photon. Technol. Lett.*, 1996, **8**(3): 375~377
- 13 Teng C. *High-Speed Electrooptic Modulators from Nonlinear Optical Polymers*. In: *Nonlinear optics of organic molecules and polymers*. Hari Singh Nalwa, Seizo Miyata ed.. Boca Raton: CRC Press, 1997. 441~464

## Study of Polymer-Based Electrooptic Modulators Using Contact Poling

Yang Jianyi Jiang Xiaoqing Wang Minghua

(Department of Information Science & Electronics Engineering,  
Zhejiang University, Hangzhou 310027)

(Received 2 April 2002; revised 29 May 2002)

**Abstract:** The contact poling is employed to study polymer-based electrooptic (EO) modulators. The contact poling method and technology are investigated for the designed device structure. EO phase and polarization modulators are fabricated by using contact poling. Working at 1550 nm, a phase or polarization modulator is demonstrated with a half-voltage of 45 V and the electrooptical coefficient of 11 pm/V by measuring polarization modulation of the poled devices.

**Key words:** guiding wave optics; optical modulator; polymer; contact poling