

文章编号: 0253-2239(2005)05-629-4

## 硅树脂材料热光特性的测试与分析

张小康<sup>1,2</sup> 廖常俊<sup>2</sup> 刘沛强<sup>1</sup> 张 红<sup>1</sup> 周俊生<sup>1</sup> 刘颂豪<sup>2</sup>

(<sup>1</sup> 华南理工大学物理科学与技术学院, 广州 510640)  
(<sup>2</sup> 华南师范大学信息光电子科技学院, 广州 516031)

**摘要:** 用激光-V 棱镜装置测得耐热型硅树脂在 632.8 nm 和 650 nm 波长上的热光系数分别为  $-3.3 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$  和  $-3.6 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ 。以石英玻璃为衬底, 用该材料制作了平板波导, 用棱镜耦合法测量了不同温度下波导的有效折射率, 利用平板波导模式本征方程求解出不同温度下波导层的膜厚与折射率, 分析了有效折射率随温度变化的特点。根据导波层折射率与厚度的变化和高分子材料的克劳修斯-莫索提公式, 分析出该材料的极性分子较大, 是引起负热光系数大的原因。该材料适合用于研制低功耗、与塑料光纤匹配的短距离光通信热光开关。

**关键词:** 光学材料; 热光系数; 激光-V 棱镜; 棱镜耦合法; 平板波导; 耐热型硅树脂

中图分类号: O561.2; O484.4; TN252 文献标识码: A

## The Test and Analysis for Thermo-Optic Effect of Silicon Resin

Zhang Xiaokang<sup>1,2</sup> Liao Changjun<sup>2</sup> Liu Peiqiang<sup>1</sup> Zhang Hong<sup>1</sup>

Zhou Junsheng<sup>1</sup> Liu Songhao<sup>2</sup>

(<sup>1</sup> College of Physical Science & Technology, South China University of Technology, Guangzhou 510640)  
(<sup>2</sup> Information and Opto-Electronic Technology Institute, South China Normal University, Guangzhou 516031)

**Abstract:** The calorescence coefficients of silicon resin reached  $-3.6 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$  at 650 nm, and  $-3.3 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$  at 632.8 nm which were tested by V prism device. A silicon resin waveguide is formed on a quartz substrate and its effective refractive indexes  $N$  at different temperatures are detected by coupled prism method. The thickness  $h$  and refractive index  $n_1$  of the film at different temperatures are calculated and these results show that the variety of  $N$  comes from the  $n_1$  and the reflection angle of guided wave on the boundary. The experimental results of waveguide reveal that the larger calorescence coefficients of silicon resin are induced by the larger orientational polarizability of the molecules in the material and it can be useful in making the thermo-optic switch of low power dissipation in short-range networks.

**Key words:** optical material; calorescence coefficient; laser-V prism device; coupled prism method; waveguide; heat-resistant silicone resin

### 1 引 言

利用材料折射率随温度发生变化这一热光效应, 可制作出许多种全光网络所需要的器件。早在上世纪九十年代初, 荷兰的 Akzo Nobel Photonics 公司就用有机材料制作出了热光开关<sup>[1]</sup>。目前, 美国、韩国和日本等国已利用热光效应制作出了耦合器、滤波器、可调光衰减器、数字光开关等器件<sup>[1]</sup>; 国内也有人用有机聚合物聚甲基丙烯酸甲酯

(PMMA)、绝缘体上硅 (Silicon-On-Insulator, SOI) 和有机聚合物 (Ultradle) 等材料研制热光开关和热光耦合器<sup>[2~7]</sup>。

与无机玻璃材料相比, 有机聚合物材料具有低导热率和高的热光系数。热光系数大则开关驱动功率小; 导热率低则开关速度小, 在毫秒 (ms) 数量级。但聚合物材料成本低廉, 制作光波导的工艺简单。因此, 聚合物光开关在传输速度要求不高、与塑料光纤匹配的短距离光通信中具有重要的应用价值。

作者简介: 张小康 (1957~), 女, 华南理工大学副教授, 主要从事集成光学器件的研究。E-mail: kanglinw@tom.com

收稿日期: 2004-08-17; 收到修改稿日期: 2004-10-10

在聚合物材料中,有机硅树脂类具有热稳定性高、抗老化和热光系数大等特点。日本已用一种硅树脂材料研制了波长可调的阵列波导光栅(AWG)<sup>[8]</sup>和与塑料光纤匹配的光波导<sup>[9]</sup>。经过遴选,本文找出了可用于制作波导器件的耐热型硅树脂。用激光-V棱镜装置,测量了不同波长上材料的折射率随温度的变化,推导出了材料在不同波长上的热光系数;用该材料制作了平板波导,用棱镜耦合法测量了不同温度上波导的有效折射率,研究了导波层厚度与折射率随温度的变化特点;分析了影响材料热光特性的主要因素。

## 2 热光特性的测量

### 2.1 实验原理与装置

当一束垂直于V棱镜入射面的激光进入V棱镜后,若被测试样的折射率*n*与V棱镜折射率*n*<sub>0</sub>

相同,激光束将不偏折地通过V棱镜;若被测试样的折射率*n*与*n*<sub>0</sub>有差异时,激光束将按折射定律发生偏折,如图1所示。若测得出射激光束的偏折角*H*,按照折射定律,*H*与*n*之间的关系为

$$n = \sqrt{n_0^2 + \sin H \sqrt{n_0^2 - \sin^2 H}}, \quad (1)$$

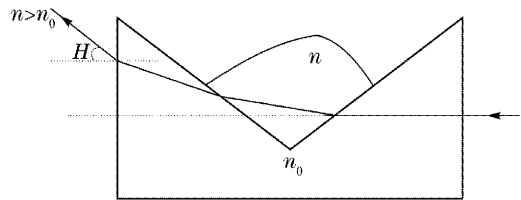


图1 V棱镜测折射率原理

Fig.1 Principle of testing refractive index by V-prism  
实验装置光路如图2所示。标尺上配有游标。游标上带有便于判断光斑位置的标志,最小读数为0.1 mm,眼睛判断误差小于0.2 mm,折射率测量误差小于0.0001。

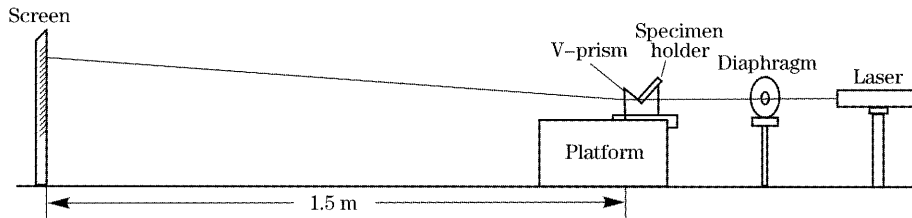


图2 实验装置

Fig.2 Experimental system

### 2.2 材料的制备与测量结果

选用德国瓦克公司生产的耐热型硅树脂Ren60,用0.45 μm的过滤器对材料进行过滤后,装入比色皿。将比色皿放在表面温度为60℃的敞口的恒温器上,经过一周的加热挥发后,再加热至200℃,在200℃上维持2 h。经高温固化后,材料净重只有装瓶时的63.33%。该材料的固体含量为63%,基本上已完全固化。

将装有材料的比色皿放入V棱镜中,滴入适量的折射率匹配液,使直角棱镜与V棱镜之间没有空气隙,读取激光经过V棱镜与比色皿后入射到标尺上光斑中心的位移*x*<sub>1</sub>,扣除激光在棱镜出射端的位移*x*<sub>0</sub>,设*x*<sub>1</sub> - *x*<sub>0</sub> = *x*,激光的偏折角为

$$H = \arctan(x/y). \quad (2)$$

在V棱镜与比色皿之间放入温度计探头。探头插入到V棱镜底部,三者尽量相互靠近。对V棱镜与比色皿进行冷冻后,再在V棱镜周围放置冰块,在其温度缓慢上升到室温的过程中进行测量。或将V

棱镜与比色皿加热,在温度下降到室温的过程中进行测量。分别测量了材料对波长为632.8 nm和650 nm的激光的折射率随温度的变化规律,如图3所示。图中右边纵坐标上的数值是相应的光斑位置*x*。

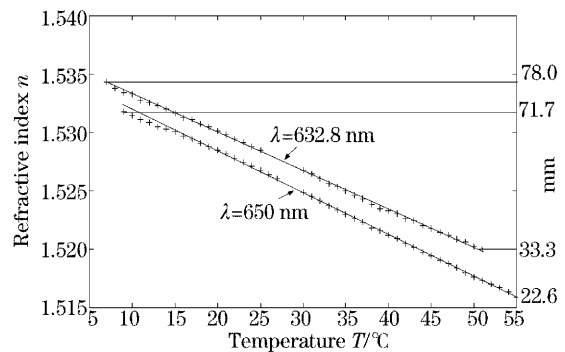


图3 温度对折射率的影响

Fig.3 Effect of temperature on refractive index

从图3可看出,材料的折射率随温度的升高而减小,这种现象称为材料的负热光效应,其大小用热光系数∂*n*/∂*T*来量度。由图3可得到材料在

632.8 nm 和 650 nm 波长上的热光系数分别为  $-3.3 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$  和  $-3.6 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ 。

### 3 热光特性分析

由平板波导芯层的折射率与厚度随温度的变化以及克劳修斯-莫索提公式, 可以分析出造成该材料热光系数大的原因。

#### 3.1 平板波导参量随温度的变化

以石英玻璃作衬底, 用匀胶机制作了硅树脂平板波导, 甩膜速度为 7.70 r/min。波导经  $60^{\circ}\text{C}$  下烘烤 5 d 后, 加热至  $200^{\circ}\text{C}$ , 并在高温下维持半小时。用棱镜耦合波导仪测试同一平板波导在不同温度下的 TM 模的  $m$ -线实验曲线如图 4。图中的纵坐标是棱镜底部反射光光强对应的电压值; 横坐标是棱镜从入射面垂直于入射光开始所转过的角度  $\phi$ , 顺时针转动为正。从图 4 可以看出, 不同温度下,  $m$ -线发生了明显变化。

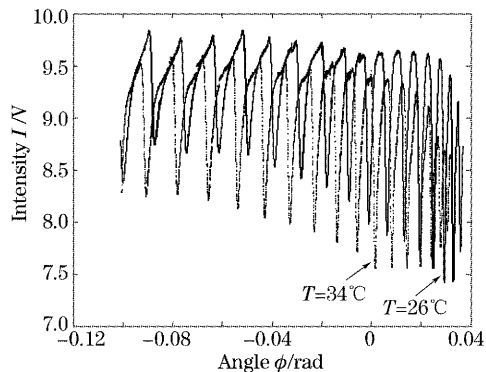


图 4 不同温度时的  $m$ -线实验曲线

Fig. 4 The experiment curves of  $m$ -line in different temperatures

根据精确测量的反向扫描的  $m$ -线前三个波谷所对应的同步角  $\phi$ , 以及公式(3), 计算出波导的有效折射率, 如表 1。

表 1 不同温度下波导的有效折射率

Table 1 The effective refractive indexes  $N_m$  at different temperature

	$m=7$	$m=8$	$m=9$
26 $^{\circ}\text{C}$	1.5103	1.5063	1.5017
34 $^{\circ}\text{C}$	1.5081	1.5041	1.4994
$\Delta N$	-0.0022	-0.0022	-0.0023

$$N = n_p \sin \left[ \alpha + \arcsin \left( \frac{n_2}{n_p} \sin \phi \right) \right], \quad (3)$$

式中  $n_p$  和  $\alpha$  分别是棱镜的折射率和底角;  $n_2$  是空气的折射率。显然, 当温度  $T$  增大时, 同一模序数  $m$  的

有效折射率减小了。

由同一温度下, 连续分布的三个有效折射率, 可以求解出薄膜的折射率和膜厚度。上述的有效折射率值相应的传播常量  $\beta$  为

$$\beta = Nk_0, \quad (4)$$

将同一温度下的三个传播常数代入相应模序数的平板波导模式本征值方程:

$$\kappa h = m\pi + \arctan \left( \frac{p}{\kappa} \right) + \arctan \left( \frac{q}{\kappa} \right), \quad (5)$$

式中

$$\kappa = (k_0^2 n_1^2 - \beta_m^2)^{1/2}, \quad (6)$$

$$p = (\beta_m^2 - k_0^2 n_2^2)^{1/2}, \quad (7)$$

$$q = (\beta_m^2 - k_0^2 n_3^2)^{1/2}, \quad (8)$$

由三个形式为(5)式的方程构成的方程组, 利用 Matlab 软件, 可求解出许多组  $n_1$ 、 $h$  和  $m$ 。再根据  $m$  的已知值, 取同一组解中的薄膜厚度和折射率, 其结果如表 2 所示。

表 2 不同温度下薄膜的厚度和折射率

Table 2 Thickness and refractive indexes of the film

$T/^{\circ}\text{C}$	$n_1$	$h/\mu\text{m}$
26	1.5255	11.75
34	1.5235	11.77

从表 2 可看出, 在不同温度下, 不仅薄膜的折射率发生了变化, 薄膜的厚度也发生了微小变化。

根据波导有效折射率的定义:

$$N = n_1 \sin \theta, \quad (9)$$

上式中  $\theta$  是波导中的平面波在分界面上的入射角。利用表 1 和表 2 中的数据, 计算出不同温度下的入射角  $\theta$  如表 3 所示。

表 3 导波在分界面上的入射角  $\theta/^{\circ}$

Table 3 Incident angle  $\theta$  of the guided wave at the interface

$T/^{\circ}\text{C}$	$m=7$	$m=8$	$m=9$
26	81.91	80.90	79.87
34	81.85	80.85	79.80

在讨论的温度范围内, 石英玻璃与空气的折射率随温度的变化可忽略不计。因此, 波导传输特性随温度的变化可看作仅受导波层材料的热光特性的影响。从表 2 和表 3 可看出, 当  $T$  增大时,  $n_1$  减小, 波导在分界面上的入射角  $\theta$  减小。因此, 波导的有效折射率  $N$  变化中, 包括了  $n_1$  的变化和导波在分界面上的入射角  $\theta$  的变化。从而, 波导的传输模式结构也发生了变化。

从表 1 看到, 不同模序数的  $N$  随温度的变化为  $\Delta N = -0.0022 \sim -0.0023$ 。由于  $N$  不仅与导波层

材料的折射率与厚度有关,还与衬底和上包层材料的折射率  $n_2$  和  $n_3$  有关,  $N$  随温度的变化是一个很复杂的问题。即使忽略  $n_2$  和  $n_3$  随温度变化的情况下,对同一波导结构,不同模序数的  $N$  随温度的变化是否相同,也还须作进一步的研究。

### 3.2 材料热光特性分析

材料的折射率主要由其密度  $\rho$  和极化率  $\alpha$  所决定。极化率包括电子极化( $\alpha_e$ )、原子极化( $\alpha_a$ )、取向极化( $\alpha_o$ )和界面极化。电子极化发生在 X 射线、紫外和可见光的频段( $10^{15} \sim 10^{18}$  Hz);原子极化发生在( $10^{11} \sim 10^{15}$  Hz);界面极化发生在更低频率范围,只是对不均匀材料才有这种极化。对于均匀的高分子材料,折射率可用克劳修斯-莫索提公式表示<sup>[10]</sup>:

$$\frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} = \frac{4\pi}{3} \cdot \frac{\rho}{M} N_A \alpha = \frac{4\pi}{3} \cdot \frac{\rho}{M} N_A (\alpha_e + \alpha_a + \alpha_o), \quad (10)$$

式中  $M$  为介质的分子量,  $N_A$  为阿佛加德罗常量。温度对折射率的影响主要来源于介质密度  $\rho$  和取向极化率随温度的变化  $\alpha_o$ 。取向极化率  $\alpha_o$  与温度有直接关系<sup>[10]</sup>:

$$\alpha_o = \frac{\mu^2}{3kT}, \quad (11)$$

式中  $\mu$  为分子的永久偶极矩;  $k$  为玻尔兹曼常量。

为了便于讨论,将(10)式表示为

$$n^2 + 2 = 1 / \left( 3 - \frac{4\rho\alpha_o}{M} \right), \quad (12)$$

从(11)式和(12)式可看出,当  $T$  增大时,  $\alpha$  减小,导致  $n$  减小。

从表 2 可看出,当  $T$  增大时  $\rho$  仅有微小的减小,因此温度变化时,影响折射率的主要因素是  $\alpha$ 。可见硅树脂材料的分子偶极矩大,是一种极性较大的材料。

## 4 结 论

用激光-V 棱镜装置,测试了耐热型硅树脂材料在 632.8 nm 和 650 nm 波长处的热光系数。用该材料制作平板波导,从实验上观测到,当温度  $T$  增大,材料折射率  $n_1$  减小时,波导的有效折射率  $N$  减小,波导的传输模式结构也发生了变化。而且,不同模序数的  $N$  的变化  $\Delta N$  相差  $0 \sim 0.0001$ 。

根据实验与理论分析,遴选出的硅树脂是极性分子构成的材料,其较大的分子偶极矩是造成材料热光系数大的主要因素。该材料在 650 nm 波长上的热光系数可达  $-3.6 \times 10^{-4} / ^\circ\text{C}$ ,适合于研制低耗能的、与塑料光纤匹配的、可用于短距离光通信的热光开关。

致谢 感谢德国瓦克化学品公司上海办事处黄忠连工程师多次热心帮助。

### 参 考 文 献

- 1 Mike Cowin. Telecoms poised to profit from polymer photonics [J]. *Fiber Systems International*, 2001. 24~26
- 2 Jia Zhenhong, Delimurat. Tusun, Li Rui *et al.*. Thermo-optic switch based on polymer PMMA/DR1 waveguides [J]. *J. Xinjiang University*, 2001, **18**(4): 385~387 (in Chinese)  
贾振红, 地里木拉提·吐尔逊, 李 芮 等. 有机聚合物 PMMA/DR1 热光开关[J]. 新疆大学学报(理工版), 2001, **18**(4): 385~387
- 3 Wei Hongzhen, Yu Jinzhong, Xia Jinsong *et al.*. Mach-Zehnder interferometer thermo-optical modulator with fast response [J]. *Chin. J. Semiconductors*, 2002, **23**(5): 509~512 (in Chinese)  
魏红振, 余金中, 夏金松 等. 快速响应 SOI 马赫曾德热光调制器 [J]. 半导体学报, 2002, **23**(5): 509~512
- 4 Yang Jianyi, Jiang Xiaoqing, Yang Fanghui *et al.*. Polymer thermo-optic switches with Y-branch [J]. *Acta Optica Sinica*, 2002, **22**(6): 735~738 (in Chinese)  
杨建义, 江晓清, 杨方辉 等. Y 分支有机聚合物热光开关的研制 [J]. 光学学报, 2002, **22**(6): 735~738
- 5 Yang Jianyi, Jiang Xiaoqing, Yang Fanghui *et al.*. Study of  $1 \times 2$  total-internal-reflection thermo-optic polymeric switches [J]. *Chin. J. Semiconductors*, 2002, **23**(7): 741~745 (in Chinese)  
杨建义, 江晓清, 杨方辉 等.  $1 \times 2$  全内反射型有机聚合物热光开关的研制 [J]. 半导体学报, 2002, **23**(7): 741~745
- 6 Wang Zhang-tao, Xia Jin-song, Fan Zhong-chao *et al.*. Fabricating of thermo-optic switch in silicon-on-insulator [J]. *Chin. Phys. Lett.*, 2003, **20**(12): 2185~2187
- 7 Luo Duanbin, Yan Kun, She Weilong *et al.*. All optical switch with response time in millisecond magnitude based on azo doped polymer films [J]. *Chin. J. Lasers*, 2004, **31**(1): 92~96 (in Chinese)  
罗锻斌, 严 琨, 余卫龙 等. 毫秒有机聚合物薄膜全光开关 [J]. 中国激光, 2004, **31**(1): 92~96
- 8 S. Toyoda, A. Kaneko, N. Ooba *et al.*. Polarization-independent low-crosstalk polymeric AWG-based tunable filter operating around  $1.55 \mu\text{m}$  [J]. *IEEE. Photon. Technol. Lett.*, 1999, **11**(9): 1141~1143
- 9 H. Mizuno, O. Sugihava, T. Kaino *et al.*. Low-loss polymeric optical waveguides with large cores fabricated by hot embossing [J]. *Opt. Lett.*, 2003, **28**(23): 2378~2381
- 10 Zhu Yongqun. *Basic Concepts and Questions in Polymer Physics* [M]. Beijing: Science Press, 1987. 133 (in Chinese)  
朱永群. 高分子物理基本概念与问题 [M]. 北京: 科学出版社, 1987. 133