

铌酸锂基集成光波导马赫-曾德尔干涉仪的设计、制备及其特性的初步测试

陈 方¹ 刘瑞鹏¹ 祁志美^{1,2}

(¹ 中国科学院电子学研究所传感器技术国家重点实验室, 北京 100190)
² 集成光电子学国家重点联合实验室, 北京 100190)

摘要 设计了具有推挽调制电极和消逝场敏感窗口的铌酸锂(LiNbO₃)基集成光波导马赫-曾德尔干涉仪(MZI)。利用标准微光机电系统(MOEMS)加工工艺结合高温钛内扩散法制备出三维单模 LiNbO₃ 光波导 MZI 阵列芯片,并对芯片进行了端面抛光,实现了光纤-波导端面输入和输出耦合,并初步调查了干涉仪芯片的相位调制特性,结果表明,在 633 nm 波长下其半波调制电压为 5.61 V,干涉条纹对比度为 0.62。当干涉仪芯片被用于生化探测时,这种电光调制功能可用于调节干涉仪芯片的初始相位差和识别其相位差的变化方向。

关键词 集成光学;马赫-曾德尔干涉仪;传感器;铌酸锂光波导

中图分类号 O436; TP212 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/AOS201131.0513001

Design, Fabrication and Characterization of LiNbO₃-Based Integrated Optical Waveguide Mach-Zehnder Interferometer

Chen Fang¹ Liu Ruipeng¹ Qi Zhimei^{1,2}

(¹ State Key Laboratory of Transducer Technology, Institute of Electronics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China
² State Key Laboratory on Integrated Optoelectronics, Beijing 100190, China)

Abstract LiNbO₃-based integrated optical waveguide Mach-Zehnder interferometer (MZI) with push-pull electrodes and evanescent field sensing window is developed. By using standard micro-opto-electro-mechanical-system (MOEMS) technique and titanium-indiffusion method, LiNbO₃ monomode channel waveguide MZI array with modulating electrodes is fabricated. The near-field profile of the guided mode is detected after launching light into the LiNbO₃ waveguide by fiber end-fire coupling. The phase-modulating property of the LiNbO₃ MZI is investigated. The experimental results show that the phase modulation of the MZI is fully reversible and its half-wave voltage V_{π} is 5.61 V, and fringe contrast is 0.62. The phase-modulating capability allows the initial phase of the MZI device to be a quadrature point to make the device work in the linear-response region for biochemical sensor.

Key words integrated optics; Mach-Zehnder interferometer (MZI); sensor; LiNbO₃ optical waveguide

OCIS codes 130.3120; 130.3010; 130.3750

1 引 言

集成光波导生化传感器具有灵敏度高、抗电磁干扰、体积小和无需标记等优点,适合于现场实时检

测^[1~3],在环境监测、医疗诊断、生化探测和药物分析等领域有着广泛应用^[4~8]。单片集成的微型化马赫-曾德尔干涉仪(MZI)是一种常用于集成光生化

收稿日期: 2010-09-26; **收到修改稿日期**: 2010-12-27

基金项目: 国家自然科学基金(61078039)、集成光电子学国家重点联合实验室开放课题和中国科学院“百人计划”择优支持项目资助课题。

作者简介: 陈 方(1983—),男,博士研究生,主要从事集成光学和光波导传感器等方面的研究。

E-mail: mitcf@126.com

导师简介: 祁志美(1967—),男,博士,研究员,主要从事集成光学传感器、纳米敏感材料及 MOEMS 技术等方面的研究。

E-mail: zhimei-qi@mail.ie.ac.cn(通信联系人)

传感器的典型结构。迄今为止,已相继报道了平板玻璃基^[9]、硅基^[10]、铌酸锂基^[11]和砷化镓基^[12]MZI生化传感器,这些传感器被用在探测有毒有害气体^[13]、分析环境污染物^[14]和实时监测蛋白质分子间的免疫亲合反应过程^[15,16]等应用和科研领域。

集成光波导 MZI 用于生化传感器时,导波光在两臂中传输时产生初始相位差 $\Delta\phi_0$ 往往会偏离灵敏度最高的线性工作区。例如,当输出光强处于干涉极值点附近时,干涉仪在监测样品折射率微小变化时灵敏度就会变得很低甚至为零^[17]。为了使初始相位差处于任意位置时,干涉仪对样品折射率微小变化都能灵敏响应,Drapp^[18]和 Luff 等^[19]对传统的 MZI 结构作了改进:在干涉仪输出端采用 3×3 耦合器取代传统的光波导合束器,使输出干涉光信号由传统的一路输出变为 3 路输出,在理想情况下 3 路输出光信号之间的相位差互成 120° 。因此该干涉仪在监测表面样品折射率微小变化时能够确保至少有一路输出光信号是灵敏的。除了改进方法之外,Heideman 等^[17]在硅基 MZI 导波层(Si_3N_4)表面覆盖了一层 ZnO 电光梯度薄膜,通过对具有电光效应的功能薄膜施加调制电压,实现了对干涉光信号初始相位差的调节,提高了干涉仪的探测精度。改进型 MZI 使用了 3×3 方向耦合器,由于工艺误差等原因,很难精确控制耦合器中光波导的耦合长度和波导间距(5 倍波长量级^[20]),难以做到输出光信号功率的平均分配和相位差的均匀分布,给干涉仪对折射率微小变化的精确监测带来一定误差,同时传感器使用了价格昂贵的电荷耦合器件(CCD)作为光信号探测元件,增加了传感器的制作成本和复杂程度。同样,Heideman 等提出的干涉仪也存在着制作工艺复杂的缺点。

与上述两种集成光波导 MZI 不同,本文提出并设计了一种具有相位调制功能的 LiNbO_3 基集成光波导 MZI,利用标准微光机电系统(MOEMS)加工工艺和金属内扩散法制作了三维单模 Ti 扩散 LiNbO_3 光波导 MZI 阵列,在每个 MZI 两臂旁制作了推挽调制微电极,利用 LiNbO_3 晶体的电光效应,对微电极施加低电压实现了对干涉仪两臂中导模初始相位的调制,使干涉仪起始工作点处于灵敏度最高的线性工作区。这种做法能够提高干涉仪在监测光波导表面样品折射率微小变化时的灵敏度,同时又能够识辨被测样品折射率的变化方向。该干涉仪结构简单,制作容易,对工艺误差无苛刻要求,在生化监测领域中适合于探测表面折射率的微小变化。

2 具有初始相位调整功能的 LiNbO_3 基 MZI 的结构组成

图 1 为本文所设计的 LiNbO_3 基集成光波导 MZI 生化传感器结构示意图。这种具有相位调制本领的干涉仪由 LiNbO_3 基底, Ti 扩散 LiNbO_3 单模光波导 MZI 阵列,推挽调制电极和开有敏感窗口的低折射率惰性介质覆盖层组成。其中,覆盖层的作用有两个:1)保护参比臂不受被测样品影响的同时,通过敏感窗口使敏感臂充分暴露于被测样品中;2)当被测样品为导电介质时,保护调制电极。而共面调制电极的作用则是将输出光干涉信号的初始相位差 $\Delta\phi_0$ 调整到正交相位点附近的线性工作区,提高干涉仪的探测灵敏度。该 LiNbO_3 基集成光波导 MZI 干涉仪与传统的用于调制器的 MZI 干涉仪不同之处在于:干涉仪一个干涉臂上制作有敏感窗口,其余部分均被低折射率 SiO_2 保护层覆盖。该干涉仪可用于生化传感器。

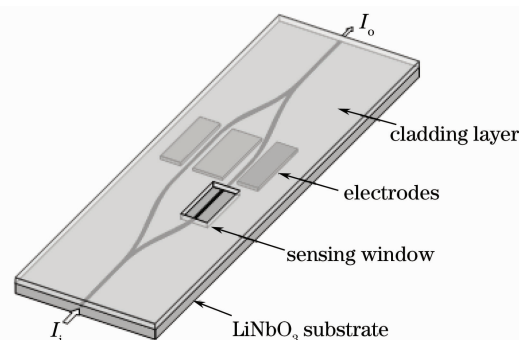


图 1 LiNbO_3 基集成光波导 MZI 结构示意图
Fig. 1 3D schematic of LiNbO_3 -based integrated optical waveguide MZI

在该干涉仪中,导波光沿着单模光波导传播,经光束分裂器后被均分为两支,一支沿着敏感臂传播并通过敏感窗口与被测物质发生相互作用,致使相位发生改变;另一支则沿着参比臂传播,两支导波光经光束合束器后发生干涉并以光强变化的形式从光波导中输出。在干涉臂和敏感臂两侧分布有调制电极,利用 LiNbO_3 晶体的电光效应,通过对微电极施加调制电压,分别改变两臂中导模有效折射率,调整导模初始相位差 $\Delta\phi_0$,实现提高灵敏度的目的。

3 LiNbO_3 基集成光波导 MZI 阵列芯片制作

LiNbO_3 晶体是优良的电光材料,已被广泛的应用在光通信等领域。由 Ti 内扩散法制作的 LiNbO_3

单模光波导具有传输损耗低,稳定性好,端面对接耦合容易的优点。本文选用尺寸为 50 mm×10 mm×1 mm 的 x -切 y -传 LiNbO₃ 晶体作为衬底,采用标准 MOEMS 工艺,制作了 Ti 扩散 LiNbO₃ 光波导 MZI 阵列芯片,制作工艺流程如图 2 所示。

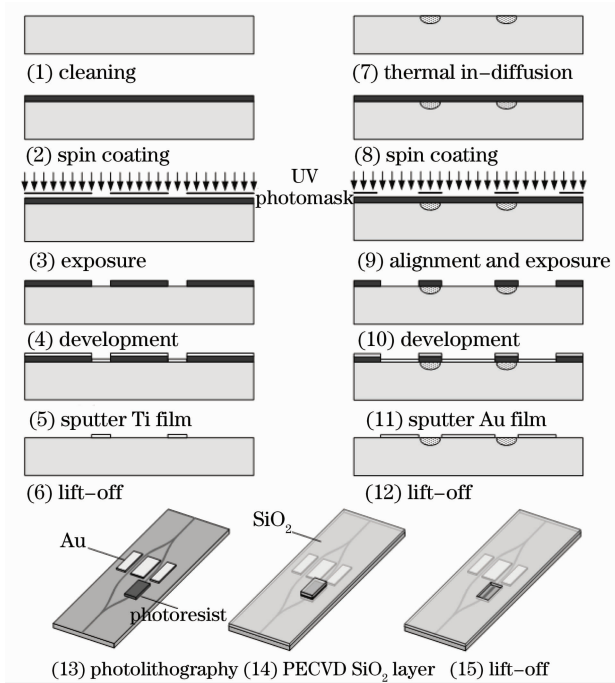


图 2 LiNbO₃ 基集成光波导 MZI 芯片的制作工艺流程
Fig. 2 Microfabrication process of LiNbO₃-based integrated optical waveguide MZI chip

首先是利用标准光刻技术和金属内扩散法制作三维单模 Ti 扩散 LiNbO₃ 光波导 MZI 阵列[图 2(1)~(7)]。在进行 Ti 热扩散时,通过采用掩埋 LiNbO₃ 基底和通湿氧相结合的方法有效的抑制了 Li₂O 的外扩散现象。具体做法为将表面溅射有厚度为 900 nm Ti 膜的 LiNbO₃ 基底埋入盛有高纯度 LiNbO₃ 粉末的石英舟中,然后将石英舟放入高温石英炉,在热扩散的同时通入湿度为 80% 的氧气。扩散温度为 1050 °C,扩散时间为 9 h。接着利用磁控溅射技术在光波导边缘淀积 Au 膜,用于充当共面条形推挽调制电极[图 2(8)~(12)]。然后使用等离子体增强化学气相淀积(PECVD)法和脱膜法(Lift-off)分别在芯片表面制作 SiO₂ 保护层和敏感窗口[图 2(13)~(15)]。最后,对光波导芯片的端面进行切割、研磨抛光。经以上步骤完成了 LiNbO₃ 基集成光波导 MZI 阵列芯片的制作,该芯片具有如下的尺寸特征:干涉仪长度为 46 mm,光束分束器分裂角为 1.1°,波导宽度为 4 μm,臂长为 29 mm,两臂间距为 50 μm,电极长度为 19 mm,电极间距为 15 μm,SiO₂ 保护层厚度为 1.2 μm,敏感窗口长度为 8 mm,宽度为 48 μm。图 3 展示了制得的芯片显微照片图。由图 3 可知,Ti 扩散 LiNbO₃ 光波导线条清晰可见;金电极形状规整,且均匀分布在光波导边缘;敏感窗口充分暴露敏感臂,有效保护参比臂。

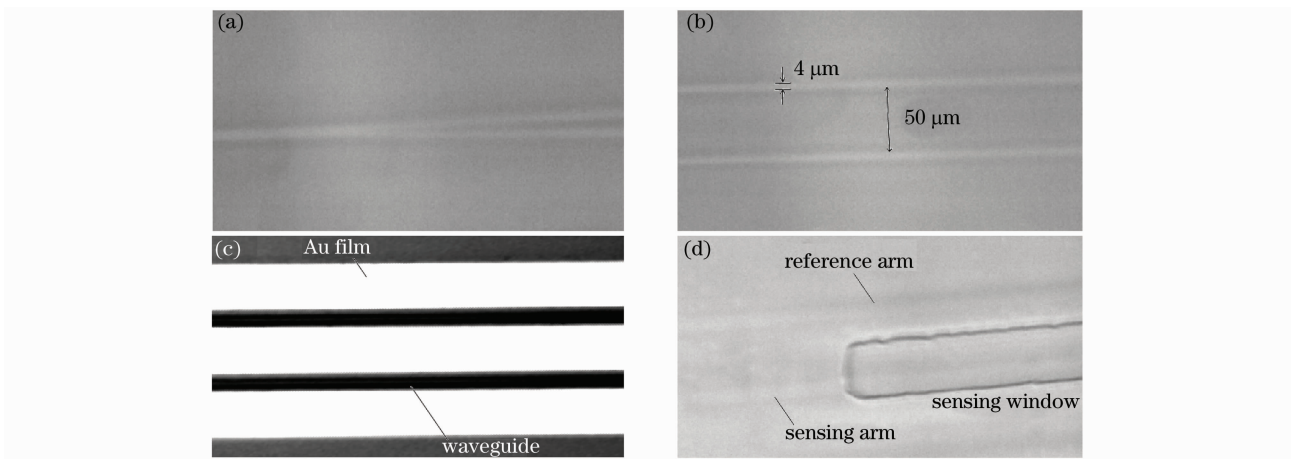


图 3 LiNbO₃ 基集成光波导 MZI 芯片显微照片图。(a) 光束分束器,(b) 干涉臂,(c) 推挽调制电极,(d) 敏感窗口
Fig. 3 Microscope images of fabricated LiNbO₃-based integrated optical MZI chip. (a) Y-junction, (b) reference and sensing arms, (c) push-pull electrodes, (d) sensing window

4 实验及结果讨论

4.1 实验装置

图 4 为光纤-光波导端面耦合实验装置示意图。

波长为 633 nm 的线偏振 He-Ne 激光器发出的 TE 偏振光经过放大倍数为 40 倍的显微物镜聚焦后射入长度为 15 cm 的单模光纤。为保证输入光在光纤

中传输时的偏振模态,单模光纤被直线型光纤夹持器准直并固定后与光波导芯片精确对准^[21]。TE 偏振光经由准直单模光纤射入光波导并沿光波导传输,接着被耦合进入与之对准的输出光纤,输出光纤与硅光电探测器相连,接收并探测光波导芯片输出

光信号。光波导芯片被固定在精密调整架上。输入单模光纤、光波导、输出光纤通过调节精密调整架,同时借助置于光波导芯片上方的 CCD 相机进行精确对准。

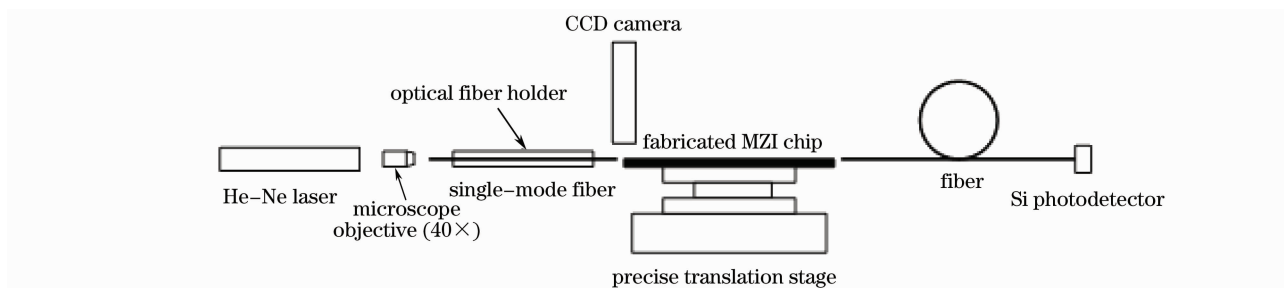


图 4 光纤-光波导端面耦合装置示意图

Fig. 4 Fiber end-fire coupling schematic diagram

4.2 光纤-光波导端面对接耦合及导模近场图像的观测

在实验中,将单模光纤的末端经过烧熔拉锥处理形成拉锥光纤,使用拉锥光纤实现了光纤-光波导的端面精确对接耦合,如图 5(a),(b)所示,其中拉锥光纤的锥角近似为 30°。图 4 所示的实验装置图中,在光波导输出端使用放大倍数为 100 倍的显微镜物镜和 CCD 相机分别取代输出光纤和硅光电探测器,观测了光波导导模近场图像,如图 5(c)所示。

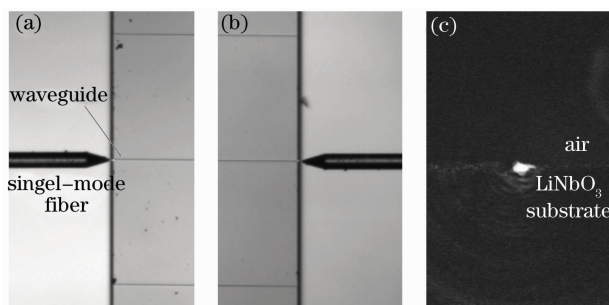


图 5 输入端(a),输出端(b)光纤与光波导的对接耦合及光波导输出光近场轮廓显微图像(c)

Fig. 5 Microscope images of end-fire coupling in the (a) input and (b) output end; (c) near-field profile of the light emitted from fabricated MZI chip

4.3 电压信号对 LiNbO₃ 基 MZI 输出光干涉信号初始相位差 $\Delta\phi_0$ 的调制

利用如图 4 所示的实验装置,在光波导芯片推挽调制电极两端施加峰-峰值为 28 V 的三角波电压信号,同时使用硅光电探测器接收光波导输出光信号,得到如图 6 所示的实验结果。由图 6 可知,干涉仪具有电光调制功能,相位调制具有可逆性。干涉仪芯片的半波调制电压 $V_{\pi} = 5.61$ V,干涉条纹对比

度 $\gamma = (1.31 - 0.31) / (1.31 + 0.31) = 0.62$ 。可以通过增加调制电极长度、降低电极间距的方法进一步降低半波电压。同时,还可以知道干涉仪输出干涉光信号初始相位差 $\Delta\phi_0$ 。偏离了正交相位点,即灵敏度最高的线性工作区。根据图 6 的实验结果,当对干涉仪芯片的电极施加峰-峰值为 11.22 V 的三角波调制电压时,可以将处于任何位置的 $\Delta\phi_0$ ($0 \sim 2\pi$) 调整到所需要的正交相位点处。这种做法可以提高干涉仪探测灵敏度,同时又使干涉仪具有分辨表面被测物质折射率变化方向性的能力^[18]。当 $\Delta\phi_0$ 被调整到位于上升沿的正交相位点时,使用该传感器监测芯片表面被测物质微小折射率变化,若探测到的输出光强变大,则说明被测物质折射率是增加的,若探测到的输出光强变小则说明被测折射率是减小的;反之亦然^[17,18]。图 6 所示的干涉图样偶尔出现不规则的波动情况,致使干涉图样不是完美的

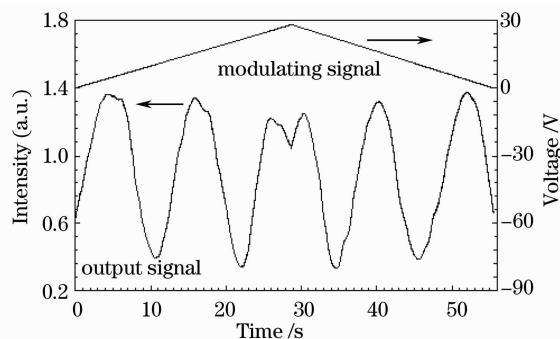


图 6 在推挽电极两端施加三角波电压信号时,传感器芯片的输出光信号响应

Fig. 6 Optical response of the MZI biochemical sensor chip as a symmetric triangular voltage signal is applied to the push-pull electrodes

正弦变化曲线。这是由于所使用的光纤-光波导端面耦合系统不稳定所造成的。目前该装置还不适合于进行长时间的生化监测。

5 结 论

提出并设计了具有相位调制本领的 LiNbO_3 基集成光波导 MZI, 该干涉仪可用做集成光波导生化传感器。采用标准 MOEMS 工艺制作了 MZI 阵列芯片。使用拉锥光纤实现了光纤-光波导端面对接耦合, 观测了光波导输出导模的近场图像, 证实了制备的 LiNbO_3 基集成光波导 MZI 的单模传输特性。相位调制实验结果证实了该干涉仪具有调整输出干涉光信号初始相位差 $\Delta\phi_0$ 至灵敏度最高的线性工作区的能力。这种做法可以提高干涉仪的探测灵敏度, 同时又能够识辨被测物质折射率的变化方向。该干涉仪结构简单, 制作工艺成熟, 体积小, 抗电磁干扰, 在生化监测领域中适合于探测表面折射率的微小变化。

参 考 文 献

- 1 Paul V. Lambeck. Integrated optical sensors for the chemical domain[J]. *Meas. Sci. Technol.*, 2006, **17**(8): R93~R116
- 2 A. Densmore, D. -X. Xu, S. Janz *et al.*. Sensitive label-free biomolecular detection using thin silicon waveguides[J]. *Advan. Opt. Technol.*, 2008, **2008**: 1~9
- 3 Xudong Fan, Ian M. White, Siyka I. Shopova *et al.*. Sensitive optical biosensors for unlabeled targets; a review[J]. *Analy. Chim. Acta*, 2008, **620**(1-2): 8~26
- 4 R. Narayanaswamy, O. S. Wolfbeis. Optical sensors: industrial, environmental and diagnostic applications [J]. *Analytical Bioanalysis Chemistry*, 2005, **381**(1): 18~19
- 5 Zhao Shukai, Chen Fang, Qi Zhimei. Fabrication of novel integrated optical Young interferometer sensor[J]. *Chinese J. Lasers*, 2010, **37**(3): 819~821
赵书凯, 陈 方, 祁志美. 新型集成光杨氏干涉仪传感器的研制[J]. *中国激光*, 2010, **37**(3): 819~821
- 6 Deng Lin, Lu Danfeng, Qi Zhimei *et al.*. Mach-Zehnder interferometers based on double grating[J]. *Acta Optica Sinica*, 2009, **29**(7): 1973~1976
邓 琳, 逯丹凤, 祁志美等. 基于双光栅的马赫-曾德尔干涉仪的初步研制[J]. *光学学报*, 2009, **29**(7): 1973~1976
- 7 Wen He, Ge Yihong, Jiang Huan *et al.*. Monitoring bias offset drift of Mach-Zehnder modulator based on coherent hybrid scheme[J]. *Chinese J. Lasers*, 2009, **36**(8): 2035~2041
闻 和, 葛逸宏, 姜 欢等. 基于相干自混频原理的马赫-曾德尔调制器偏置点的监测[J]. *中国激光*, 2009, **36**(8): 2035~2041
- 8 Lu Huaiwei, Zhang Baoge, Wu Kaijun *et al.*. Design of all-fiber interleaver with unequal passband based on cascaded Mach-Zehnder interferometer[J]. *Acta Optica Sinica*, 2010, **30**(8): 2406~2411
鲁怀伟, 章宝歌, 邹开俊等. 级联马赫曾德尔干涉仪型不等带宽交错滤波器的设计[J]. *光学学报*, 2010, **30**(8): 2406~2411
- 9 Zhimei Qi, Naoki Matsuda, Kiminori Itoh *et al.*. A design for improving the sensitivity of a Mach-Zehnder interferometer to chemical and biological measurands[J]. *Sensors and Actuators B-Chem.*, 2002, **81**(2-3): 254~258
- 10 F. J. Blanco, M. Agirregabiria, J. Berganzo *et al.*. Microfluidic-optical integrated CMOS compatible devices for label-free biochemical sensing [J]. *J. Micromech. Microengng.*, 2006, **16**(5): 1006~1016
- 11 Yang Yongjun, Chen Fushen, Sun Bao. Optical E-field probe using LiNbO_3 M-Z waveguides in the electromagnetic compatibility measurements[J]. *Chin. Opt. Lett.*, 2006, **4**(11): 643~645
- 12 Bernd Maisenhölder, Hans P. Zappe, Rino E. Kunz *et al.*. A GaAs/AlGaAs-based refractometer platform for integrated optical sensing applications [J]. *Sensor. Actuat. B-Chem.*, 1997, **39**(1-3): 324~329
- 13 Albrecht Brandenburg, Rainer Edelhäuser, Frank Hutter *et al.*. Integrated optical gas sensors using modified silicates as sensitive films[J]. *Sensor. Actuat. B-Chem.*, 1993, **11**(1-3): 361~374
- 14 F. Prieto, B. Sepúlveda, A Calle *et al.*. An integrated optical interferometric nanodevice based on silicon technology for biosensor applications[J]. *Nanotechnol.*, 2003, **14**(8): 907~912
- 15 Maria Kitsara, Konstantinos Misiakos, Ioannis Raptis *et al.*. Integrated optical frequency-resolved Mach-Zehnder interferometers for label-free affinity sensing[J]. *Opt. Express*, 2010, **18**(8): 8193~8206
- 16 Franz Brosinger, Herbert Freimuth, Manfred Lacher *et al.*. A label-free affinity sensor with compensation of unspecific protein interaction by a highly sensitive integrated optical Mach-Zehnder interferometer on silicon[J]. *Sensor. Actuat. B-Chem.*, 1997, **44**(1-3): 350~355
- 17 R. G. Heideman, P. V. Lambeck. Remote opto-chemical sensing with extreme sensitivity: design, fabrication and performance of a pigtailed integrated optical phase-modulated Mach-Zehnder interferometer system [J]. *Sensor. Actuat. B-Chem.*, 1999, **61**(1-3): 100~127
- 18 B. Drapp, J. Piehler, A. Brecht *et al.*. Integrated optical Mach-Zehnder interferometers as simazine immunoprobes[J]. *Sensor. Actuat. B-Chem.*, 1997, **39**(1-3): 277~282
- 19 B. J. Luff, James S. Wilkinson, Jacob Piehler *et al.*. Integrated optical Mach-Zehnder biosensor [J]. *J. Lightwave Technol.*, 1998, **16**(4): 583~591
- 20 E. A. J. Marcatili. Dielectric rectangular waveguide and directional coupler for integrate optics[J]. *Bell System Technical Journal*, 1969, **48**(9): 2071~2102
- 21 F. Prieto, B. Sepúlveda, A. Calle *et al.*. Integrated Mach-Zehnder interferometer based on ARROW structures for biosensor applications [J]. *Sens. Actuat. B-Chem.*, 2003, **92**(1-2): 151~158