

文章编号:1004-4213(2011)05-0789-5

掺杂 $\text{LaF}_3 : \text{Er}, \text{Yb}$ 纳米颗粒的有机无机复合型平面光波导放大器的制备及增益测试

刘天际, 李彤, 谭震宇, 陈聪, 孙小强, 张大明

(吉林大学 电子科学与工程学院 集成光电子学国家重点联合实验室, 长春 130012)

摘要:采用油酸修饰的铈共掺杂氟化镧纳米颗粒掺杂的有机-无机杂化材料做为光波导放大器的有源层,同时采用光学性质良好的甲基丙烯酸甲酯-甲基丙烯酸环氧丙酯共聚物制作光波导的上下包层,首先说明了芯层材料不能刻蚀制备传统矩形波导的原因,其次设计了一种倒脊结构的平面光波导放大器,并采用蒸镀铝掩膜、紫外光刻和反应离子刻蚀等工艺,制备出放大器的样品,同时对样品端面进行了化学机械抛光处理,在信号光(1 550 nm)功率为 1 mW 的条件下,在 1.9 cm 长度的波导上获得了 3.2 dB 的相对增益.

关键词:平面光波导放大器; $\text{LaF}_3 : \text{Er}, \text{Yb}$ 纳米颗粒;倒脊型光波导;增益特性

中图分类号: TN256

文献标识码: A

doi: 10. 3788/gzxb20114005. 0789

0 引言

光纤通信具备超高传输速率,超高带宽,超长传输距离等优点,为了解决光纤传输中的“电子瓶颈”,光放大器应运而生.其中掺铒光纤放大器(Erbium Doped Fiber Amplifier, EDFA)在 19 世纪 90 年代便已经成功实现商业化,但 EDFA 的尺寸过大,不适合应用于光集成器件,而掺铒光波导放大器(Erbium Doped Waveguide Amplifier, EDWA)则能够在厘米尺寸上实现光放大的作用,无机光波导放大器比较容易获得高的掺杂浓度,波导损耗较小,但其制备工艺复杂且不易实现集成化^[1-4].而使用聚合物材料做基质制备 EDWA 时,只需要利用旋涂工艺,在硅基衬底上形成光学薄膜,并通过刻蚀工艺即可完成波导的制备,工艺相对简便且易集成,但存在铒离子溶解度较低,C-H、O-H 基团的伸缩振动增大非辐射跃迁几率等影响放大器增益的因素,因此起步较晚^[5-7],且获得净增益的报道很少^[8-9].

本文采用油酸修饰的铈共掺杂氟化镧纳米颗粒($\text{LaF}_3 : \text{Er}, \text{Yb}$)掺杂的有机-无机杂化材料(Organic-Inorganic Hybrid Materials, OIHM)作为光波导放大器的有源层,工艺制备的过程与聚合物基光波导放大器基本一致,成功制备了倒脊型波导结构的铈共掺

光波导放大器(Erbium-Ytterbium Co-Doped Waveguide Amplifier, EYCDWA).

1 EYCDWA 原理及波导的结构设计

1.1 EYCDWA 原理

Yb^{3+} 离子激发态 $^2F_{5/2}$ 能级与 Er^{3+} 离子 $^4I_{11/2}$ 能级相匹配,且离子的半径与 Er^{3+} 离子相近,可以进行有效地能量传递; Yb^{3+} 离子对 980 nm 泵浦光的吸收截面明显大于铒离子,能够大大提高材料的泵浦光吸收作用,引入 Yb^{3+} 离子作为敏化剂,可以较好地提高材料对泵浦光的吸收和利用效率.图 1 为铈共掺系统的能级跃迁简图. Yb^{3+} 离子吸收能量后从 $^2F_{7/2}$ 能级到达 $^2F_{5/2}$ 能级,将能量传递给 Er^{3+} 离

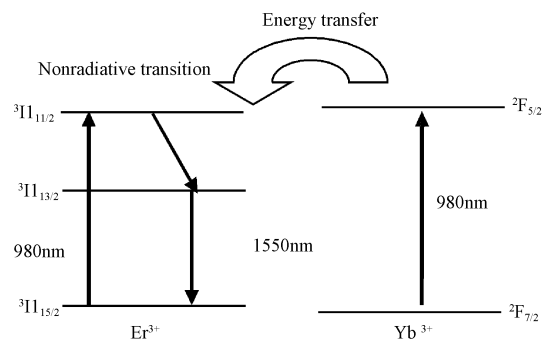


图 1 铈共掺系统能级跃迁图

Fig. 1 Energy level transitions for Er-Yb co-doped systems

基金项目:国家自然科学基金(No. 61077041、No. 60807029)、吉林省青年科研基金(No. 20100174)、吉林大学基本科研业务费专项资金项目(No. 200810028、No. 200905005)和集成光电子学国家重点联合实验室开放课题(No. IOSKL-KFKT-11)资助

第一作者:刘天际(1986—),男,硕士研究生,主要研究方向为稀土掺杂有机-无机杂化平面光波导放大器. Email:363421708@qq.com

导师(通讯作者):孙小强(1977—),博士,主要研究方向为聚合物光子和器件. Email:sunxq@jlu.edu.cn

收稿日期:2010-08-25; **修回日期:**2010-10-11

子;邻近的 Er^{3+} 离子受激发跃迁到 $^4\text{I}_{11/2}$ 能级发生典型的三能级跃迁,即先发生非辐射弛豫的过程,到达亚稳态能级 $^4\text{I}_{13/2}$ 上,当亚稳态与基态能级间达到粒子数反转时,再在 1 550 nm 信号光的作用下发生受激辐射,实现信号光的放大。

1.2 波导结构设计

平面波导中较常见的结构是矩形波导,这是一种二维限制的三维波导,通过控制芯层和包层之间的折射率差,可以有效地将光能量在横截面上进行限制,这也是一种最基本的条形波导结构.但是在半导体工艺中,制备矩形波导需要进行反应离子刻蚀,而采用 O_2 , CF_4 , SF_6 等刻蚀气体, $\text{LaF}_3:\text{Er}, \text{Yb}$ 纳米颗粒掺杂有机-无机杂化材料则很难被刻蚀掉,即使勉强能够刻蚀,也只会得到如图 2 的形貌十分粗糙的波导,严重影响波导的通光性.结合 X 射线光电子能谱(X-ray photoelectron Spectroscopy, XPS)等测试手段,阻碍刻蚀的主要原因主要有以下两方面,一是随着刻蚀过程的进行,大量的氟化镧堆积在样品表面,使得刻蚀气体无法与材料中其他物质进行反应,刻蚀不能进行^[10];另一方面,杂化材料中硅氧烷的稳定的 Si-O 网络结构也对刻蚀构成了阻碍.所以,本文采用了如图 3 所示的倒脊型波导结构,利用铝掩膜结合反应离子刻蚀地方法,在易于刻蚀的 P(MMA-GMA)材料上刻蚀出凹槽,然后旋涂有源层材料填充凹槽,最后再旋涂上包层即可。

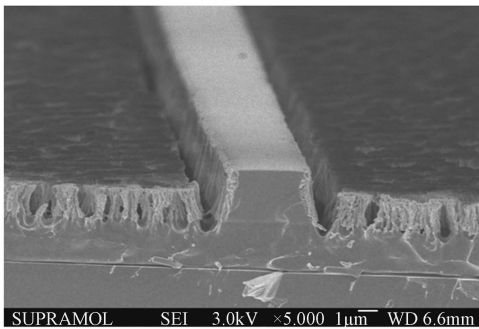


图 2 有源层刻蚀后的扫描电子显微镜(Scanning Electron Microscopy, SEM)照片

Fig. 2 SEM photo of etched waveguide

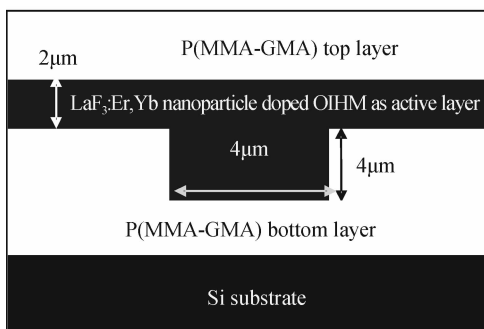


图 3 倒脊型波导的截面

Fig. 3 Sectional inset of waveguide with embedded structure

本文测量了 $\text{LaF}_3:\text{Er}, \text{Yb}$ 纳米颗粒掺杂有机-无机杂化材料的折射率,采用椭偏仪测量并应用 cauchy 模型进行数值拟合,在波长为 1 550 nm 时,折射率为 1.500 6,能够与上下包层($n=1.483$)很好地匹配.通常情况下,光通信器件都设计为单模传输,但在 EYCDWA 中传输着 980 nm 和 1 550 nm 两种不同波长的光,通过求解特征方程,可知,当波导芯层厚度为 4 μm (平板部分 2 μm),上下包层厚度均为 2 μm 时,波导芯层宽度 $a < 2.8 \mu\text{m}$,980 nm 泵浦光才实现单模传输,这就为波导制备带来了难度.在湿法腐蚀去掉金属掩膜层的时候,需要很好地控制才能保证波导有好的形貌;同时,有研究人员指出,信号光单模,泵浦光多模的传输过程有利于 EYCDWA 得到较大的增益^[11],这是由于在 EYCDWA 的理论中,重叠积分因子起到了很大的提升增益的作用.考虑铒离子均匀掺杂时,重叠积分因子定义为

$$\Gamma_{p,s} = \iint \phi_{p,s}(x,y) f(x,y) dx dy = \iint \phi_{p,s}(Vx,y) dx dy \quad (1)$$

式中 $f(x,y)$ 为铒离子归一化掺杂分布函数,当 Er^{3+} 离子均匀掺杂时, $f(x,y)=1$, $\phi_{p,s}(x,y)$ 分别表示泵浦光和信号光的横向光强分布的归一化函数,所以泵浦光多模分布,使得 $\phi_p(x,y)$ 的值变大,从而 Γ_p 变大,有利于较大增益的获得.设计中取波导宽为 4 μm ,芯层厚度(不含平板部分)为 4 μm ,通过 BPM 软件得到的光场分布如图 4,传输光波长为 1 550 nm,可以看到绝大部分的光能量集中在有源层中。

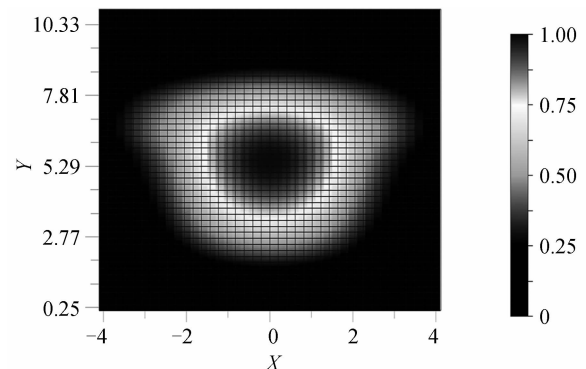


图 4 BPM 软件所模拟的信号光场能量分布

Fig. 4 Mode field distributions of signal light in embedded waveguide

2 实验

2.1 有源层材料的制备

首先在三口瓶中加入 0.504 g NaF 使其充分溶解在 90 mL 去离子水中,然后使乙醇(80 mL)和油酸(20 mL)互溶,将溶解后的混合物加入三口瓶中,

并在氮气环境下保持 75 °C 水浴加热,强力搅拌 2 h 后再加入 1.480 4 g LaCl₃·7H₂O,0.102 0 g ErCl₃·6H₂O 和 0.412 4 g YbCl₃·6H₂O,保持温度,强力搅拌 5 h 后,冷却至室温.此时会在三口瓶底部发现有白色沉淀,多次离心除去残余的无机盐和油酸,然后反复用水和乙醇清洗沉淀物,至此完成油酸修饰的 LaF₃:Er,Yb 共掺纳米颗粒^[5],其中各元素的摩尔比为 LaF₃:Er:Yb=0.75:0.05:0.20^[10].

另一部分是有机无机杂化材料的制备,主要是利用 Zr(OBu)₄ 与硅氧烷发生水解反应,并通过控制 Zr 的含量在一定范围内调节折射率,具体过程请参照文献[12].

最后,将纳米颗粒和杂化材料按 1:2 的质量比溶解在甲苯溶液中,同时掺入一定量的光引发剂(2,4,6-三甲基苯甲酰基苯基膦酸乙酯),将混合后的材料旋涂在器件上,在紫外曝光灯下曝光 3 min,即完成有源层的制备.

2.2 器件的制备

本文中利用旋涂法,应用集成电路中常用的紫外光刻和反应离子刻蚀工艺,在硅衬底上制备倒脊型聚合物平面波导器件.过程为:

1)在清洗过的单面抛光的硅衬底表面旋涂约 8 μm 的 P(MMA-GMA) 做下包层,在 120 °C 条件下,热处理 2 h 坚膜;

2)用 DM-300 型蒸镀机蒸镀一层约 40 nm 厚的铝掩膜;

3)在铝掩膜上再旋涂一层 BP212 正型光刻胶(转速 3 500 r/min,时间 20 s),经固化后,使用 JKG-2A 型光刻机进行曝光,完成光刻.

4)使用 5%浓度的 NaOH 显影液去掉已曝光部分的光刻胶及其下边的铝,形成倒脊型波导图形;

5)采用反应离子刻蚀工艺刻蚀下包层材料.选择氧气作为刻蚀气体,氧气流量为 30 sccm,射频功率 40 W,刻蚀时间 25 min.

6)再用 NaOH 溶液去除剩余的铝掩膜,然后旋涂有源层,曝光固化后再旋涂 P(MMA-GMA) 上包层,完成整套工艺制备出表面平整的器件.图 5 为器件在显微镜下的端面图.(放大倍数为 1 000 倍)凹槽深 4 μm,宽 4 μm,芯层平板部分厚度约为 2 μm,下包层、有源层和上包层各层之间界面清晰,且刻蚀后的侧壁陡直,波导形貌良好,经通光测试,在 0.4 mW 的输入光功率(1 550 nm)的条件下,能得到清楚明亮的近场光斑(图 5 右上侧).

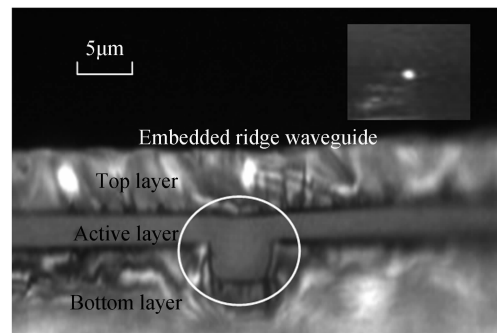


图 5 显微镜下的器件端面照片和倒脊型光波导的通光情况

Fig. 5 Microscope photo of waveguide device and near-field profile of output signal from waveguide

3 测试结果及分析

定义相对增益为 $G=10\log P_{p+s}/P_s$,其中, P_s 为只有信号光存在时的 EDWA 输出光功率, P_{p+s} 为信号光和泵浦光同时存在时的输出光功率.

图 6 为 EYCDWA 增益测试的系统图,1 550 nm 信号光由可调激光器(Santec TSL-210)获得,泵浦光由 980 nm 半导体激光器提供,功率可调范围 3~200 mW,光谱仪为横河电机公司的 ANDO AQ-6315A 型产品,各个测试仪器间通过单模光纤连接,测试时,信号光经过隔离器,与泵浦光在光耦合器中进行耦合,耦合之后的输出光进入待测样品,之后光信号再经过一个隔离器,由光谱仪接收.通过改变泵浦光的光功率,读出光谱仪上数值的变化即为相对增益,隔离器是减少反射光对测试的干扰.

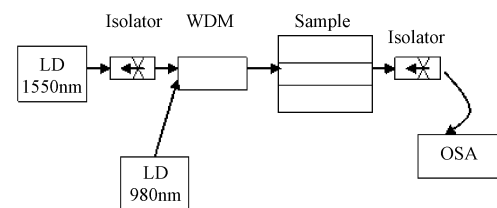


图 6 EDWA 测试系统

Fig. 6 Experimental system of EDWA

在测试样品时,将硅基衬底的器件端面自然解理,这样做虽然便于测试,但是会带来较大的耦合损耗(约 30 dB),因此采用化学机械抛光的方法对器件端面进行抛光^[13].首先在器件上表面旋涂一层 UV-15 型紫外固化胶;用玻璃刀将普通载玻片切割成比光波导器件略长的长度,然后盖上载玻片,用力压紧、对齐;放在功率为 125 W 的紫外灯照射下固化 15~20 min.接着,将样品固定在特制夹具内,在较粗糙的耐水砂纸(SiC-600 # 型号)上手工进行粗

抛,将突出玻璃抛光至和光波导器件一样平齐;然后将器件置于磨抛机上研磨,选用 SiC-1200 # 型号的耐水砂纸、500 r/min 的研抛速度研磨 1 h. 最后,用聚氨酯抛光垫,在 $0.15 \sim 0.30 \mu\text{m}$ CeO_2 稀土抛光粉,1 000 r/min 的抛光机转速的条件下,精细抛光 3~5 h,整个过程中需要经常在显微镜下观察器件端面形貌.

图 7(a)和(b)为经过端面抛光处理之后的器件,加泵浦光前后,光谱仪上信号光功率的变化.未加泵浦光之前,信号光功率为 -38.78 dBm ;当泵浦光功率为 188 mW 时,信号光功率为 -35.61 dBm ,所以抛光后器件的相对增益为 $(-38.78 \text{ dBm}) -$

$(-35.61 \text{ dBm}) = 3.17 \text{ dB} \approx 3.2 \text{ dB}$.

抛光前后,器件相对增益 G 随着泵浦功率 P_p 的变化的测试结果如图 7(c),在信号光(1 550 nm)功率为 1 mW 时,在 1.9 cm 长的样品上抛光前获得 2.1 dB 的相对增益;而抛光后最大增益上升至 3.2 dB,这说明抛光使器件的端面平整度大大增加,使泵浦光能更有效地进入光波导,有利于提高对泵浦光的利用效率,增益提高了 0.5 dB/cm. 随着 P_p 的增加,由于 Er 离子浓度有限,对信号光的放大慢慢跟不上泵浦光的变化,导致斜率渐小,但是可以看到当泵浦光功率达到激光器的上限值(188 mW)时,相对增益值仍未达到饱和. 从图中还可看出 EDWA 还存在着一定的开启功率(约 10 mW),这是由于 EDWA 需要一定的泵浦光能量使铒离子在相应能级上达到粒子数反转.

4 结论

本文制备了油酸修饰的铒镱共掺氟化镧的纳米颗粒($\text{LaF}_3 : \text{Er}, \text{Yb}$)掺杂的有机-无机杂化材料作为有源层的平面光波导放大器,模拟了光场能量的分布并设计了倒脊型的波导结构,同时在 1 550 nm 信号光功率为 1 mW, 980 nm 泵浦光功率为 188 mW 的条件下,比较波导端面抛光前后,波导增益特性的变化,得到抛光后样品的相对增益为 3.2 dB.

参考文献

- [1] HAN H S, SEO S Y, SHIN J H, *et al.* Optical gain at 1.54 mm in erbium-doped silicon nanocluster sensitized waveguide [J]. *Appl Phys Lett*, 2001, **79**(27): 4568-4570.
- [2] LI Cheng-ren, SONG Chang-lie, LI Shu-feng, *et al.* Er-doped Al_2O_3 thin films fabricated by sol-gel processes and measurement of photoluminescence characteristics [J]. *Acta Photonica Sinica*, 2003, **32**(12): 1514-1517.
李成仁,宋昌烈,李淑凤,等.溶胶-凝胶(sol-gel)法制作掺铒 Al_2O_3 薄膜及其光致发光光谱特性测量[J].光子学报,2003, **32**(12): 1514-1517.
- [3] LI Jian-yong, WANG Li-ge, LI Cheng-ren, *et al.* Optimization of photoluminescence for $\text{Yb}^{3+}/\text{Er}^{3+}$ co-doped Al_2O_3 films [J]. *Acta Photonica Sinica*, 2006, **35**(11): 1746-1750.
李建勇,王丽阁,李成仁,等.铒镱共掺 Al_2O_3 薄膜光致发光特性优化[J].光子学报,2006, **35**(11): 1746-1750.
- [4] LI Cheng-ren, LI Shu-feng, SONG Qi, *et al.* Characteristics of net gain of $\text{Yb} : \text{Er}$ co-doped Al_2O_3 waveguide amplifier [J]. *Acta Photonica Sinica*, 2006, **35**(5): 650-654.
李成仁,李淑凤,宋琦,等.铒镱共掺 Al_2O_3 光波导放大器的净增益特性[J].光子学报,2006, **35**(5): 650-654.
- [5] BO S, WANG J, ZHAO H, *et al.* $\text{LaF}_3 : \text{Er}, \text{Yb}$ doped sol-gel polymeric optical waveguide amplifiers [J]. *Appl Phys B*, 2008, **91**(1): 79-83.
- [6] WONG W H, PUN E Y B, CHAN K S. $\text{Er}^{3+} - \text{Yb}^{3+}$ codoped polymeric optical waveguide amplifiers [J]. *Appl Phys Lett*, 2004, **84**(2): 176-178.

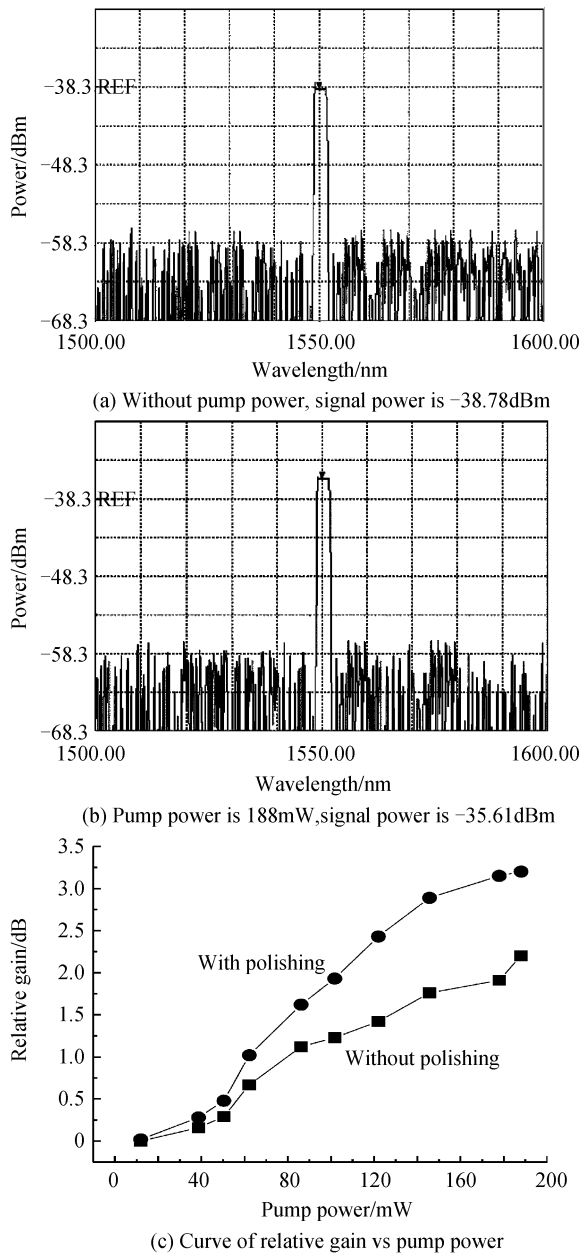


图 7 加泵浦光前后信号功率变化及相对增益随泵浦功率的变化

Fig. 7 Signal power and relative gain changes with the pump power

- [7] ZHANG Dan, CHEN Cong, CHEN Chang-ming, *et al.* Optical gain at 1 535 nm in LaF₃:Er,Yb nanoparticle-doped organic-inorganic hybrid material waveguide[J]. *Appl Phys Lett*, 2007, **91**(16): 161109.
- [8] QUANG A Q L, HTERLE R, ZYSS J, *et al.* Demonstration of net gain at 1 550 nm in an erbium-doped polymer single mode rib waveguide[J]. *Appl Phys Lett*, 2006, **89**(14): 141124.
- [9] WONG W H, CHAN K S, PUN E Y B. Ultraviolet direct printing of rare-earth-doped polymer waveguide amplifiers[J]. *Appl Phys Lett*, 2005, **87**(1): 011103.
- [10] ZHANG Dan. An experimental and theoretical study on erbium-doped polymer waveguide amplifier[D]. Changchun: Jilin University, 2008: 72, 64.
张丹, 掺铒有机聚合物光波导放大器的理论研究与实验制备[D]. 长春: 吉林大学, 2008: 72, 64.
- [11] GU Hao-ran, JIN Guo-liang, LOU Na *et al.* Analysis of overlap factor between pump-and signal-light intensity profiles in Er-doped waveguide amplifier[J]. *Acta Optica Sinica*, 2007, **27**(9): 1643-1648.
顾浩然, 金国良, 娄娜, 等. 掺铒玻璃波导放大器中抽运光信号光重叠因子分析[J]. 光学学报, 2007, **27**(9): 1643-1648.
- [12] AHN Bok-Yeop, SEOKA Sang-Il, HONG Suk-in, *et al.* Optical properties of organic/inorganic nanocomposite sol-gel films containing LaPO₄:Er, Yb nanocrystals[J]. *Optical Materials*, 2006, **28**(4): 374-379.
- [13] CHEN Cong. Study on Er³⁺-Yb³⁺ Co-doped polymeric planar optical waveguide amplifiers fabricated on Si substrate [D]. Changchun: Jilin University, 2010: 72.
陈聪. 铒镱共掺有机聚合物硅基平面光波导放大器的研究[D]. 长春: 吉林大学, 2010: 72.

Fabrication and Gain Measure of LaF₃:Er,Yb Doped Organic-inorganic Waveguide Amplifier

LIU Tian-ji, LI Tong, TAN Zhen-yu, CHEN Cong, SUN Xiao-qiang, ZHANG Da-ming
(State Key Laboratory on Integrated Optoelectronics, College of Electronic Science and Engineering,
Jilin University, Changchun 130012, China)

Abstract: Oleic acid modified LaF₃:Er, Yb nanoparticles were prepared and doped in organic-inorganic hybrid material as the active layer of waveguide amplifier. Polymethyl-methacrylate-glycidyl-methacrylate, an excellent and transparent optical polymer material, was used as the top and bottom layers. During the process of waveguide fabrication, the reason why active layer cannot be etched were instructed. And an embedded ridge structure waveguide amplifier was also designed. The device was fabricated by aluminium mask vacuum evaporation, UV lithography and reactive ion etching method (RIE) process. Waveguide end-faces were polished in order to get high gain. At last, a 3.2 dB relative gain was obtained in a 1.9 cm length sample (signal power was 1mw and pump power was 188 mW).

Key words: Planar waveguide amplifier; LaF₃:Er,Yb; Embedded ridge waveguide; Gain characteristics