doi:10.3788/gzxb20184707.0705002

曝光剂量与体布喇格光栅衍射特性的研究

熊宝星,张桂菊,邹快盛

(苏州大学物理与光电, 能源学部, 江苏苏州 215006)

摘 要:采用分振幅双光束干涉法和"二步法"热处理工艺,在光热敏折变微晶玻璃中制备了周期2.1 μm 的透射型体布喇格光栅,研究了不同曝光剂量与光栅衍射效率和角度选择性之间的关系.当曝光剂量逐 渐增至为 0.6 J/m²时,光栅的衍射效率最高达 80.02%;随着曝光剂量的继续增加,光栅的衍射效率逐渐 下降,并最终保持稳定.当曝光剂量达到 1.5 J/cm²及以上时,光栅对测试光的吸收变化小于 5%,此时光 栅的衍射效率趋于稳定.曝光剂量的变化对光栅角度选择性没有明显的影响.分析结果表明随着曝光剂 量增大,光栅中的含银胶团对 532 nm 测试光的吸收加剧,从而使透过的衍射光强减弱,出现衍射效率降 低的现象.

关键词:体布喇格光栅;曝光剂量;吸收;衍射效率;角度选择性 中图分类号:TN244; TN241 **文献标识码:**A **文章编号:**1004-4213(2018)07-0705002-7

Influence of UV-exposure on the Diffraction Characteristics of Volume Bragg Grating

XIONG Bao-xing, ZHANG Gui-ju, ZOU Kuai-sheng

(College of Physics, Optoelectronics and Energy, Soochow University, Suzhou, Jiangsu 215006, China)

Abstract: Volume Bragg grating with the grating period 2.1 μ m was recorded in the photo-thermorefractive glass with laser amplitude-split interference and "two-step" heat treatment process. The diffraction efficiency and angular selectivity of Bragg grating are very much affected by the laser dosage. The He-Cd laser with UV wavelength 325 nm is used. With the increase of UV dosage, the diffraction efficiency increases constantly. When the UV dosage increases to 0.6 J/m², the diffraction efficiency of the grating reaches the maximum value of 80.02%., The efficiency will decrease as the UV dosage increases more than 0.6 J/m² and remain a stable value as the dosage reaches at 1.5 J/m², while the grating absorption change is less than 5%. The grating angle selectivity remains stable as the dosage changes. The experiment results show that the increase of UV dosage enhances the silver containing particles absorption at work wavelength 532 nm. The transmitted diffraction light was attenuated and the diffraction efficiency decreased.

Key words: Volume Bragg grating; UV dosage; Absorption; Diffraction efficiency; Angular selectivity OCIS Codes: 050.7330; 040.7190; 350.2450; 230.1950; 090.7330

0 引言

光热敏折变(Photo-Thermo-Refractive,PTR)玻璃是在传统的微晶玻璃体系中加入光敏因子(Ce³⁺)和 热敏因子(Sn⁴⁺/Sb³⁺),在紫外曝光和热处理之后玻璃会产生相变,曝光区玻璃的折射率发生改变,与未曝 光区存在几十至几百 ppm 的折射率差(Δn).PTR 玻璃的光敏区为 280~350 nm,对 400~2 500 nm 的光波 则有很好的透过性;其损伤阈值可达 20~30 J/cm²(1 064 nm,8 ns)和 8~10 J/cm²(1 064 nm,1 ns).利用其 特性可以实现位相型体布喇格光栅(Volume Bragg Grating,VBG)的记录与制备^[1].基于 PTR 玻璃的 VBG

基金项目:国家重大科学仪器设备开发专项基金(No.2016YFF0100902)资助

第一作者:熊宝星(1986-),男,助理研究员,硕士,主要研究方向为光电材料. Email:bxxiong@suda.edu.cn

通讯作者:邹快盛(1976一),男,研究员,博士,主要研究方向为先进光电材料与器件. Email:zks@suda.edu.cn

收稿日期:2017-10-27;录用日期:2018-03-26

衍射光学元件,通常被用来改善激光光束质量、降低激光系统体积等,在拍瓦激光脉冲的压缩与展宽、角选择 近场滤波、半导体激光输出光谱稳定以及激光输出模式选择^[2-4]等高功率激光技术应用中,高衍射效率的体 布喇格光栅可以极大地提高激光器及其系统的性能,研究如何提高光栅的衍射效率,制备出高效的体布喇格 光栅有着重要的意义.体布喇格光栅的衍射效率受到光栅的折射率调制度、光栅厚度、PTR 基础玻璃对曝光 波长的吸收特性、PTR 玻璃的均匀性等参量的影响,而这些参量又与 PTR 玻璃本身的特性、曝光参量和热 处理参量等因素有关.

国际上,美国佛罗里达中央大学(University of Central Florida, UCF)的 Glebov 通过优化 PTR 玻璃配方,制备出了性能优异的 PTR 玻璃,并成功用于体 Bragg 光栅的制备^[5],目前能够制备的 VBG 口径可达 100 mm.国内,苏州大学^[6]从 PTR 玻璃组分、热处理工艺等方面对体光栅的制备特性进行了研究,于 2012 年率先研制出 PTR 玻璃,并用于高效率体光栅的制作;2013年,北京工业大学^[8]对体光栅的变波长读出特性,激光辐照稳定性进行了研究;2015年,中国建筑材料科学研究总院^[9]制备了 PTR 玻璃,获得了紫外曝光剂量对折射率调制度的影响规律.

本文中,以 Ag_m°作为晶核剂,NaF 作为析晶晶相制备出了 SiO₂-Al₂O₃-ZnO-Na₂O(F、Br)玻璃体系的 PTR 玻璃.搭建了高度稳定性的单准直、滤波的分振幅光栅写入系统,借助于 325 nm He-Cd 激光器,以不同 的紫外曝光剂量在 PTR 玻璃中写入定周期(2.1µm)的干涉条纹,经过热处理产生永久性折射率变化,制备 出一系列体布喇格光栅.测量分析不同曝光剂量下光栅的衍射效率,研究剂量与光栅衍射效率之间的关系; 模拟计算不同剂量下光栅的角度选择特性,与实际制备光栅的角度选择性对比,研究曝光剂量对光栅角度选择性的影响.

1 实验

1.1 玻璃样品准备

PTR 玻璃的组分为:(65~73)SiO₂ • (11~16)Na₂O • 7(ZnO+Al₂O₃) • 3(BaO+La₂O₃) • (5~8) NaF • (0~3)KBr (mol%),同时掺杂有 0.02SnO₂、0.08Sb₂O₃、0.01AgNO₃和 0.02CeO₂(mol%)等组分,样 品编号 P28.将配比好的玻璃原料放入 1L 铂金坩埚,在 1 400℃电炉内高温熔融 6 h,期间按照特定熔制工艺 使用铂金叶浆对玻璃溶液进行搅拌.在均化和澄清后,出炉浇铸并使玻璃自然冷却至玻璃转变温度(T_g 点) 附近;在 T_g 温度下退火 4 h 后以 0.5℃/h 的速度冷却至室温.因 PTR 玻璃的紫外曝光是玻璃的光敏效应起 作用,所以为了排除玻璃热敏效应对实验的影响,同时又熔制了一批只含光敏剂 CeO₂、不含热敏剂 Sb₂O₃和 SnO₂的 PTR 玻璃,样品编号 P00.

冷却后的玻璃样品选择无气泡、无条纹的玻璃,切割加工成平行度为 15′、尺寸为20 mm×20 mm× 3 mm的片状样品,两大面抛光处理,其余面细磨,光洁度为Ⅲ级,用于制备体布喇格光栅.

1.2 光栅的制备

选择便于观测记录的 532 nm 波长作为光栅的测试读出波长.厚度及周期分别选取为 3 mm 和 2.1 μm. 1.2.1 紫外曝光

采用 50 mW的 325 nm He-Cd 激光器进行光栅条纹的写入,条纹曝光剂量分别为 0.1 J/cm²、



(a) Experiment setup of recording

(b) Interference pattern fabricating by writing beams

Fig.1 Beam path sketch of recording VBG on PTR glass bydirect laser interference patterning

图1 曝光记录体布喇格光栅光路图

0.3 J/cm²、0.5 J/cm²、0.6 J/cm²、0.8 J/cm²、1 J/cm²、1.5 J/cm²、2 J/cm².体布喇格光栅的制作采用分振幅双 光束干涉方法,实验光路如图 1 所示,光束经滤波、扩束及准直后分束,经平面镜反射后以相同角度入射 PTR 玻璃样品,通过调整入射角度可以获得不同空间频率的干涉条纹,该干涉条纹直接曝光到 PTR 玻璃样 品上,然后通过热处理即可获得所需的体布喇格光栅.

曝光后的体布喇格光栅经"两步法"工艺热处理 后,用波长 532 nm 的连续 YAG 倍频激光来研究记 录在 PTR 玻璃中的体布喇格光栅的衍射特性,用功 率计(Coherent Labmax Top)记录入射光光强 $I_{\rm I}$ 、 透射光光强 $I_{\rm T}$ 、衍射光光强 $I_{\rm D}$.图 2 为光栅的衍射 效率测试光路.不考虑光栅样品表面反射和光栅吸 收的影响,光栅相对衍射效率的计算公式为 $\eta = I_{\rm D}/I_{\rm I}$. $I_{\rm D}+I_{\rm T}$,绝对衍射效率的计算公式为 $y_{\rm D}=I_{\rm D}/I_{\rm I}$. 1.2.2 晶化热处理工艺





写入 PTR 玻璃的体布喇格光栅条纹需经过进一步晶化热处理"固化"才能达到期望的折射率调制.晶化 工艺采用"两步法",第一步在较低的温度下核化,以形成足够数量的晶核,第二步升温至较高的温度下晶化, 使晶体生长,达到一定的体积分数.光栅样品的热处理工艺为:核化温度为 490℃,析晶温度为 530℃;核化及 析晶的时间分别为1h和3h,热处理结束后在炉内自然降温.处理后的光栅样品重新抛光打磨,为下一步测 量做准备.

2 结果分析

2.1 曝光剂量对光栅衍射效率的影响

基于不同 PTR 玻璃制备的 VBGs,在不同的曝光剂量下对应的绝对衍射效率如表 1 所示.

表 1 不同的曝光剂量对应的光栅衍射效率 Table 1 Dependence of diffraction efficiency on dosage at 325 nm

| UV-dosage/($J \cdot cm^{-2}$) | 0.1 | 0.3 | 0.5 | 0.6 | 0.8 | 1.0 | 1.5 | 2.0 |
|-------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Diffraction efficiency of P28/ $\%$ | 40.51 | 64.89 | 75.20 | 80.02 | 73.09 | 66.17 | 47.46 | 47.60 |
| Diffraction efficiency of P00/ $\%$ | 1.28 | 12.20 | 23.00 | 67.60 | 63.31 | 38.40 | 28.5 | 29.79 |

衍射效率随紫外曝光剂量变化的趋势如图 3.从 图中可以发现以含有热敏剂的 PTR 玻璃(P28)为 载体制备的 VBGs,其衍射效率随着紫外曝光剂量 的增大逐渐增加.当剂量为 0.6 J/cm²时,光栅的衍 射效率达到最大值 80.02%.继续增大曝光剂量,光 栅的衍射效率并未随之持续增加,而是开始出现明 显下降.当曝光剂量增至 1.5 J/cm²时,光栅的衍射 效率开始停止下降,并随着曝光剂量的进一步增加, 最终保持稳定.因实验主要是利用 PTR 玻璃的光敏 性研究紫外曝光剂量对光栅衍射效率的影响,为了 排除热敏剂对实验的影响,同时制备了基于不含热 敏剂的 PTR 玻璃(P00)制备的 VBGs.实验结果 表明只在光敏性起作用的情况下,光栅的衍射效率





随紫外曝光剂量的变化趋势与基于 P28 玻璃制备的 VBGs 一致.证明随着紫外曝光剂量的增加,体布喇格光 栅的衍射效率持续增加,在 0.6 J/cm²时衍射效率达到最大值;随后衍射效率开始下降到一低值,并最终保持 稳定.

根据Kogelnik耦合波理论,对于无吸收无倾斜透射型体布喇格光栅(TVBG),光栅的衍射效率表示为[7]

$$\eta = \sin^2 \left(\frac{\pi \Delta n d}{\lambda_b \cos \theta_b} \right) \tag{1}$$

式中 Δn 为折射率调制度(受曝光剂量和热处理工艺的影响),d 为光栅厚度,λ_b为布喇格波长,θ_b为布喇格 角.式(1)表明:光栅的衍射效率随着厚度 d 和折射率调制度 Δn 的增大而呈周期性变化,两者的乘积作为一 个整体直接决定着光栅的衍射效率.

当周期、厚度一定时,光栅的衍射效率只与它的折射率调制度有关.根据测量结果可以计算出光栅在不同曝光剂量下的折射率调制度.忽略损耗的情况下,计算公式为

$$\Delta n = \lambda_b \cos \theta_b \, \frac{\arcsin \, \eta^{1/2}}{\pi d} \tag{2}$$

ø

同时,为避免光栅的吸收损耗对效率计算的影响,这里 η 为光栅的相对衍射效率,表示为

$$\eta = I_{\rm D} / (I_{\rm D} + I_{\rm T})$$

80

75

70

65

60

55

50

45 40

35

0

04

dosage at 325 nm

0.8

1.2

UV-dosage/(J·cm⁻²)

图 4 不同紫外曝光剂量对应的光栅折射率调制度

Fig.4 Dependence of refractive index modulation on

1.6

2.0

Refractive index modulation $\delta n/ppm$

 $λ_b$ 是光栅衍射的测试波长(532 nm), $θ_b$ 为测试波长 对应的布喇格角($θ_b$ =7°10′),d是光栅的厚度(d= 3 mm).得到光栅的折射率调制度随曝光剂量的变 化如图 4 所示.

可以发现不同曝光剂量与光栅折射率调制度之 间的关系可以拟合成一个光滑的一阶导数不断减小 至零的指数函数曲线.在 0.6 J/cm² 时 Δn 有最大值 70 ppm,并随剂量的增加保持基本稳定.根据光栅的 衍射效率公式可知,在其他条件不变时光栅的衍射 效率会随着 Δn 变化而发生改变,所以当 Δn 随着紫 外曝光剂量的增加而逐渐增大并达到稳定值时,光 栅的衍射效率也应随之增加到最大稳定值.但是表 1 中实际测得的光栅衍射效率的变化却并非如此.



理后 PTR 玻璃中会同时产生含银胶团,对 500 nm 波长附近的光造成吸收,影响光栅对 532nm 波长光的透过.

图 5 为 VBG 中含银胶团对 532 nm 波长光的 吸收与曝光剂量的关系,当曝光剂量小于 0.6 J/cm² 时,光栅对 532 nm 测试光有着良好的透过性(透过 率大于 88%);当剂量大于 0.6 J/cm²时,随着剂量 的增大光栅对测试光的吸收加剧,此时经过光栅的 衍射光强($I_{\rm D}$)和透射光强($I_{\rm T}$)也会减弱变小,由光 栅衍射效率计算公式可知,在入射测试光不变的情 况下,光栅的衍射效率会随着曝光剂量的继续增加 而逐渐降低.最终当曝光剂量接近 1.5 J/cm²时,光 栅对532nm测试光的吸收趋于稳定,进一步加大





(3)

∞ VBGs in P28

Fitting of δn

剂量,吸收的变化亦不太明显,此时光栅的衍射效率也趋于稳定.这种现象的原因可作如下解释:随着曝光剂量的增加,光栅中银核颗粒密度逐渐增加,NaF的析晶量逐渐增加,从而引起折射率调制度的逐渐增加,导致衍射效率的增加;随着曝光剂量增大到一定程度,光栅中相邻的尺寸较小的银核颗粒合并生长成更大的银核颗粒,NaF的析晶量不再增加,从而使得曝光剂量的增加对衍射效率的提升再无贡献,相反由于银核颗粒合并生长的作用会使得 NaF 的析晶量降低,使得衍射效率出现一定的下降.

在一定的热处理工艺下,随着曝光剂量的增加,光栅衍射效率并未出现周期性变化,该变化处于衍射效 率随 Δn 变化的正弦曲线理论值单调上升阶段,说明曝光剂量的选择规律是合理的.后期衍射效率趋于稳定 主要是因为随着曝光剂量的增加,在固定的热处理工艺下,引起折射率变化的 NaF 析晶颗粒生长已趋于稳 定,导致折射率调制度保持不变.

2.2 曝光剂量对光栅角选择性的影响

测试读出波长为 532 nm,光栅厚度为 3 mm、周期为 2.1 μm 的光栅.所采用的测试光束经过扩束、滤波 处理后,选取 Φ3 mm 口径的光束用于测量,可以认为所选取的光束为"平行光".测试时将光栅放置在高精密 转台(Newport 公司生产,型号:M-UTR160,精度 0.001°)上,使该"平行光"正入射到光栅上,然后转动转台, 找到衍射光,每间隔 1′,记录不同入射角时衍射光的能量,衍射光束能量最强时即为光栅衍射布喇格角,其它 入射角度都计算成偏离此 Bragg 入射角的位置.

VBG 角度选择性曲线如图 6 所示.不同曝光剂量下光栅的中心衍射效率和旁瓣衍射效率会发生明显的 变化,其趋势与剂量对光栅绝对衍射效率的影响变化趋势一致都为先随剂量的增大而增加,在 0.6 J/cm²时 分别达到最大值,后随剂量的进一步增大而减小,并最终保持稳定.



图 6 不同紫外曝光剂量下光栅的衍射效率与偏离 Bragg 角度之间的关系

Fig.6 Dependence of diffraction efficiency of gratings at different UV-dosage on the deviation from Bragg angle

光栅布喇格选择曲线的零值位置没有发生明显的移动,且其布喇格选择性的零值宽度(Half Width at First Zero point,HWFZ)变化在 10⁻² mrad 范围内,并未随着曝光剂量的变化而发生明显改变,所以曝光剂量的变化对光栅的布喇格角选择能力影响不明显.在光栅厚度和光栅周期不变时(限定条件),曝光剂量的变化只会影响特定光束入射角时的衍射效率,但是不影响 Bragg 角的偏离程度(即角度选择性).

选取曝光剂量为 0.6 J/cm² 的光栅样品,以最大衍射时所在的 Bragg 角为零值左右转动转台,每转动 1[′] 记录下光栅的衍射效率及偏离角度.图 7 为光栅在偏离 Bragg 角后其衍射效率的变化情况,实测数据与理论 曲线基本吻合.故实际制备光栅的角度选择性与理论计算值相符.



图 7 剂量为 0.6 J/cm² 时光栅的衍射效率与偏离 Bragg 角度之间的关系 Fig.7 Dependence of diffraction efficiency of gratings at 0.6 J/cm² on the deviation from Bragg angle

3 结论

采用分振幅双光束干涉方法及"两步法"热处理工艺在两种不同的 PTR 玻璃中制备了体布喇格光栅,研 究了不同紫外曝光剂量对光栅衍射效率及角度选择性的影响.发现随着曝光剂量的增加,光栅的衍射效率也 随之增大.当剂量在 0.6 J/cm²时,光栅衍射效率最大.继续增加曝光剂量,光栅中的含银胶团对 532 nm 测试 光的吸收也会随之加剧,导致透过光栅的衍射光强相对减弱,造成衍射效率不断下降.当曝光剂量达到 1.5 J/ cm²以上时,光栅对测试光的吸收趋于饱和,此时光栅的衍射效率趋于稳定.紫外曝光剂量的变化并不会改变 光栅的角度选择性,只会改变光栅的中心及旁瓣衍射效率.通过对体光栅衍射特性与紫外曝光剂量关系的研 究,对于制备高透高效的体光栅具有重要的指导意义.

参考文献

 XIONG Bao-xing, YUAN Xiao, ZHANG Xiang, et al. Characteristics on the photo-thermal-refractive glass and volume Bragg gratings[J]. Acta Optica Sinica, 2012, 32(8): 0816001.

熊宝星,袁孝,张翔,等.光热敏折变玻璃及其布喇格体光栅特性研究[J].光学学报,2012,32(8):0816001.

- [2] ZHANG X, YUAN X, WU S, et al. Two-dimensional angular filtering by Volume Bragg Gratings in photo-thermorefractive glass[J]. *Optics Letters*, 2011, **36**(11): 1-3.
- [3] WU Qing-qing, ZHANG Xiang, FENG Jeng-sheng, et al. Study on angular selectivity of transmitting volume Bragg gratings in photo-thermo-refractive glass[J]. Acta Optica Sinica, 2012, 32(12): 1205001.
 吴青晴,张翔,封建胜,等. 基于光热敏折变玻璃的透射型体布喇格光栅角度选择性研究[J]. 光学学报, 2012, 32(12): 1205001.
- [4] VOLODINB L, DOLGY S V, MELNIK E D, et al. Wavelength stabilization and spectrum narrowing of high-power multimode laser diodes and arrays by use of volume Bragg gratings[J]. Optics Letters, 2004, 29 (16): 1891-1893.
- [5] EFIMOV O M, GLEBOV L B, GLEBOVA L N, et al. High-efficiency Bragg gratings in photothermorefractive glass
 [J]. Applied Optics, 1999, 38(4):619-627.
- [6] XIONG Bao-xing. Characteristics on the photo-thermal-refractive glass and volume Bragg gratings[D]. Suzhou: Soochow University, 2012.

熊宝星. 光热敏折变玻璃的制备及其 Bragg 体光栅特性研究[D]. 苏州:苏州大学, 2012.

GAO Fan. Study on the laser near-field characteristics and beam-control technology based on volume Bragg gratings[D].
 Suzhou: Soochow University, 2016.

高帆. 基于 Bragg 体光栅的光束近场特性与控制技术研究[D]. 苏州大学, 2016.

[8] WANG Yu-hong, LIN Lin, LIU Guo-qing, *et al.* Diffractive readout characteristics and stability of photo-thermorefractive volume holographic grating[J]. *Acta Optica Sinica*, 2013, **33**(1): 55-60.

万玉红,林琳,刘国庆,等.光热折变体光栅变波长读出特性及稳定性研究[J].光学学报,2013,33(1):55-60.

[9] CUI Zhu, A research on photo-thermo-refractive glass[J]. China Building Materials Science & Technology, 2015, 24 (6): 45-47.

崔竹.光热敏折变玻璃的研究[J].中国建材科技, 2015, 24(6): 45-47.

- [10] LI Zhi-yong, TAN Rong-qing, HUANG Wei, *et al*. Investigation on the thermal properties of volume Bragg grating in photo-thermo-refractive glass[J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2017, 46(8): 0821001.
 李志永,谭荣清,黄伟,等. 光热敏折变玻璃的体布喇格光栅热特性理论研究[J]. 红外与激光工程, 2017, 46(8): 0821001.
- [11] LUMEAU J, GLEBOVA L, GLEBOV L B. Influence of UV-exposure on the crystallization and optical properties of photo-thermo-refractive glass[J]. Journal of Non-Crystalline Solids, 2008, 354(2008): 425-430.

Foundation item: the National Key Scientific Instrument and Equipment Development Project(No.2016YFF0100902) 引用格式:XIONG Bao-xing, ZHANG Gui-ju, ZOU Kuai-sheng. Influence of UV-exposure on the Diffraction Characteristics of Volume Bragg Grating[J]. Acta Photonica Sinica, 2018, **47**(7): 0705002

熊宝星,张桂菊,邹快盛.曝光剂量与体布喇格光栅衍射特性的研究[J].光子学报,2018,47(7):0705002