

## 低损耗离子交换玻璃基光波导制备与分析

郝寅雷, 郑伟伟, 江舒杭, 谷金辉, 孙一翎, 杨建义,  
李锡华, 周强, 江晓清, 王明华  
(浙江大学信息与电子工程学系, 杭州 310027)

**摘要:** 考虑到离子交换和离子扩散工艺的特殊要求, 设计并熔制了适合于离子交换工艺的硅酸盐玻璃材料  $\text{SiO}_2\text{-B}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-R}'\text{O-R}_2\text{O}$  ( $\text{R}' = \text{Ca, Mg}$ ;  $\text{R} = \text{Na, K}$ ). 采用  $\text{Ag}^+/\text{Na}^+$  熔盐离子交换和电场辅助离子扩散工艺在这种玻璃材料基片上获得了掩埋式条形光波导. 光学显微镜和电子探针分析表明高折射率的  $\text{Ag}^+$  扩散区位于玻璃基片表面以下约  $10\mu\text{m}$  处, 形成光波导的芯部. 光波导芯部尺寸约为  $8\mu\text{m} \times 8\mu\text{m}$ , 与单模光纤芯径尺寸相当, 保证了较低的光纤耦合损耗. 对光波导的测量结果得出: 在波长为  $1.5\mu\text{m}$  处条形光波导的传输损耗约为  $0.1\text{dB/cm}$ , 与单模光纤的耦合损耗约为  $0.2 \sim 0.3\text{dB}$ . 条形光波导的传输损耗与材料本身的损耗接近, 表现出掩埋式光波导的低损耗特征. 分析表明, 经过进一步优化, 这种光波导制备技术可用于低损耗光波导器件的制作.

**关键词:** 离子交换; 玻璃; 光波导

**中图分类号:** TN252

**文献标识码:** A

## Manufacturing and Analysis of Low-loss Ion-exchanged Glass-based Waveguide

HAO Yin-Lei, ZHENG Wei-Wei, JIANG Shu-Hang, GU Jin-Hui, SUN Yi-Ling, YANG Jian-Yi,  
LI Xi-Hua, ZHOU Qiang, JIANG Xiao-Qing, WANG Ming-Hua

(Department of Information Science and Electronic Engineering, Zhejiang University, Hangzhou 310027, China)

**Abstract:** Silicate glass of system  $\text{SiO}_2\text{-B}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-R}'\text{O-R}_2\text{O}$  ( $\text{R}' = \text{Ca, Mg}$ ;  $\text{R} = \text{Na, K}$ ) was designed and melted for ion-exchanged integrated optical waveguide chip, on consideration of the suitability of ion-exchange and ion-diffusion process on this glass substrate, buried channel waveguide was manufactured by  $\text{Ag}^+/\text{Na}^+$  ion-exchange in mixed melted salts, and subsequently field-assisted ion-diffusion process. Observation of optical microscope and electron microprobe show that  $\text{Ag}^+$  diffusion zone is driven to approximately  $10\mu\text{m}$  under the glass substrate surface. The  $\text{Ag}^+$  diffusion zone possesses higher refractive index than glass substrate, and thus acts as the waveguide core. This waveguide core is typically in dimension of  $8\mu\text{m} \times 8\mu\text{m}$ , matching well with that of single-mode-fiber core, which ensures a low coupling loss. Propagation loss and coupling loss with single-mode-fiber is measured to be  $0.1\text{dB/cm}$  and  $0.2 \sim 0.3\text{dB/facet}$  respectively, at the wavelength of  $1.55\mu\text{m}$ . The propagation loss is very close to glass material inherent loss at the same wavelength, a typical characteristics of buried waveguide. It shows that the waveguide manufacturing process is promising for implementation of low-loss integrated optical devices.

**Key words:** ion-exchange; glass; optical waveguide

玻璃是一种优质光学材料, 具有很高的透光性和均匀性、制作技术成熟以及成本低廉等显著特点, 不仅是传统光学系统设计的首选材料, 也是一种重要的集成光学基片材料. 采用离子交换工艺在玻璃

基片上制作的集成光学器件具有一些独特的性质, 包括: 传输损耗低, 易于掺杂高浓度的稀土离子, 与光纤的光学特性匹配, 耦合损耗小, 环境稳定性好, 易于集成, 成本低廉等, 适合于大批量、低成本集成

光学器件的制作. 1972 年, Izawa 和 Nakagome 首次采用离子交换工艺在玻璃基片上制作光波导<sup>[1]</sup>. 自那时起, 玻璃基片上光波导器件的制作技术研究引起了许多研究机构和企业界的持续关注<sup>[2-11]</sup>. 经过不断的研究与开发, 一些玻璃基集成光学器件, 如光功分器和光放大器已经走向产业化阶段, 法国的 Teemphotonics 公司和以色列的 Color-chip 公司是玻璃基集成光器件产业化的典型.

对于光通信网络中使用的光波导器件,插入损耗是一项重要的性能指标.一次交换形成的光波导芯层位于玻璃的表面,一方面由于玻璃表面各种缺陷的散射使光波导有较大的传输损耗;另一方面这种表面光波导的芯部尺寸与单模光纤不匹配,使光波导器件具有较大的光纤耦合损耗.传输损耗和光纤耦合损耗都是器件插入损耗的主要来源.在一次离子交换形成表面光波导之后,进一步通过电场辅助离子扩散制备掩埋式光波导是减小器件插入损耗的有效途径.该项技术也是实现玻璃基光波导器件实用化的瓶颈技术.

合理选择用于离子交换的玻璃基片材料对获得低损耗的光波导非常重要。市场上现有的光学玻璃品种都是针对玻璃的吸收、折射率和色散性质进行设计和制作的,而没有考虑离子交换的特殊要求,譬如在高温熔盐中的化学稳定性,合理的化学组分与显微结构。因此选用现成的玻璃基片很难获得所需的光波导性能。本工作设计并熔制了离子交换专用玻璃材料  $\text{SiO}_2\text{-B}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-R}'\text{O-R}_2\text{O}$  ( $\text{R}' = \text{Ca}, \text{Mg}$ ;  $\text{R} = \text{Na}, \text{K}$ ), 并在这种玻璃材料基片上获得了低损耗的条形光波导。

## 1 实验

玻璃材料选用  $\text{SiO}_2\text{-B}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-R}'\text{O-R}_2\text{O}$  ( $\text{R}' = \text{Ca, Mg; R} = \text{Na, K}$ ) 体系, 其中碱金属氧化物含量约为 18wt%, 玻璃材料采用电熔工艺制作. 熔制好的玻璃经退火后加工成  $\phi 75\text{mm} \times 1.2\text{mm}$  圆片, 双面研磨抛光后用于离子交换.

玻璃基片上光波导的制备分两步进行:熔盐离子交换和电场辅助离子扩散.

第一步熔盐离子交换过程如图 1 所示. 采用热蒸发工艺在玻璃基片表面制作一层厚度为 100nm 左右的铝膜, 而后采用标准的微细加工工艺经过涂胶、光刻、显影、腐蚀、去胶工序将制作在光刻板上光波导图形转移到铝膜上, 铝膜被腐蚀去除的部分形成离子交换的窗口. 离子交换在 290℃ 下的恒温炉中进行, 用于离子交换的熔盐为  $\text{AgNO}_3$ 、 $\text{NaNO}_3$  和

Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 的混合物, 混合比例  $n(\text{AgNO}_3) : n(\text{NaNO}_3) : n(\text{Ca}(\text{NO}_3)_2) = 3 : 500 : 500$ . 在熔盐中引入 Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 的作用在于降低混合熔盐的熔点 (NaNO<sub>3</sub> 与 Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 混合熔盐的共熔温度 230℃, 低于 NaNO<sub>3</sub> 的熔点 311℃). 离子交换时间在数分钟到数十分钟之间. 离子交换完成后将玻璃基片表面的铝膜用化学腐蚀的方法去除.

第二步是电场辅助离子扩散,采用如图2所示的装置进行。用耐高温的绝缘密封胶将玻璃基片与 $\phi 75\text{mm}$ 的石英桶粘结起来,置于另一个 $\phi 100\text{mm}$ 的石英容器中。在石英桶和石英容器中分别安装碟形铂电极,两个电极分别连接直流电源的正、负极。 $240^\circ\text{C}$ 下将熔融的 $\text{NaNO}_3$ 和 $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 的混合熔盐( $n(\text{NaNO}_3):n(\text{Ca}(\text{NO}_3)_2) = 1:1$ )分别倒入石英桶和石英容器中。电场辅助离子扩散时间通常为 $80 \sim 200\text{min}$ ,取决于所需的光波导掩埋深度。提供直流电场的电源有两种工作模式:恒压模式和恒流模式,考虑到离子交换过程中玻璃基片的电阻率会降低,从而使恒压下电流不断增大,辅助电场的施加采用恒压-恒流模式:即先恒压,使流过玻璃基片的电流达到 $63\text{mA}$ ,而后恒流,使电流保持在 $63\text{mA}$ 。电场辅助离子扩散期间玻璃基片中的电场强度和流过玻璃片的电流密度如图3所示。

这种电场辅助离子扩散装置的绝缘性质采用实验的方法验证. 用同样尺寸的石英玻璃基片取代实验用玻璃基片, 其它实验条件与光波导制作的条件相同. 研究发现, 只有微安( $\mu\text{A}$ )数量级的电流流过, 相当于实验用玻璃基片的情况下电流值的  $1/1000$ .

将玻璃基片经切片, 并且端面研磨、抛光后, 用光学显微镜和电子探针对条形光波导的横截面进行分析; 用光波导损耗测试系统对条形光波导的损耗进行观察与测试, 光源选用波长为  $1.55\mu\text{m}$  的激光光源, 激光光源经单模光纤直接与光波导输入端面耦合. 在条形光波导的输出端用显微镜物镜观察光场分布, 然后用光纤以端面耦合的方式将输出光导入光功率计, 测量光波导的插入损耗.

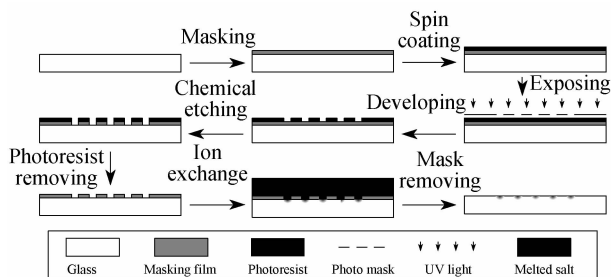


图1 熔盐离子交换制作表面光波导流程图

Fig. 1 Flowchart of glass-based surface waveguide prepared by ion-exchange

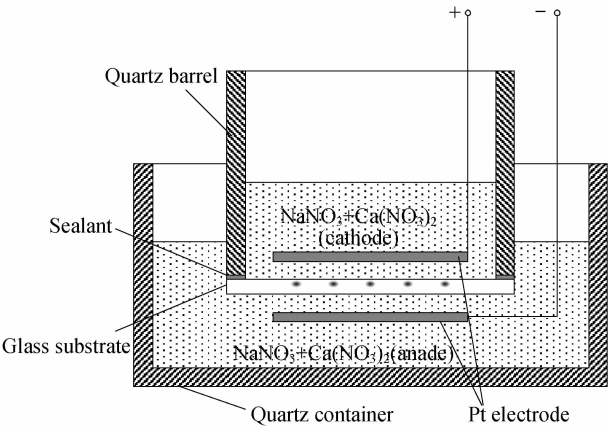


图 2 电场辅助离子扩散装置示意图  
Fig. 2 Configuration of field-assisted ion diffusion

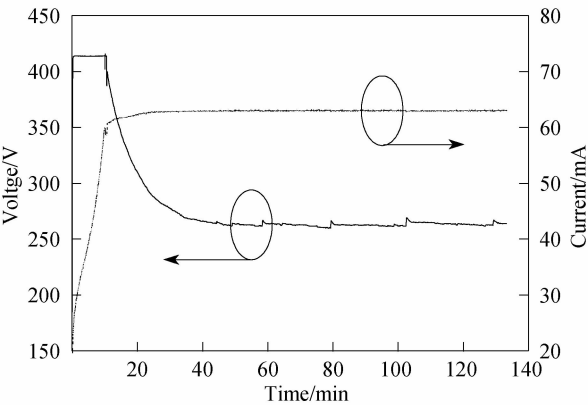


图 3 电场辅助离子扩散的电压-电流  
Fig. 3 Electric field in the glass substrate and current density in the substrate during the field-assisted ion diffusion process

2 结果与讨论

如图 3 所示,在电场辅助离子扩散的恒压阶段,流过玻璃基片的电流逐渐增大,恒压约 10min 后,将直流电压源调整为恒流状态,此后,玻璃基片两侧

的电压逐步下降,约 40min 后,电压趋于稳定。  
对两端面研磨抛光后的玻璃基片用光学显微镜在透射模式下进行观察的图像如图 4 所示。由于  $\text{Ag}^+$  比  $\text{Na}^+$  对玻璃材料的折射率有更大的贡献,玻璃基片中  $\text{Ag}^+$  的扩散区具有更高的折射率,形成光波导的芯部。在透射模式下,部分从显微镜光源发出的经过玻璃基片的光将被光波导的芯部限制而沿着光波导传播,从而使  $\text{Ag}^+$  扩散区具有更高的亮度。从图中可以看出经过电场辅助离子扩散过程,在电场的作用下  $\text{Ag}^+$  的扩散区已经进入玻璃基片约  $10\mu\text{m}$ ,  $\text{Ag}^+$  扩散区的尺寸约  $8\mu\text{m}\times 8\mu\text{m}$ ,与单模光纤的芯径相当。图 5 是用光纤端面耦合的方式将激光耦合进入条形光波导的输入端,在输出端获得的光强分布

图。从图中可以看出,光场被限制在光波导的芯部,位于玻璃表面以下,且光斑呈现圆形。

图 6 是对光波导端面用电子显微镜观测的结果。其中图(a)是二次电子的影像,图(b)、(c)分别是对银元素和钙元素含量面分布的波谱法分析结果。从图中可以看出,  $\text{Ag}^+$  分布在玻璃表面以下,与光学显微镜观察到的结果类似。离子交换过程中没有  $\text{Ca}^{2+}$  经扩散进入玻璃,原因是碱土金属离子带两个单位的电荷,在玻璃中的扩散速度远小于一价金属离子  $\text{Ag}^+$ 。因此,电子探针没有观察到钙离子在玻璃表面的扩散层。

对条形光波导的损耗值的测量结果表明:长度为 3.4cm 的光波导,插入损耗的典型值为 0.80dB,长度为 2.4cm 的光波导,插入损耗的典型值为 0.70dB。由此可以推断:条形光波导的传输损耗约为 0.10dB/cm,条形光波导与单模光纤之间的耦合损耗约为 0.2 ~ 0.3dB。其中传输损耗 0.10dB/cm 对应于玻璃每厘米的内部透过率(不含表面反射)97.72%,与常用的光学玻璃材料 BK7 的相应值 99.7% 差距不大,这是由于掩埋式光波导完全消除了表面散射带来的损耗,其传输损耗的来源只有材料本身的损耗。

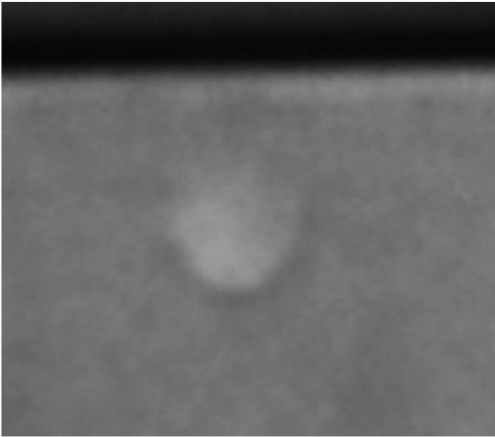


图 4 光学显微镜下的条形光波导端面图像  
Fig. 4 Cross-section optical image of buried channel waveguide

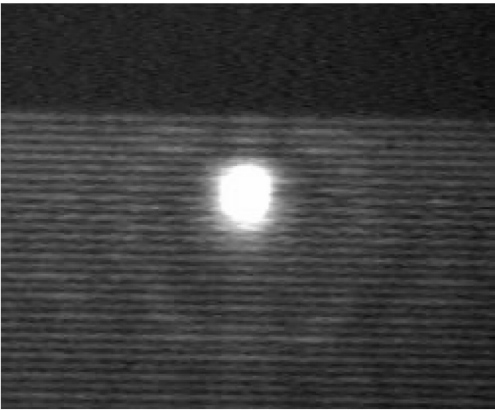


图 5 条形光波导输出光斑形状  
Fig. 5 Output-optical field pattern of buried channel waveguide

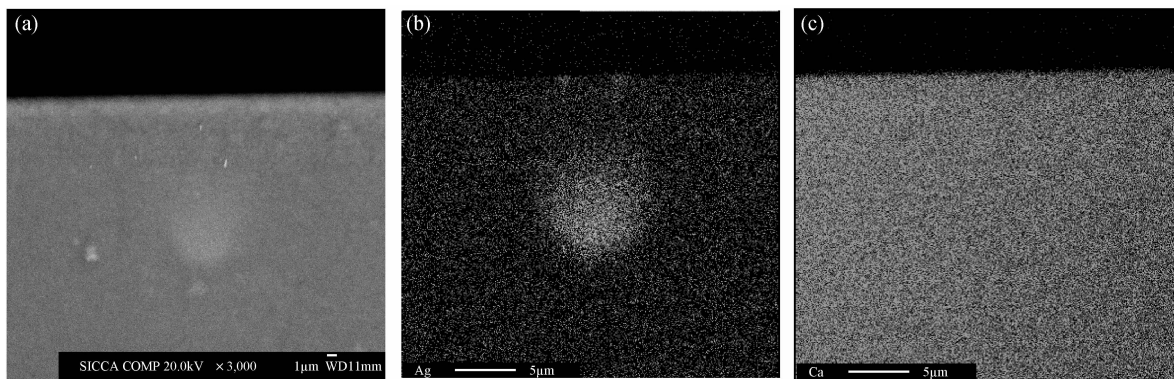


图6 电子显微镜下条形光波导端面图像

Fig.6 Cross section SEM images of buried waveguide

(a) BSE image; (b) Silver element concentration map; (c) Calcium element concentration map

### 3 结论

采用熔盐离子交换和电场辅助离子扩散工艺,在专门熔制的离子交换玻璃材料( $\text{SiO}_2\text{-B}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-R}'\text{O-R}_2\text{O}$  ( $\text{R}' = \text{Ca, Mg}$ ;  $\text{R} = \text{Na, K}$ ) 体系)中获得了掩埋式条形光波导. 光波导芯部位于玻璃表面以下数微米处,消除了玻璃表面的不规则引起的散射损耗,光波导芯部的尺寸与光纤芯部匹配,使光波导端面与光纤的耦合损耗降至  $0.2 \sim 0.3 \text{ dB}$ . 这种光波导制作工艺经过进一步优化,可以用于高性能集成光学器件的制备.

### 参考文献:

[1] Izawa T, Nakagome H. *Appl. Phys. Lett.*, 1972, **21**(12): 584-

586.

- [2] Ramaswamy R.T. *J. Lightwave Tech.*, 1988, **6**(6): 984-1002.  
 [3] West B R, Madasamy P, Peyghambarian N, *et al.* *J. Non-cryst. Solids*, 2004, **347**(1/2/3): 18-26.  
 [4] Jose G, Sorbello G, Taccheo S, *et al.* *J. Non-cryst. Solids*, 2003, **322**(1/2/3): 256-261.  
 [5] 周自刚, 刘德森. 中国激光, 2004, **31**(6): 665-668.  
 [6] 陈海燕, 戴基智, 杨亚培, 等. 光学学报, 2003, **23**(7): 815-818.  
 [7] 郑杰, 王鹏飞, 徐迈, 等. 光学学报, 2003, **23**(12): 1418-1423.  
 [8] 陈宝玉, 赵士龙, 柳祝平, 等 (CHEN Bao-Yu, *et al.*). 无机材料学报 (Journal of Inorganic Materials), 2004, **19**(1): 43-47.  
 [9] 郝寅雷 (HAO Yin-Lei). 无机材料学报 (Journal of Inorganic Materials), 2003, **18**(2): 295-300.  
 [10] 韩秀友, 庞拂飞, 初凤红, 等. 光电子·激光, 2006, **17**(9): 1052-1056, 1057.  
 [11] 田贺斌, 杨天新, 王永强, 等. 天津理工学院学报, 2002, **18**(4): 6-8.