

07

© 1991 г.

ЭЛЕКТРОДИФФУЗИОННЫЕ МЕТОДЫ СОЗДАНИЯ
Cs⁺-ВОЛНОВОДНЫХ СТРУКТУР В СТЕКЛЕ

М. Г. Галечян, Е. М. Дианов, Н. М. Лындин, А. В. Тищенко

Подробно исследуется проблема создания планарных электродиффузионных Cs⁺ волноводов и влияние различных способов электродиффузии на профиль показателя преломления (ППП). Для повышения однородности Cs⁺ волноводов предложена предварительная чистка поверхности слоя подложки ионами Na⁺ электродиффузией в расплаве NaNO₃. Установлено, что диффузия ионов Na⁺ полностью подавляет диффузию ионов Cs⁺ из расплава смеси NaNO₃ и CsNO₃. Для понижения приращения показателя преломления предлагается отжиг Cs⁺ волноводов или комбинация процессов отжига и электрозаглубления в расплаве смеси NaNO₃ и CsNO₃. Предложен новый метод — импульсная электродиффузия (ИЭД), позволяющий эффективно заглублять Cs⁺ волноводы при низких температурах в различных расплавах. Приведены непосредственно измеренные с высокой точностью ППП ИЭД заглубленных в расплавах NaNO₃ и KNO₃ Cs⁺ волноводов.

Метод ионного обмена в стеклах с целью получения интегрально-оптических волноводов достаточно хорошо изучен [1]. Тем не менее развитие оптоэлектроник, создание элементной базы средств передачи и обработки оптических сигналов, использование новых материалов требуют дальнейших исследований методов изготовления волноводов в стекле. Одним из наиболее перспективных, но недостаточно изученных методов является электродиффузия ионов из расплава соответствующей соли в стекло. Нами предложена схема [2], позволяющая упростить и ускорить процесс создания электродиффузионных волноводов в стекле. Наиболее перспективными с целью создания волноводного слоя являются ионы K⁺, Cs⁺. Целью настоящей работы является исследование влияния различных способов электродиффузии на профиль показателя преломления получаемых Cs⁺ волноводов в стекле.

Технология процесса изготовления планарных Cs⁺ волноводов и их свойства описаны в работе [2]. Типичный вид зависимости напряжения $U_{эд}$, прикладываемого к образцу в процессе электродиффузии при постоянной плотности тока, от времени показан на рис. 1, а. Абсолютные значения $U_{эд}$ могут изменяться от образца к образцу (даже при одинаковых исходных условиях) в достаточно широких пределах — 3—10 В. К тому же перепад напряжения $\Delta U_{эд} = (U_{эд})_{max} - (U_{эд})_{min}$ в течение процесса также различен и лежит в пределах 1—4 В. Естественно, при такой нестабильности процесса изготовления Cs⁺ волноводов в стеклах (в качестве подложки здесь, как и в работе [2], выбирались стекла фотопластин) получают неоднородные волноводы с низкой повторяемостью по модовому составу. Для улучшения качества используемых подложек была испробована предварительная их чистка ионами Na⁺. При этом по технологии, аналогичной электродиффузии ионов Cs⁺, вначале проводится электродиффузия ионов Na⁺ в подложку на глубину ~10 мкм, в результате чего на ее поверхности создается однородный слой, в котором затем образуется электродиффузионный Cs⁺ волновод. Кривая 1 на рис. 1, а соответствует не обработанной подложке. Cs⁺ волноводы, образованные в подложках, прошедших предварительную чистку ионами натрия Na⁺, являются значительно более однородными (разброс значений n^* в одном волноводе не превышает $2 \cdot 10^{-4}$), разброс значений напряжений U_{0i} и U_i при электродиффузии ионов Cs⁺ в эти подложки уменьшается более чем

вдвое, следовательно, предварительная очистка стеклянных подложек ионами Na^+ из расплава NaNO_3 позволяет улучшить технологию электродиффузионного способа создания Cs^+ волноводов в стекле.

Одной из важных характеристик волноводного слоя является отличие его показателя преломления от показателя преломления подложки Δn . Выбор значения Δn особенно важен при стыковке интегрально-оптических схем с волоконными световодами. В Cs^+ волноводах, полученных электродиффузией из расплава CsNO_3 , приращение $\Delta n \approx 3 \cdot 10^{-2}$ значительно превышает типичную

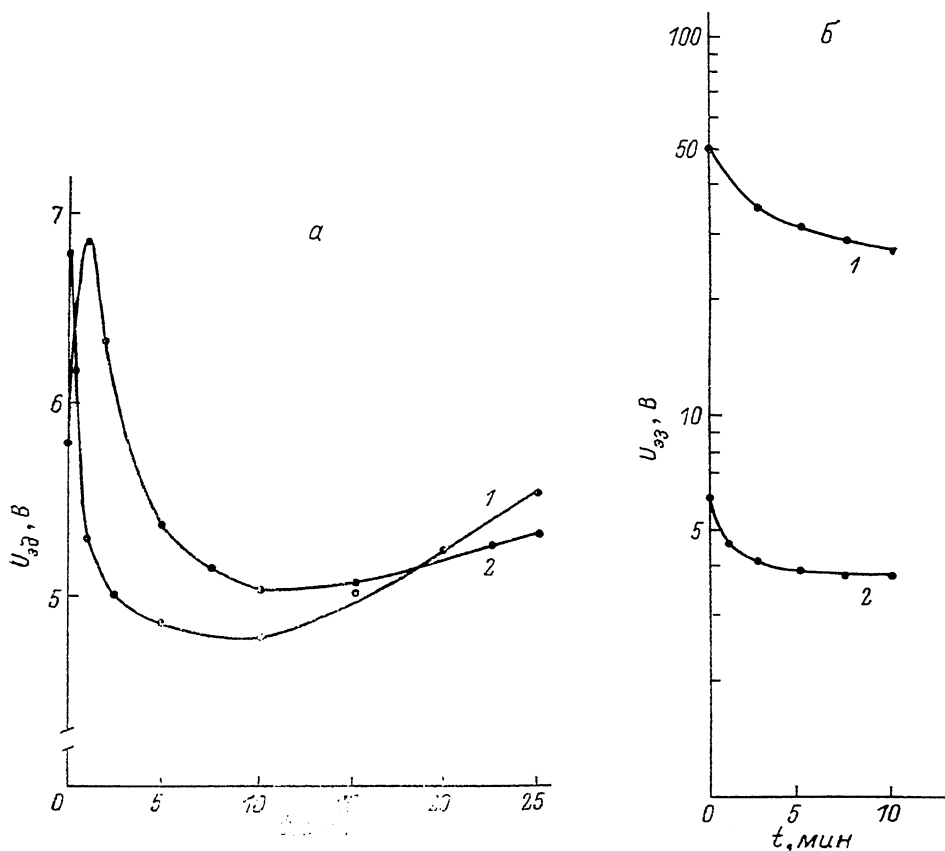


Рис. 1. Зависимость напряжения, прикладываемого к образцу в процессе электродиффузии, от времени.

а — диффузия ионов Cs^+ в необработанную (1) и предварительно очищенную (2) подложку, б — заглубление Cs^+ волновода в расплаве чистого NaNO_3 (1) и расплаве смеси 5 % NaNO_3 + 95 % CsNO_3 (2).

для одномодового волокна величину $\sim 3 \cdot 10^{-3}$. С целью понижения Δn в Cs^+ волноводах мы исследовали возможность электродиффузии ионов Cs^+ из смеси расплавов CsNO_3 и NaNO_3 . Выяснилось, что наличие ионов Na^+ в исходном расплаве полностью подавляет диффузию ионов Cs^+ в стекло и при электродиффузии не происходит образования волноводного слоя вплоть до полного истощения содержания NaNO_3 в исходном расплаве. Этот результат свидетельствует о необходимости использования достаточно чистого расплава CsNO_3 в процессе электродиффузии для получения Cs^+ волноводов, а также о том, что при необходимости повысить температуру электродиффузии ионов Na^+ в стеклянную подложку можно использовать комбинированный расплав $\text{NaNO}_3 + \text{CsNO}_3$, который более устойчив к нагреву по отношению к расплаву NaNO_3 . Таким образом, электродиффузия из расплава смеси солей NaNO_3 и CsNO_3 не приводит к понижению приращения показателя преломления Δn . Понижения этой величины можно добиться комбинацией процессов, описанной ниже.

Общими требованиями, предъявляемыми к интегрально-оптическим схемам, являются малые потери мощности распространяющегося в волноводах излучения и хорошее согласование волноводных мод с модами волоконно-оптических

световодов. При создании волноводных структур в стеклах методом ионного обмена использование различных ионно-обменных систем, таких как $\text{Ag}^+ - \text{Na}^+$, $\text{K}^+ - \text{Na}^+$, $\text{Cs}^+ - \text{Na}^+$, $\text{Cs}^+ - \text{K}^+$ [1], не устраняет принципиальный недостаток — потери из-за рассеяния и поглощения излучения на поверхности волновода. Наиболее простым решением этой проблемы является заглабление волноводного слоя в подложку. Дополнительными преимуществами заглабленных волноводов являются симметризация профиля показателя преломления (ППП) волновода, приводящая к улучшению согласования его мод с модами волоконного световода, а также возможность использования заглабленных волноводов для создания интегрально-оптических поляризаторов [3]. Термическое заглабление [4] создает плавный ППП, в то время как для многих практических применений требуется более резкий ППП. Такая возможность реализуется при заглаблении методом электродиффузии. Технология заглабления предполагалась аналогичной технологии создания волноводных слоев [2]. Расплав NaNO_3 , находящийся в алюминиевом тигле при температуре 350°C , смачивает поверх-

Т а б л и ц а 1
Значения n^* мод Cs^+ волновода до и после заглабления
в расплаве NaNO_3

n^*	Исходный волновод ($q = 1$ Кл/см ²)		Заглабленный волновод ($q = 0.1$ Кл/см ²)	
	TE	TM	TE	TM
n_1^*	1.53816	1.53891	Не возбуждалась	
n_2^*	1.53298	1.53355	1.53243	1.53309
n_3^*	1.52646	1.52693	1.52385	1.52431
n_4^*	1.51807	1.51847	1.51543	1.51557
n_5^*	1.51061	1.51063	1.51039	1.51029

ность стеклянной подложки со стороны волноводного слоя. Катодом является также расплав NaNO_3 , удерживаемый платиновой пластиной на противоположной поверхности подложки. Типичный вид зависимости напряжения заглабления $U_{за}$ от времени показан на рис. 1, б. Как видно, среднее значение $U_{за}$ (~ 33 В) в семь раз больше среднего значения $U_{зд}$ (~ 5 В) при одинаковой плотности тока $\sim 10^{-3}$ А/см². При варьировании плотности тока электрозаглабления (все остальные условия остаются неизменными) форма кривой $U_{за}(t)$ остается неизменной, а начальное значение $(U_{за})_{t=0}$ пропорционально плотности тока электрозаглабления.

Измерения эффективных показателей преломления n_m^* волноводных мод (m — номер моды) показывают незначительные изменения ППП волновода и его анизотропии. В табл. 1 даны результаты измерений n_m^* электрозаглабленного в NaNO_3 пятимодового Cs^+ волновода. Измерения проводились по максимуму призмного ввода, основную моду возбудить не удалось, что подтверждает эффективность заглабления.

Эксперименты по заглаблению проводились при одном и том же времени (10 мин), но при различных плотностях тока — от нуля до 0.67 мА/см². Они показали, что с увеличением плотности тока заглабления вся поверхность волноводного слоя покрывается сетью мелких трещин, количество которых растет с ростом плотности тока заглабления, и при $j=0.67$ мА/см² (0.4 Кл/см²) поверхность становится матовой. Вероятной причиной такого разрушения волновода является низкая температура расплава NaNO_3 (350°C) в процессе электрозаглабления по сравнению с температурой электродиффузии из расплава CsNO_3 (420°C). Для повышения температуры процесса электрозаглабления мы использовали расплав смеси солей NaNO_3 (~ 5 вес.%) и CsNO_3 (~ 95 вес.%). Такой расплав устойчив при температуре 420°C . Как уже отмечалось, несмотря на малую концентрацию в расплаве ионов Na^+ по сравнению с ионами Cs^+ , диффузия последних полностью подавляется и в стекло диффундируют исключительно ионы Na^+ . Использование такого 5%-ного расплава действительно позволяет предохранить поверхность образца от разрушения. Напряжение за-

зглубления U_{33} упало при этом почти на порядок по сравнению с напряжением U_{33} в случае чистого расплава, форма же кривой $U_{33}(t)$, как видно из рис. 1, б, сохранилась. Один из Cs^+ волноводов, имевший до зглубления 4 моды, зглубленный в 5%-ном расплаве $NaNO_3$ в $CsNO_3$ при $j=0.67$ мА/см², $t=10$ мин, $q=0.4$ Кл/см² (что соответствует зглублению на ~ 2 мкм), подвергался элементному анализу на сканирующем электронном микроскопе JEOL-840. Этот метод позволил определить относительную концентрацию цезия в волноводном слое. На рис. 2, а приведены данные для зглубленного и незглубленного Cs^+

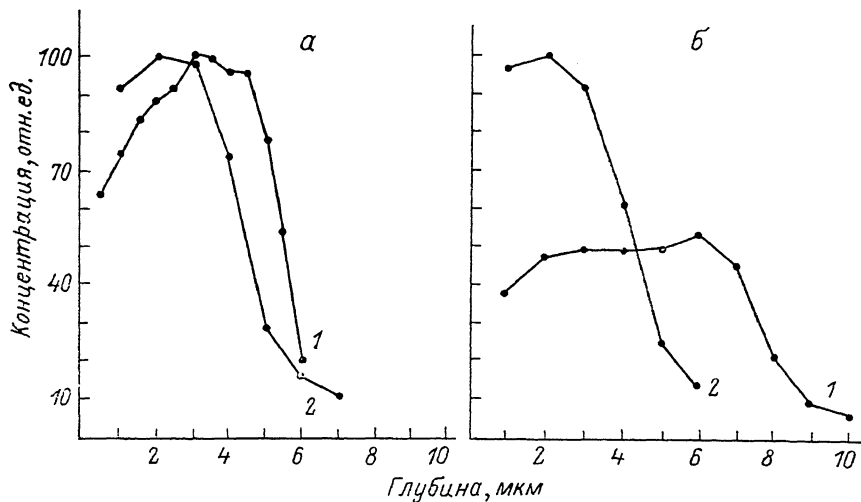


Рис. 2. Распределение концентрации цезия и натрия по глубине волноводного слоя. а — в зглубленном (1) и незглубленном (2) Cs^+ волноводах, б — в тех же волноводах после их отжига.

волноводов (условия электродиффузии Cs^+ в обоих случаях были одними и теми же). Рентгеновский пучок в фокусе имел диаметр ~ 1 мкм, поэтому ближайшая точка к поверхности расположена на глубине ≥ 0.5 мкм.

Как отмечалось ранее [5], Cs^+ волноводы анизотропны $\delta n = n_{отн} - n_{оте} \sim \sim 8 \cdot 10^{-4}$. Исследование процессов, приводящих к изменению как ППП, так и анизотропии δn , помогает лучше понять механизм волновообразования. Поэтому мы считаем необходимым отметить ряд особенностей электрозглубленных (как в чистом $NaNO_3$, так и в 5%-ном расплаве) Cs^+ волноводов. Как мы уже отмечали, процесс зглубления незначительно изменяет профиль волновода (за исключением его симметризации). Однако зглубленный и незглубленный волноводы различны по отношению к нагреву. В табл. 2 приведены значения эффективных показателей преломления мод отожженных зглубленного и незглубленного Cs^+ волноводов, близких по исходным параметрам. Как видно из этих данных, отжиг при 400 °С в течение 2 ч значительно изменяет зглубленный Cs^+ волновод: вдвое уменьшилось приращение показателя преломления Δn

Таблица 2

Влияние отжига на значения n^* мод зглубленного в расплаве смеси 5% $NaNO_3 + 95\%$ $CsNO_3$ и незглубленного Cs^+ волноводов

n^*	Зглубленный волновод отжиг при 400 °С в течение 2 ч		Незглубленный волновод			
			отжиг при 400 °С в течение 2 ч		отжиг при 500 °С в течение 2 ч	
	TE	TM	TE	TM	TE	TM
n_1^*	Не возбуждалась		1.53780	1.53836	1.52912	1.52904
n_2^*	1.52338	1.52316	1.53377	1.53425	1.52656	1.52647
n_3^*	1.51990	1.51967	1.52821	1.52862	1.52291	1.52266
n_4^*	1.51533	1.51515	1.52130	1.52136	1.51785	1.51760
n_5^*					1.51224	1.51204

и волновод стал изотропным, в то время как для незаглубленного Cs^+ волновода только отжиг при $500^\circ C$ приводит к его оптическим изменениям. К аналогичным выводам приводит и элементный анализ этих волноводов на SEM (рис. 2, б).

С увеличением времени отжига становится возможным приращенное возбуждение всех мод волновода, что говорит о постепенном уменьшении толщины слоя с уменьшенным показателем преломления. Этот процесс, по-видимому, связан с достаточно высокой скоростью термического обмена $Cs^+ - Na^+$ в слое, через который уже прошел фронт диффузии ионов Cs^+ . Аналогичный процесс $Cs^+ - Na^+$ обмена идет и во время процесса электрозаглубления Cs^+ волновода. При этом скорость движения переднего диффузионного фронта со временем снижается, поскольку увеличивается количество ионов Na^+ , проходящих через волновод-

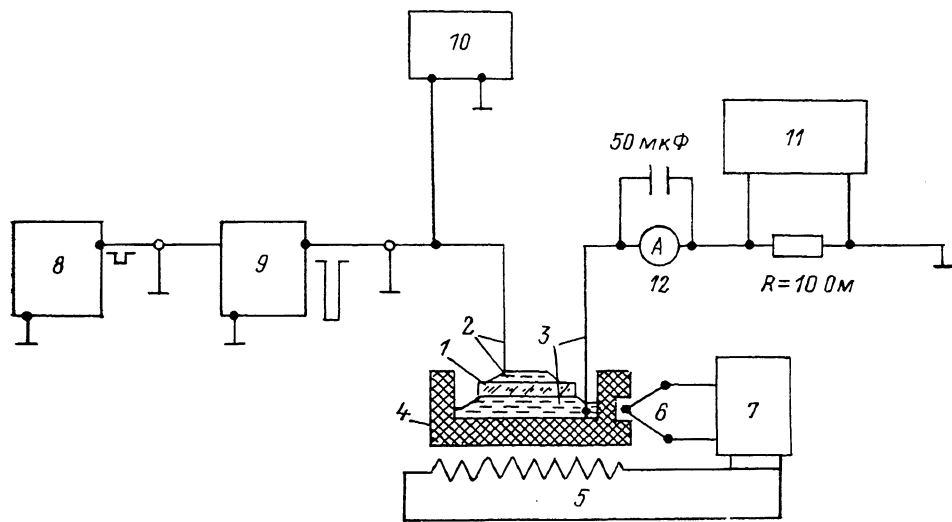


Рис. 3. Схема установки импульсной электродиффузии.

1 — подложка; 2 — катод (расплав соли); 3 — анод (расплав соли); 4 — тигель; 5 — нагревательный элемент; 6 — термопара; 7 — устройство стабилизации температуры; 8 — генератор прямоугольных импульсов; 9 — усилитель; 10, 11 — осциллографы; 12 — миллиамперметр интегрального тока.

ный слой, а заглубляемая граница волновода становится все более плавной. Поэтому реальная глубина заглубления оказывается небольшой (~ 1 мкм).

Анализ причин, вызывающих плохую повторяемость процессов электродиффузионного образования Cs^+ волноводов в стекле, приводит к выводу о необходимости значительного повышения величины рабочего напряжения $U_{ра}$. Однако простое повышение $U_{ра}$ ведет к разрушению подложки. Тем не менее рабочее напряжение $U_{ра}$ можно повысить на два порядка, используя метод импульсной электродиффузии (ИЭД). Схема установки импульсной электродиффузии приведена на рис. 3. Прямоугольные импульсы с генератора 8 отрицательной полярности относительно земли, пройдя усилитель 9, подаются непосредственно на катод 2 установки ИЭД. Анод установки через инерционный стрелочный миллиамперметр интегрального тока 12 и сопротивление R соединен с землей. Амплитуда и форма импульсов напряжения и тока контролировались осциллографами 10 и 11. Основные параметры процесса ИЭД были неизменными на протяжении всего эксперимента. Амплитуда импульса напряжения 400 В, длительность импульса 2 мкс, температура процесса $420^\circ C$. Величина интегрального тока регулировалась изменением частоты следования импульсов, глубина получаемых Cs^+ волноводов — плотностью интегрального заряда, прошедшего через подложку в процессе ИЭД.

Cs^+ волноводы, полученные методом ИЭД, действительно однородны и стабильно воспроизводимы с высокой повторяемостью. В табл. 3 приведены значения n^* восьмимодового Cs^+ волновода, образовавшегося при $\langle q \rangle = 1.2$ Кл/см². Сравнивая его с Cs^+ волноводом, полученным при постоянном токе (табл. 1),

обнаруживаем, что количество мод и глубина волновода увеличились почти вдвое, в то время как приращение Δn увеличилось незначительно, а анизотропия осталась неизменной.

Т а б л и ц а 3

Значения n^* мод Cs^+ волновода, изготовленного методом ИЭД ($\langle q \rangle = 1.2 \text{ Кл/см}^2$)

n^*	TE	TM	n^*	TE	TM
n_1^*	1.54238	1.54328	n_5^*	1.53058	1.53131
n_2^*	1.54059	1.54143	n_6^*	1.52586	1.52654
n_3^*	1.53809	1.53890	n_7^*	1.52054	1.52113
n_4^*	1.53469	1.53546	n_8^*	1.51464	1.51519

Увеличение глубины Cs^+ волновода почти в два раза при той же плотности заряда говорит о значительном различии в физических процессах диффузии и распределения электрического заряда по глубине подложки при импульсном напряжении в сравнении с электродиффузией при постоянном токе. Особенность

режима ИЭД заключается в том, что вначале в течение короткого промежутка времени (2 мкс) под действием сильного электрического поля ($|E| \sim 3 \text{ кВ/см}$) ионы Cs^+ достаточно глубоко проникают в подложку, затем следует длительная ($\sim 500 \text{ мкс}$) свободная миграция ионов Cs^+ в уже занятом ими пространстве подложки, что приводит к образованию однородного волноводного слоя.

Метод ИЭД был применен и для электрозаглубления Cs^+ волнопроводов в стекле, при этом использовались расплавы солей NaNO_3 и KNO_3 при температурах 350 и 360 °C соответственно. Для исследования ППП полу-

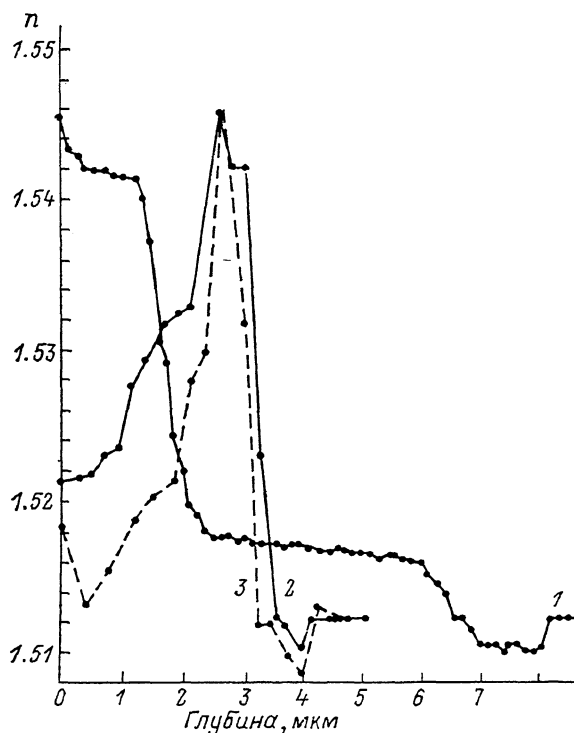


Рис. 4. Профили показателя преломления Cs^+ волнопроводов.

1 — незаглубленный, 2 — заглубленный в расплаве NaNO_3 ($\langle q \rangle = 0.4 \text{ Кл/см}^2$), 3 — заглубленный в расплаве KNO_3 ($\langle q \rangle = 0.3 \text{ Кл/см}^2$).

ченных волнопроводов мы использовали метод послойного стравливания, предложенный в работе [6]. Для определения показателя преломления на поверхности образца создается дифракционная решетка с периодом 50 мкм и глубиной штриха $\sim 20 \text{ нм}$. По отношению интенсивностей дифрагировавшего на ней луча He—Ne лазера ($\lambda = 633 \text{ нм}$) с иммерсией ($n = 1.470$, глицерин) и без иммерсии можно определить показатель преломления поверхностного слоя. При последовательном стравливании поверхности волновода контроль глубины осуществляется на интерферометре Линника МИИ-4 с точностью не хуже 20 нм.

На рис. 4 представлены измеренные ППП трех Cs^+ волнопроводов: незаглубленного (а), заглубленного в расплаве NaNO_3 ($\langle q \rangle = 0.4 \text{ Кл/см}^2$) (б) и заглубленного в расплаве KNO_3 ($\langle q \rangle = 0.3 \text{ Кл/см}^2$) (в). Все исследованные Cs^+ волнопроводы были

изготовлены при одних и тех же параметрах ИЭД ($\langle q \rangle = 0.6 \text{ Кл/см}^2$) и до заглабления имели одинаковые параметры.

Как видно из рис. 4, Cs^+ волноводы заглаблены достаточно сильно, при этом их профиль становится асимметричным за счет расплывания верхней границы волновода со стороны поверхности подложки. Нижняя же граница волновода остается по-прежнему резкой. Этот результат указывает на изменение диффузионных свойств стекла для ионов Cs^+ после прохождения диффузионного фронта и качественно согласуется с результатами по отжигу электрозаглабленных в 5%-ном NaNO_3 : CsNO_3 расплаве Cs^+ волноводов. Поэтому более симметричный профиль волновода, заглабленного в расплаве KNO_3 (кривая 3 на рис. 4), связан, по-видимому, с меньшей скоростью обмена $\text{K}^+ - \text{Cs}^+$ по сравнению с обменом $\text{Na}^+ - \text{Cs}^+$.

Таким образом, метод ИЭД позволяет получать однородные и воспроизводимые с высокой точностью Cs^+ волноводы в стекле, а также значительно улучшить технологию их электрозаглабления. В то же время метод ИЭД открывает новые возможности для создания ионно-обменных слоев в системах, для которых создание их другим способом либо невозможно, либо крайне затруднительно.

Список литературы

- [1] Findakly T. // Opt. Eng. 1985. Vol. 24. N 2. P. 244—250.
- [2] Галечян М. Г., Дианов Е. М., Лындин Н. М., Тищенко А. В. // Квантовая электрон. 1989. Т. 16. № 2. С. 344—346.
- [3] Дианов Е. М., Лындин Н. М., Сычугов В. А., Тищенко А. В. // Квантовая электрон. 1987. Т. 14. № 6. С. 1151—1152.
- [4] Lilienhof H.-J., Holscher H. W. // Proc. 3^d ECIO'85. Integrated Optics / Ed. H. P. Nolting, R. Ulrich. Berlin: Springer, 1985. P. 71—74.
- [5] Галечян М. Г., Лындин Н. М., Нурлигареев Д. Х., Тищенко А. В. // ЖТФ. 1990. Т. 60. Вып. 9. С. 133—136.
- [6] Зленко А. А., Сорокозиков В. Н., Сычугов В. А., Шипуло Г. П. // Квантовая электрон. 1978. Т. 5. № 6. С. 1318—1322.

Институт общей физики АН СССР
Москва

Поступило в Редакцию
19 февраля 1990 г.
В окончательной редакции
24 сентября 1990 г.