

В. А. Никитин, Н. В. Святенко, Н. А. Яковенко

(Краснодар)

**ПОЛУЧЕНИЕ ИНТЕГРАЛЬНО-ОПТИЧЕСКИХ ВОЛНОВОДОВ  
В ЛАЗЕРНОМ СТЕКЛЕ МЕТОДАМИ ИОННОГО ОБМЕНА  
И ТВЕРДОТЕЛЬНОЙ ДИФФУЗИИ**

Проведен поиск технологических режимов изготовления диффузионных волноводов в лазерном стекле ГЛС-10, легированном неодимом. Рассмотрено изготовление интегрально-оптических волноводов методами ионного обмена из расплава соли  $\text{AgNO}_3 + \text{KNO}_3$  и твердотельной диффузии  $\text{PbO}$ . Определены эффективные показатели преломления и число волноводных мод полученных волноводов.

Исследованию применения стекол, легированных редкоземельными элементами, в качестве материалов для волноводных лазеров посвящены работы отечественных и зарубежных авторов [1, 2]. Стекло, активированное неодимом, – наиболее распространенный и широко применяемый материал для твердотельных лазеров. Спектр поглощения неодима в стекле состоит из большого числа сравнительно узких полос. Наиболее интенсивные полосы поглощения расположены в областях 520, 580, 740, 800 и 900 нм. Имеется также интенсивное поглощение в областях 350 и 2400 нм. Люминесценция ионов неодима проявляется при возбуждении в любой из полос поглощения, начиная с 900 нм и меньше. Она состоит из четырех полос с длинами волн около 900, 1060, 1300 и 1900 нм. Наиболее интенсивная люминесценция соответствует длине волны 1060 нм. Ширина этой линии составляет 20 нм. Из различных сортов стекол силикатные стекла имеют наибольший квантовый выход [3].

Целью настоящей работы является исследование возможности изготовления канальных волноводов в лазерном стекле (ЛС) ГЛС-10. (Далее используем обозначение ЛС.)

Стеклообразующей основой ЛС является система  $\text{SiO}_2 - \text{BaO} - \text{La}_2\text{O}_3$ . В состав стекла также входят следующие щелочные оксиды:  $\text{Li}_2\text{O}$  (2,1 % моль),  $\text{Na}_2\text{O}$  (7,9 % моль),  $\text{K}_2\text{O}$  (9,1 % моль), показатель преломления  $n = 1,5280$  ( $\lambda = 0,63$  мкм) [4].

Наличие щелочных ионов ( $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ) в составе ЛС позволяет использовать для изготовления интегрально-оптических волноводов метод ионного обмена из расплава соли. В процессе ионного обмена ионы щелочных металлов стекла замещаются ионами металла из расплава, что приводит к увеличению показателя преломления в приповерхностном слое стекла и придает ему

волноводные свойства. Изменение показателя преломления при ионном обмене определяется следующими причинами: различием поляризуемостей иона-диффузанта и эффузанта; уменьшением поляризуемости иона-диффузанта из-за его деформации, обусловленной взаимодействием с окружением; увеличением поляризуемостей частиц окружения ионов-диффузантов, вызванным их деформацией; уменьшением объемной концентрации щелочных ионов и частиц окружения. Кроме того, при замене одного иона другим в матрице стекла появляются механические напряжения, обусловленные различием в размерах обмениваемых ионов. Наличие значительных механических напряжений может привести к появлению микротрещин, матированию поверхности стекла или даже к полному разрушению образца. Поскольку в матрице ЛС содержится сразу три щелочных иона с различными ионными радиусами и различной подвижностью, то использование традиционного ионного обмена для изготовления волноводных структур сопряжено с большими трудностями. В процессе изготовления волноводов в ЛС использовались различные расплавы солей и различные температурные режимы, представленные в табл. 1. Это позволило подобрать технологический режим для

Т а б л и ц а 1

Расплав	$T, ^\circ\text{C}$	Время, мин	Результаты	Номер моды	$N_{\text{эф}}$ ( $\lambda = 0,63 \text{ мкм}$ )
$\text{KNO}_3$	380	60 180	Поверхность нарушений не имеет	—	—
$\text{NaNO}_3 + \text{AgNO}_3$	350	3	Появление микротрещин	—	—
50 : 1 моль		30	Сильная коллоидная окраска, разрушение поверхности стекла	—	—
$\text{NaNO}_3$	330	10	Глубокие трещины	—	—
$\text{KNO}_3 + \text{NaNO}_3 + \text{LiNO}_3 + \text{AgNO}_3$	380	10	Коллоидная окраска, разрушение поверхности	—	—
24 : 26 : 6 : 1 моль					
$\text{KNO}_3 + \text{LiNO}_3 + \text{AgNO}_3$	420	0,5	Образование поверхностных трещин. Одномодовый волновод	1	1,5493
500 : 1 : 1 моль					
$\text{KNO}_3 + \text{AgNO}_3$	365	10	Поверхность нарушений не имеет	—	—
400 : 1 моль		20			
600 : 1 моль		30			
1600 : 1 моль					
$\text{KNO}_3 + \text{AgNO}_3$	400	3	Поверхность покрыта сетью трещин, появление трех мод	1	1,6295
500 : 1 моль				2	1,5835
		10		3	1,5566
			Разрушение поверхности		

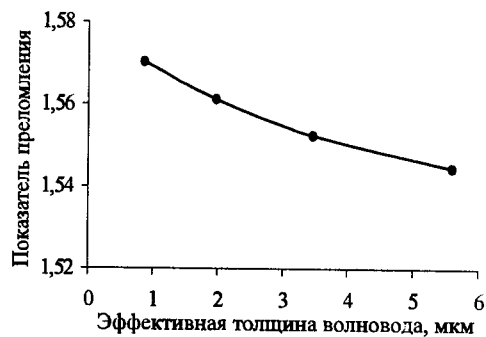
Т а б л и ц а 2

Концентрация AgNO <sub>3</sub> и KNO <sub>3</sub> в расплаве	T, °C	Время диффузии, мин	Номер моды	N <sub>эф</sub> (λ = 0,63 мкм)
1 : 6400 моль	365	40	1	1,5459
1 : 6400 моль	365	120	1	1,5714
			2	1,5611
			3	1,5524
			4	1,5447

процесса ионообменной диффузии. Канальные волноводы были получены после обработки в расплаве AgNO<sub>3</sub> + KNO<sub>3</sub> (1 : 6400 моль). Количество волноводных мод и эффективный показатель преломления  $N_{эф}$  измерялись призмным методом на установке, собранной на базе гониометра ГС-5 (точность измерений  $\delta N$  составляет  $10^{-4}$ ). Результаты измерений представлены в табл. 2. Профиль показателя преломления для четырехмодового волновода представлен на рисунке. Существенным недостатком волноводов, сформированных ионным обменом из расплава AgNO<sub>3</sub> + KNO<sub>3</sub>, является коллоидная окраска, неизбежно возникающая в процессе диффузии ионов серебра в данный тип стекла. Таким образом, полученные волноводные структуры обладают значительными потерями.

Для получения волноводов хорошего качества в ЛС использовался метод твердотельной диффузии [5, 6]. Сущность этого метода заключается в том, что на предварительно хорошо отполированную и очищенную стеклянную подложку наносится тонкий слой металла, который вначале окисляется при температуре 100–300 °C, а затем проводится диффузия его окиси при более высокой температуре. Этот метод позволяет получать волноводные слои с весьма низкими потерями. Окись свинца часто вводится в состав стекол с целью увеличения их показателя преломления [7]. Содержание окиси свинца в стекле может изменяться в широких пределах (от 0 до 65 %) и определяет величину его показателя преломления.

Тонкие пленки свинца толщиной 15, 30, 45, 60 и 80 нм наносились методом термического вакуумного напыления на подложки ЛС. Стеклянные под-



Профиль показателя преломления четырехмодового волновода

ложки предварительно подвергались глубокой полировке и очистке. Толщина наносимой пленки свинца контролировалась с помощью кварцевого измерителя толщины КИТ-1. Окисление напыленных пленок проводилось на воздухе при температуре 200 °С в течение 2 ч. Затем температура повышалась до 500 °С и проводилась диффузия окиси свинца в течение 22 ч.

Результаты измерения количества волноводных мод и эффективных показателей преломления представлены в табл. 3.

Получение планарных волноводов методом диффузии свинца в стекло, подбор режимов напыления и отжига образцов дали возможность перейти к изготовлению канальных волноводов. При этом было обнаружено, что планарные волноводы, полученные в результате диффузии пленок свинца толщиной 60 и 80 нм, обладали большими потерями вводимого излучения. Это связано с рассеянием света в пленке PbO, не продиффундировавшей в стекло. Поэтому при изготовлении канальных волноводов использовались пленки свинца толщиной 30 и 45 нм, обеспечивающие минимальные потери вводимого излучения.

Для изготовления канальных интегрально-оптических волноводов применялась жидкостная оптическая фотолитография. Тонкий слой фоторезиста наносился на предварительно металлизированные свинцом стеклянные образцы на центрифуге установки нанесения и сушки фоторезиста. Затем образцы с нанесенным слоем фоторезиста подвергались сушке при температуре 90 °С в течение 15 мин. Высушенные образцы экспонировались в свете ртутно-кварцевой лампы в течение 3 мин. При этом использовался фотошаблон, представляющий собой набор темных полос шириной 3 мкм на светлом фоне. После окончания экспонирования образцы проявлялись в 0,25 %-ном растворе КОН в течение 1–2 мин. Следует указать на то, что хорошее взаимодействие свинца с раствором проявителя позволило совместить операции проявления и травления. Проявленные и протравленные образцы промывались и сушились при комнатной температуре. Конечным этапом в создании полосок свинца на стекле было удаление остатков фоторезиста, которое производилось промывкой в ацетоне.

Подготовленные таким образом подложки из ЛС подвергались предварительно нагреву для окисления пленок свинца. Диффузия окиси свинца осуществлялась так же, как и в случае изготовления планарных волноводов.

В результате методом твердотельной диффузии в подложках ЛС были сформированы одномодовые канальные волноводы.

Эффективный показатель преломления волновода, полученного при полной диффузии пленки свинца толщиной 35 нм в стекло, имел значение 1,5454, а для волновода, полученного при полной диффузии пленки свинца толщиной 50 нм, – 1,5478 ( $\lambda = 0,63$  мкм).

Таким образом, проведенные исследования показали, что канальные волноводы в ЛС могут быть получены как методом ионного обмена из расплава солей, содержащих ионы серебра, так и методом твердотельной

Таблица 3

Толщина пленки, нм	Порядок моды	$N_{эф}$ ( $\lambda = 0,63$ мкм)
80	0	1,5556
	1	1,5466
60	0	1,5540
	1	1,5438
45	0	1,5523
	1	1,5434
30	0	1,5516
	1	1,5428
15	0	1,5509
	1	1,5426

диффузии пленки свинца. Для создания волновода методом ионообменной диффузии целесообразно применять расплав  $KNO_3 + AgNO_3$  с очень низкой концентрацией ионов  $Ag^+$ . Также установлено, что для обеспечения минимальных потерь излучения в волноводах, изготовленных методом твердотельной диффузии, толщина наносимых пленок не должна превышать 45 нм. Следует отметить тот факт, что волноводы, изготовленные твердотельной диффузией свинца, не обладают коллоидной окраской в отличие от волнопроводов, полученных ионным обменом из расплава, содержащего ионы  $Ag^+$ .

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Aoki H., Maruyama O., Asahara Y. Glass waveguide laser // IEEE Photonics Technology Letter. 1990. 2, N 7, P. 459.
2. Roman J. E., Winik K. A. Neodymium-doped glass channel waveguide laser containing an integrated distributed Bragg reflector // Appl. Phys. Lett. 1992. 61, N 3. P. 2744.
3. Структура и физико-химические свойства неорганических стекол /Под. ред. А. Г. Власова, В. А. Флоринской. Л.: Химия, 1974.
4. Ланда К. А., Петровский Г. Т. Аморфные планарные волноводы. Красноярск: Изд-во Краснояр. ун-та, 1987.
5. Алешкевич Н. И., Войтенков А. И., Редько В. П. Получение оптических волнопроводов на стеклах типа баритовые кроны и баритовые флинты методом твердотельной диффузии // Квантовая электрон. 1977. 4, № 10. С. 2254.
6. Аникин В. И., Горобец А. П., Половинкин А. Н. Характеристики плоских оптических волнопроводов, изготовленных методом твердотельной диффузии // Оптика и спектроскопия. 1978. 45, № 1. С. 187.
7. Дорош В. С., Никитин В. А., Хотнянская Е. Б. Исследование оптических волнопроводов, полученных методом диффузии окиси свинца в стекло /Жубан. гос. ун-т. Краснодар, 1983. 9 с. Деп. в ВИНТИ 18.04.83, № 2017.

*Кубанский государственный университет,  
E-mail: nikitin@phys.kubsu.ru*

*Поступила в редакцию  
26 ноября 2002 г.*