

イオン交換によるガラス光導波路の作製及び 作製技術についての研究

陳, 抱雪 / CHIN, Hosetsu / 浜中, 広見 / 岩村, 国也 /
IWAMURA, Kokuya / HAMANAKA, Hiromi

(出版者 / Publisher)

法政大学工学部

(雑誌名 / Journal or Publication Title)

Bulletin of the Faculty of Engineering, Hosei University / 法政大学工学部
研究集報

(巻 / Volume)

26

(開始ページ / Start Page)

153

(終了ページ / End Page)

159

(発行年 / Year)

1990-02

(URL)

<https://doi.org/10.15002/00003917>

イオン交換によるガラス光導波路の作製 及び作製技術についての研究

陳 抱 雪*・浜 中 広 見**・岩 村 国 也**

Preparation of Glass Waveguide by Ion-Exchange and Study of Process

Hosetsu CHIN*, Hiromi HAMANAKA** and Kokuya IWAMURA**

Abstract

The Ag^+ and K^+ ion exchange glass optical waveguides are fabricated by means of the thermal ion exchange method. The characteristics of these optical waveguides fabricated are determined by use of the prism coupling method. The fabricating factor for single mode waveguide and the processing repetition can be controled well througe studying the fabricating technology and the processing.

§ 1. ま え が き

イオン交換法 (ion exchange method) によってガラス導波路を作製するのは¹⁾, 光集積回路技術において注目される研究テーマである。この作製技術は低コスト, 形成した薄膜の性質がよいなど利点があり, 特に, この技術によって得られた導波路の屈折率と光ファイバの屈折率とは比較的良く一致するので, 結合する場合に良い整合性を容易に得ることができる。従って, ガラス導波路を利用して, 作製した受動デバイス, 例えば導波形プリズム, レンズ, グレーティング, パワー分配器として光通信システムに広範な応用を期待することができる。

イオン交換法は, 複雑な設備が必要でなく, 作製時間も短く, かつ低温で行うことができ, 簡単で有効な導波路作製方法である。様々なイオン交換条件を採用することによりそれぞれの特徴を持った導波路を得ることができるため注目されている²⁾³⁾⁴⁾。異なる種類のイオンを用いたイオンの交換技術及びこれにより得られた導波路の特徴の研究は重要な課題の一つである。

本文は筆者らが最近 Ag^+ と K^+ の熱イオン交換 (thermal ion exchange) により作製したガラス導波路のプロセス研究の結果を報告したものである。

* HIF 招聘研究員

** 工学部計測制御

§2. 基本 原 理

ガラスの屈折率は化学組成、密度及び組成イオンの単位体積あたりの電子分極率と関係がある。一般に、ガラス組成中の単位体積あたりの双極子が多く、また電子分極率が大いほど、電磁波の輻射場との相互作用が大きく、従ってこのようなガラスは比較的高い屈折率を持っている。もしガラス表面の低い電子分極率のイオンをより高い電子分極率のイオンに置き換えられるとすれば、ガラスの表面に高い屈折率の薄膜を形成でき、この構造が光導波路(optics wave-guide)として利用できる。

通常、ガラスは SiO_2 や B_2O_3 などのガラス形成酸化物中に Na_2O , K_2O , CaO などの修飾酸化物が転在している構造を持っている。高温中では、この修飾酸化物はイオン化する。一般にガラス中のイオンの拡散係数は多価イオンより一価のイオンの方が大きいので、イオン交換に参与するイオンが主に Na^+ などの一価のイオンだと考えられる。 Na より原子番号の大きな原子の一価イオンを使って、 Na^+ (電子数10, 分極率 $0.23 \times 10^{-40} \text{ Fm}^3$) を置き換えて、導波路を形成できる。例えば Na^+ より Ag^+ (電子数46, 分極率 $2.05 \times 10^{-40} \text{ Fm}^3$) と K^+ (電子数18, 分極率 $1.21 \times 10^{-40} \text{ Fm}^3$) の電子分極率の方が大きいので、これらを用いて Na^+ を Ag^+ や K^+ に置き換えることができる。

イオン交換導波路は二種類のイオンが逆の方向へ拡散されることにより形成される。ガラスのプレーナ表面近くで生ずるイオン交換に対しては、ガラス表面からおくへ拡散されたイオンの濃度は次のような二次元の拡散方程式で記述される。

$$\begin{cases} \frac{\partial c(x, t)}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c(x, t)}{\partial x^2} \\ C(x, t)|_{x=0} = C_0 \\ C(x, t)|_{t=0} = 0 \end{cases} \quad (1)$$

ここで、 $C(x, t)$, C_0 , D , x は各々イオン濃度、ガラス表面のイオン濃度、イオンの拡散係数、ガラス表面からの深さであり、 t は拡散時間である。式(1)を解いて

$$C(x, t) = C_0 \operatorname{erfc} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad (2)$$

と得ることができる。ここで、

$$\operatorname{erfc}(\xi) = 1 - \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^\xi \exp(-t^2) dt \quad (3)$$

である。屈折率の変化はイオン濃度の変化に比例するので、導波路の屈折率分布は式(2)より

$$n(x, t) = n_s + \Delta n \operatorname{erfc} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad (4)$$

と得られる。ここで、 n_s , Δn は各々ガラス基板の屈折率、点(0, t)での屈折率の増加量である。

イオン交換に参加するイオンが Na^+ ばかりでなく、別のイオンもあるのであらゆるこれらのイオン交換の効果を一諸に考えれば、作製した光導波路の屈折率分布は式（4）のような補誤差関数型だけに限られたことでなく、ガウス関数型、指数減少型或は放物関数型などの分布も可能であり、ときに Fermi 関数型の場合もある⁵⁾。

§ 3. 実験及び考察

3.1 Ag^+ イオン交換ガラス導波路の作製について

顕微鏡用ソーダガラス(スライドガラス：MATUNAMI)を採用し、 AgNO_3 中性塩をイオン源として用いた。 AgNO_3 の融点は 208°C であり、これを Fig. 1 に示すようなつぼの中に入れ、マッフル炉中で溶融する。 AgNO_3 の溶融塩の中にソーダガラス試料を浸し、 300°C で異なる時間それぞれイオン交換を行った。作製した二次元ガラス導波路はプリズム結合法 (prism coupling method)⁶⁾ で測定され、導波層中を伝搬する TE モード (TE mode) 個数と TE モードの等価屈折率 N_m (effective index) を Table 1 に示す。Table 1 より次のことが明らかとなる。すなわち、

- (1) 一定温度の場合にイオン交換時間の延長に伴ない、伝搬モードの個数と同一モード番号のモードの等価屈折率は増えていく。これは導波層の屈折率の増加量と導波層の深さが増えていくことを示している。
- (2) イオン交換時間の増加に伴なって、モードの等価屈折率の変化が緩かになっていく。これは導波層の屈折率分布の変化率が緩かになっていくことを示している。
- (3) モード番号が高くなっていくのに従がい、隣のモードとの等価屈折率の差が小さくなっていく。これは導波層の屈折率分布がガウス関数などようなグレーデッド形に似た特徴を持つ

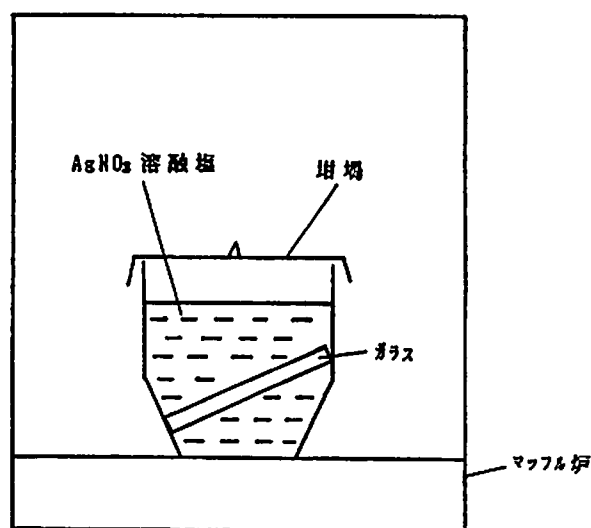


Fig. 1 溶融塩中におけるガラスのイオン交換

Table 1 Ag⁺ イオン交換ソーダガラス導波路の TE モードの等価屈折率

T(℃)	time(min)	m	N (TE モード)
300	15	0	1.5393
	30	0	1.5678
		1	1.5348
	60	0	1.5680
		1	1.5370
	120	0	1.5805
		1	1.5607
		2	1.5418
	180	0	1.5833
		1	1.5661
		2	1.5499
		3	1.5344
	240	0	1.5858
		1	1.5705
		2	1.5567
		3	1.5430
		4	1.5306

(注) m: モード番号, $\lambda=0.6328 \mu\text{m}$ Table 2 Ag⁺ イオン交換ソーダガラス導波路の TE モードの等価屈折率

time(min)	T(℃)	m	N (TE モード)
30	300	0	1.5678
		1	1.5348
	290	0	1.5654
		1	1.5329
	280	0	1.5536
	260	0	1.5405

(注) m: モード番号, $\lambda=0.6328 \mu\text{m}$

ことを示している。

イオン交換の時間を一定に保持し、交換温度を変えて作製したガラス導波路を前と同じプリズム結合法で TE モードの伝搬特性を測定した。具体的なパラメータを Table 2 に示す。これより交換温度が高くなるのに従って、伝搬するモードの個数とモードの等価屈折率が増えていくことが見られる。これは導波層の深さと屈折率の増加量も増えていくことを意味している。

実験の結果より、温度が高くなる程ガラス中の修飾酸化物のイオン化の確率は大きくなり、交換時間が長くなるの程交換に参加するイオンの数が多くなり、この二つの効果はガラス表面近く

の導波層の屈折率及び深さを増加させる方行に働くことが分る。一方、交換時間がさらに長くなるに従って、ガラス表面の Na^+ と Ag^+ との相互拡散は平衡状態に近づく。イオン交換はガラス表面から深い位置で進行する。この結果、ガラス表面附近での導波層の屈折率増加量は緩満になり、主に導波層の厚さが増加し、屈折率分布は緩かになる。従って、比較的高い温度で短い時間のイオン交換を行えば、屈折率の変化の大きな薄い導波層を得ることができる。これに対して、比較的低い温度で長い時間のイオン交換をすれば、屈折率の変化の緩かな厚い導波層を得ることができると予測される。

通常、応用上実際に用いられる導波路は単一モード導波路(single-mode waveguide)であるが、本実験より、イオン交換の温度と時間を適度に制御すれば、単一モード導波路を得ることが可能である。Table 3 に単一モード導波路の作製条件を示す。

導波路作製技術プロセスとして、再現性は非常に重要な問題である。これについての実験結果

Table 3 Ag^+ イオン交換単一モード導波路の作製条件

$t(\text{min})$	5	15	30	40	60	90
$T(^{\circ}\text{C})$						
320						
300						
280						
260						
250						
240						
230						

Table 4 Ag^+ イオン交換ソーダガラス導波路の作製再現性

$T(^{\circ}\text{C})$	time(min)	m	N(試料1)	N(試料2)
320	10	0	1.5754	1.5746
		1	1.5404	1.5405
320	5	0	1.5627	1.5619
290	30	0	1.5654	1.5652
		1	1.5329	1.5331
290	20	0	1.5699	1.5692
		1	1.5323	1.5315
280	30	0	1.5536	1.5526
260	30	0	1.5404	1.5406
250	40	0	1.5505	1.5515
240	60	0	1.5577	1.5584
230	90	0	1.5487	1.5493

(注) m: モード番号, N: TE モードの等価屈折率,
 $\lambda=0.6328 \mu\text{m}$

を Table 4 に示す。温度と時間をこまかく制御することによりモード等価屈折率の再現誤差を 0.001 以内にすることができる。もしマッフル炉の恒温精度をさらに高くできれば再現性がさらに向上することが期待される。

われわれの実験において、 Ag^+ イオン交換による作製したガラス導波路の表面が弱く黒色化することが見られた。交換温度の上昇に随い、この黒色化がだんだん著しくなってくる。交換温度が 340°C 以上になると、ガラスの表面が荒れ、導波路を作製することができない。この黒色化が非常に弱としても導波光の伝搬損失 (transmission losses) を増加させる。測定する時に導波路中を伝搬する光のストリークがはっきり観測されたことはこの点を証明している。

3.2 K^+ イオン交換ガラス導波路の作製について

ここでは試料として普通のソーダガラスと BK 7 光学ガラスを用い、 KNO_3 中性塩をイオン源として用いた。 Ag^+ イオン交換と全く同じ方法でガラス光導波路を作製した。異なる材料のガラス基板で作製した導波路の特性及びこれらの作製条件を Table 5 と Table 6 に示した。 KNO_3 の融点が 339°C であるので、 Ag^+ イオン交換の温度より K^+ イオン交換のほうが高い温度で行っ

Table 5 K^+ イオン交換ソーダガラス導波路の特性パラメーター及び再現性

T($^\circ\text{C}$)	time(min)	m	N(試料 1)	N(試料 2)
380	60	0	1.53068	1.53066
380	240	0	1.53237	1.53235
		1	1.52985	1.52983
420	90	0	1.53124	1.53167
		1	1.52996	1.53002

(注) m: モード番号, N: TE モードの等価屈折率,
 $\lambda=0.6328\ \mu\text{m}$

Table 6 K^+ イオン交換 BK 7 光学ガラス導波路の特性パラメーター

T($^\circ\text{C}$)	time(min)	m	N (TE モード)
500	180	0	1.52926
		1	1.52798
		2	1.52698
		3	1.52630
		4	1.52563
		5	1.52521
		6	1.52480
		7	1.52442
380	60	0	1.52507

(注) m: モード番号, N: TE モードの等価屈折率,
 $\lambda=0.6328\ \mu\text{m}$

た。 Ag^+ に比べて K^+ の電子分極率が小さいので、 K^+ イオン交換により得られた導波層の屈折率表面増加量 Δn は比較的小さく、イオン交換のために必要な時間も比較的長い。 K^+ イオン交換を行っている間の屈折率の変化率が比較的低い上にまた交換時間が比較的長い。マッフル炉の恒温精度は長い時間程より高くなる。従って、プロセス技術の制御及びプロセス再現性の制御には K^+ イオン交換法のほうが比較的簡単である。Table 6 に示したパラメーターによれば、 K^+ イオン交換により得られた導波路の等価屈折率の差の変化も Ag^+ イオン交換による作製した導波路と同じ特徴を持っているので、このような導波層の屈折率分布はガウス関数などで描くこともできる。また、温度と時間が一定の場合、BK7 光学ガラスよりソーダガラス導波路の等価屈折率のほうが大きく、BK7 光学ガラスよりソーダガラスのほうが光導波路を作製しやすいことを示している。この原因は BK7 光学ガラスよりソーダガラスの組成中の Na_2O の量のほうが比較的多いからである。実験中に、 K^+ イオン交換導波路の表面が黒くなる現象は生じなかった。 K^+ イオン交換により得た導波路に TE モードを励起したとき、ガラスの裏面から導波光のストリークが僅かに見られるにすぎない。また出射端面で明い輝点が観測できた。これは Ag^+ イオン交換導波路に比べて K^+ イオン交換導波路の表面の荒れが少ないため、導波光の散乱が小さくなり、伝搬損失が小さいためである。

§ 4. む す び

イオン源として AgNO_3 と KNO_3 を用い、イオン交換法によって単一モード或は多モードガラス光導波路を容易に作製できる。 Ag^+ イオン交換導波路では、表面屈折率変化 Δn が比較的大きく、ガラス表面に一定程度の荒れがあり、伝搬損失も比較的大きい。これに対し、 K^+ イオン交換導波路では、表面屈折率変化 Δn 、表面の荒れ及び伝搬損失などが比較的小さい。低温、長い時間のイオン交換条件下で Δn の小さい、厚さの深い導波層を作製できる。このような光導波路の屈折率分布は光ファイバーと比較的似ており、 K^+ イオン交換導波路は光通信デバイスの作製に有望である。しかしながら、 Na_2O などの少ないガラスについては K^+ イオン交換により導波路を作製するのは難しく、この場合は Ag^+ イオン交換法が有望である。

参 考 文 献

- 1) T.G. Giallorenzi, E.J. West, R. Kirk, R. Ginther and R.A. Andrews: *Appl. Opt.*, Vol. 12, No. 6, pp.1240-1245 (1973).
- 2) T. Izawa, H. Nakagome: *Appl. Phys. Lett.*, 21, 584 (1972).
- 3) R.K. Lagu, R.V. Ramaswamy: *Appl. Phys. Lett.*, 45(2), 117 (1984).
- 4) R.V. Ramaswamy: *IEEE*, Vol. QE-22, No. 6, p. 883 (1986).
- 5) 中国光学学会第二届全国集成光学学术会議論文集, p. 72 (1983).
- 6) J.H. Harris, R. Shubert and J.N. Polky: *J. Opt. Soc. Amer.*, 60, 8, p. 1007 (1970).