

УДК 621.378.826.535.8

## ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОГО КОЭФФИЦИЕНТА ЭФФЕКТИВНОГО ПОКАЗАТЕЛЯ ПРЕЛОМЛЕНИЯ ОПТИЧЕСКИХ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ-ВОЛНОВОДОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МОДУЛЯ ПЕЛЬТЬЕ

С. В. Павлов, Н. С. Трофимов, Т. К. Чехлова

*Российский университет дружбы народов,  
117198, Москва, ул. Орджоникидзе, 3  
E-mail: tchekhlova@mail.ru*

Предложен и протестирован метод исследования температурной зависимости эффективного показателя преломления оптических волноводов. Нагрев образцов осуществлялся с помощью термооптического модуля Пельтье. Данная методика отличается простотой и удобством и при этом позволяет повысить точность измерений и существенно расширить возможности температурных исследований оптических волноводов и материалов, из которых они изготовлены. Полученные зависимости позволяют определить термооптический коэффициент материала плёнок. Тестирование метода проведено на оптических волноводах с использованием плёнок  $\text{SiO}_2\text{—TiO}_2$ , изготовленных по золь-гель-технологии.

*Ключевые слова:* интегральная оптика, оптический волновод, эффективный показатель преломления, золь-гель-технология, термооптический коэффициент, термоэлектрический модуль Пельтье.

**Введение.** Разработка элементной базы волоконно-оптических линий связи предполагает использование оптических волноводов и устройств на их основе, таких как системы уплотнения и разуплотнения каналов, узкополосные фильтры, резонаторы и др. В настоящее время для их создания применяются новые перспективные материалы и технологии. В связи с этим чрезвычайно важно изучение с высокой точностью оптических свойств используемых материалов в целях достижения оптимальных значений их параметров и выявления ограничений, налагаемых на эти материалы (чувствительность к параметрам окружающей среды, трудности при изготовлении, цена и т. д.).

В последнее время исследователи большой интерес проявляют к оптическим волноводам на основе плёнок, изготовленных по золь-гель-технологии [1–3], которая обеспечивает хорошие оптические характеристики, не требует применения дорогостоящего и сложного оборудования, а также даёт дополнительные возможности для улучшения параметров элементов интегральной оптики (ИО) на их основе.

Одной из главных особенностей плёнок, выполненных по золь-гель-технологии, является относительно большой отрицательный термооптический коэффициент (ТОК). Это свойство может быть использовано при подстройке параметров интерференционных ИО-элементов, таких как волноводные матрицы мультиплексоров (демультиплексоров), узкополосные фильтры, резонаторы и т. д., а также при создании температурно- и поляризационно-независимых устройств.

Особенно перспективно применение золь-гель-волноводов при разработке устройств с термоуправлением [4], таких как ИО-переключатели, ответвители, модуляторы, интерферометры Маха — Цандера и т. д., выгодно отличающихся от устройств, созданных на основе обычных оксидных плёнок, у которых ТОК на порядок меньше.

Структура плёнок, сформированных по указанной технологии, допускает легирование их веществами, позволяющими получать активные элементы ИО, например лазеры и усилители [5]. Помимо этого пористая структура плёнок даёт возможность использовать их

при создании сенсорных устройств [6]. В связи с этим разработка простых и эффективных методов измерения ТОК представляется важной задачей, решение которой позволит определять необходимые параметры ИО-устройств.

В данной работе предложен метод исследования оптических волноводов на основе плёнок  $\text{TiO}_2\text{—SiO}_2$ , изготовленных по золь-гель-технологии — методике создания на стеклянных или кварцевых подложках оптически прозрачных плёнок путём нанесения их из специального коллоидального раствора — золя, высушивания и последующего отжига [1]. Исследование эффективного показателя преломления (ЭПП) волноводных мод оптических волноводов и их температурных коэффициентов (ТК) проводилось в широком диапазоне температур.

**Температурный коэффициент эффективного показателя преломления волновода**  $dn_{\text{эфф}}/dT$  для определённого типа волны характеризует изменение ЭПП волноводной моды при изменении температуры.

Эффективный показатель преломления  $\text{TE}_1$ - и  $\text{TM}_1$ -мод волновода вычислялся из дисперсионного уравнения с учётом температурной зависимости показателей преломления материалов плёнки и подложки  $n(T)$  и толщины плёнки  $h(T)$  [7]:

$$\begin{aligned} & \frac{2\pi}{\lambda} h(T) \sqrt{n(T)^2 - n_{\text{эфф}}^2} = \\ & = \left( \arctg \left( \frac{\sqrt{n_{\text{эфф}}^2 - n_1^2}}{\sqrt{n(T)^2 - n_{\text{эфф}}^2}} \right) + \arctg \left( \frac{\sqrt{n_{\text{эфф}}^2 - n_3(T)^2}}{\sqrt{n(T)^2 - n_{\text{эфф}}^2}} \right) \right) + \pi(\nu - 1), \\ & \frac{2\pi}{\lambda} h(T) \sqrt{n(T)^2 - n_{\text{эфф}}^2} = \\ & = \left( \arctg \left( \frac{n(T) \sqrt{n_{\text{эфф}}^2 - n_1^2}}{n_1 \sqrt{n(T)^2 - n_{\text{эфф}}^2}} \right) + \arctg \left( \frac{n(T) \sqrt{n_{\text{эфф}}^2 - n_3(T)^2}}{n_3(T) \sqrt{n(T)^2 - n_{\text{эфф}}^2}} \right) \right) + \pi(\nu - 1), \end{aligned} \quad (1)$$

где  $n_1, n_2(T), n_3(T)$  — показатели преломления воздуха, плёнки и подложки соответственно;  $\nu$  — номер волноводной моды.

Термооптический коэффициент материала плёнок, изготовленных по золь-гель-технологии, имеет отрицательную величину, а коэффициент расширения материала плёнки всегда положителен. Установлено, что ТК ЭПП волновода зависит от параметров плёнки с учётом вклада, обусловленного влиянием данных факторов, и этот вклад определяется различной степенью концентрации поля волноводной моды в золь-гель-плёнке.

**Методика нахождения ТК ЭПП волноводных мод.** Для исследования ТК существует ряд методов, суть которых заключается в измерении ЭПП  $n_{\text{эфф}}$  моды, возбуждённой в волноводе, при разных температурах. Выбор того или иного метода объясняется конкретной задачей, поставленной перед исследователями.

Известные методы исследования ЭПП волноводных мод различаются в основном способами нагрева образцов: в термостате до максимальной температуры диапазона измерений с последующим охлаждением; в изолированной камере, нагреваемой проточной водой до нужной температуры [8]; с помощью излучения галогеновой лампы [2].

Перечисленные методы имеют ряд существенных недостатков, которые являются причиной дополнительных ошибок в определении ЭПП, связанных с неточностью измерения температуры в момент резонансного возбуждения волновода. Кроме того, время установления нужной температуры велико или температура не фиксируется вовсе, а изменяется

непрерывно. К числу существенных недостатков следует отнести сложность и громоздкость узлов экспериментальной установки, обеспечивающих нагрев образцов. Так, в [8] для изменения температуры использовалась сложная установка: исследуемый волновод помещался в кювету, через которую циркулировал поток нагретой жидкости, перемещаемый электромотором. При этом установление необходимой температуры было длительным ( $\sim 500$  с).

В работах [2, 8] температура изменялась путём обдува потоком воздуха со сложными способами регулировки однородности нагрева образца волновода или с помощью галогеновой лампы, для чего установка помещалась в специальную камеру, усложняющую контроль измерений.

В отличие от указанных способов предложенная методика с использованием модуля Пельтье отличается простотой регулировки температуры, быстрым установлением фиксированной температуры (несколько секунд) и однородностью нагрева образца.

При разработке методики исследования ТК волноводных мод особое внимание было уделено следующим характеристикам:

- диапазону изменения температуры;
- времени установления фиксированных значений температуры в выбранном диапазоне;
- точности определения температуры при измерениях ЭПП.

В предложенной методике исследования характеристик золь-гель-волноводов в широкой области температур, включающей температуры ниже комнатной, для изменения температуры образцов был использован термоэлектрический модуль Пельтье [9].

Технические характеристики модуля Пельтье МД1-39-1.4/2.5: толщина  $H = 4,50 \pm \pm 0,05$  мм, площадь  $S = 20 \times 30$  мм, сопротивление  $R = 1,0 \pm 0,1$  Ом.

Перед измерениями ЭПП( $T$ ) модуль Пельтье был проградуирован, т. е. построена зависимость температуры от напряжения  $T(U)$ . Градуировка проводилась с помощью стандартного прибора М890С<sup>+</sup> для двух значений температуры окружающей среды:  $T_1 = 23$  °С (комнатная температура) и  $T_2 = -2$  °С. Датчиком температуры служила термопара. Диапазон изменения напряжения составлял от  $-19$  до  $+19$  В.

При  $T_1$  диапазон температур с использованием термоэлектрического модуля составил от  $5$  до  $97$  °С, а при  $T_2 = -2$  изменялся от  $-18$  до  $+62$  °С. Таким образом, при уменьшении температуры окружающей среды нижняя и верхняя границы диапазона сдвигались в сторону пониженных температур, а сам температурный диапазон  $\Delta T$  оставался примерно таким же ( $\Delta T \sim 90$  °С).

Поскольку ТК ЭПП наименее исследован при пониженных температурах, был рассмотрен вопрос о возможности сдвига нижней границы температурного диапазона в область пониженных температур. Для этого в первую очередь следует обеспечить необходимый теплоотвод от модуля с помощью радиатора, который должен иметь достаточно хороший контакт с поверхностью модуля. Путём дополнительной шлифовки поверхностей модуля Пельтье и радиатора нижняя граница диапазона изменения температур для комнатной температуры снижена приблизительно до  $0$  °С.

Экспериментально получено, что инерционность установления фиксированной температуры зависела от минимальной температуры измерений. Выявлено, что чем больше отклонение от минимальной температуры, тем больше инерционность.

Время установления фиксированной температуры при измерении ЭПП составляло в среднем  $30$  с, что существенно меньше времени, которое было достигнуто в других работах, посвящённых аналогичным измерениям (например, [8]).

Исследование ТК ЭПП с помощью предложенной методики проводилось на образцах волноводов на основе плёнок  $\text{TiO}_2\text{—SiO}_2$ , изготовленных по золь-гель-технологии.

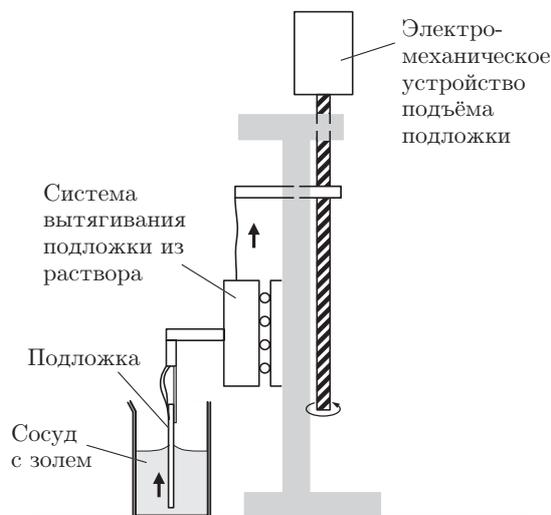
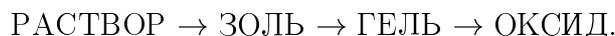


Рис. 1. Методика нанесения плёнки на подложку

*Методика изготовления волноводов на основе  $\text{TiO}_2$ — $\text{SiO}_2$  золь-гель-плёнок* В основе золь-гель-процесса [1] лежат реакции гидролиза и поликонденсации элементоорганических соединений, ведущие к образованию элементарно-кислородного каркаса, постепенное разветвление которого вызывает последовательные структурные изменения по схеме



В данной работе для изготовления плёнок были приготовлены два золя на основе тетраэтилортосиликата ( $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ ) и тетрабутоксид титана ( $\text{Ti}[\text{O}(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{CH}_3]_4$ ), которые смешивались в соответствующих объёмных соотношениях.

Полученная смесь золь фильтровалась и наносилась на подложку, после чего подложка с плёнкой подвергалась нагреву до температуры 100–200 °С. Вследствие испарения растворителя на подложке формировалась пористая плёнка — каркас. Последующий отжиг при температуре в диапазоне 300–800 °С приводил к образованию сплошной плёнки, пористость которой составляла 10–15 %.

В качестве подложек использовалось кварцевое стекло. Нанесение плёнки производилось посредством вытягивания подложки из раствора с помощью электро-механического устройства (рис. 1). Толщина плёнки зависела от скорости движения подложки и от вязкости раствора, температура которого также влияла на подложку. Скорость движения подложки регулировалась напряжением, подаваемым на электро-механическое устройство. В экспериментах скорость движения подложки составляла 0,14–0,25 мм/с, а температура раствора 25 °С.

Нанесённый на подложку слой раствора подвергался сушке в термостате при температуре ~100 °С в течение 10 мин. После этого проводился отжиг образцов в высокотемпературной печи при фиксированных температурах в диапазоне 400–700 °С в течение 1 часа.

По описанной технологии была изготовлена серия образцов с разными толщинами и коэффициентами преломления плёнок.

*Методика измерения температурной зависимости ЭПП волноводных мод.* Измерительная установка (рис. 2) включала исследуемый волновод, состоящий из подложки и сформированной на ней в результате золь-гель-процесса плёнки. Этот волновод помещался на пластину устройства Пельтье, снабжённого радиатором, и фиксировался в специальном держателе вместе с призмой связи, используемой для ввода излучения в волновод. Вся конструкция размещалась на столике гониометра, с помощью которого измеряли угол возбуж-

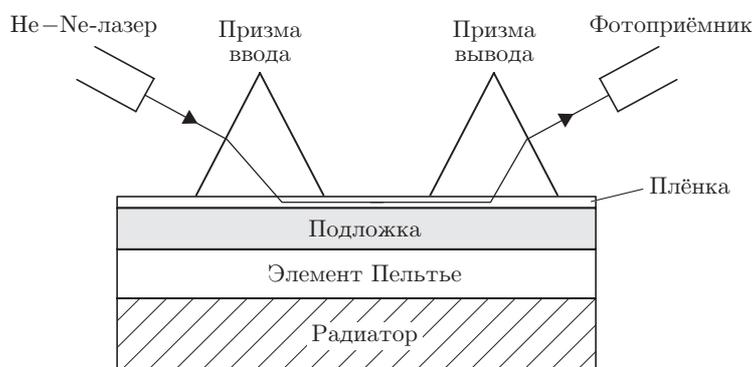


Рис. 2. Оптическая схема экспериментальной установки

дения волноводной моды. Источником излучения служил He—Ne-лазер ( $\lambda = 0,6328$  мкм). При изменении температуры менялся резонансный угол возбуждения волноводной моды  $\varphi$  в соответствии с её ТК. Тестирование установки проводилось с помощью одного из образцов, изготовленного из раствора смеси зольей  $\text{TiO}_2\text{—SiO}_2$  с соотношением компонент 2 : 3 при следующих технологических параметрах режима: температура отжига составляла  $500$  °С, время отжига 1 час.

Возбуждение волновода осуществлялось на  $\text{TE}_1$ - и  $\text{TM}_1$ -модах. Измерения резонансного угла для каждой температурной точки проводились 5 раз, затем показания усреднялись. На рис. 3 приведена зависимость  $\varphi(T)$  для  $\text{TE}_1$ -моды. Эффективный показатель преломления для фиксированной температуры определялся по формуле

$$n_{\text{эфф}}(T) = n_{\text{пр}}(T) \sin \left( \alpha_{\text{пр}} - \arcsin \frac{\sin \varphi(T)}{n_{\text{пр}}(T)} \right), \quad (2)$$

где  $\alpha_{\text{пр}}$  — угол призмы, а  $n_{\text{пр}}(T)$  — показатель преломления призмы, зависящий от температуры.

Графики зависимости ЭПП( $T$ ) приведены на рис. 4.

Толщина плёнки и показатель преломления её материала были определены из дисперсионного уравнения (1) с помощью измеренных значений ЭПП для  $\text{TE}_1$ - и  $\text{TM}_1$ -мод.

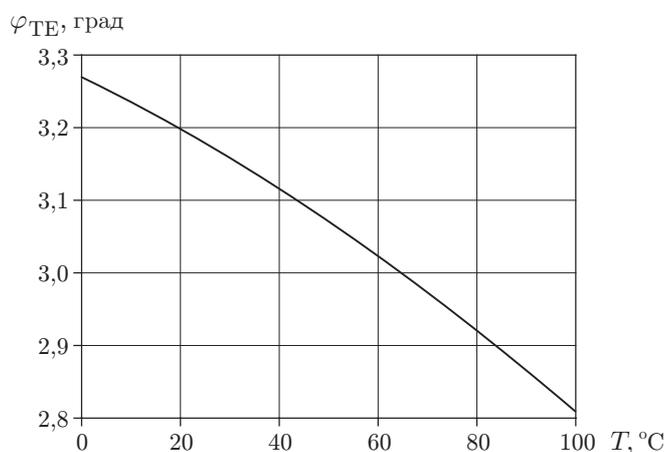


Рис. 3. Зависимость угла возбуждения волноводных мод от температуры при следующих параметрах:  $\lambda = 0,6328$  мкм,  $n_1 = 1$ ,  $n_2 = 1,6$  ( $0$  °С),  $n_3 = 1,455$  ( $0$  °С),  $h = 0,5$  мкм ( $0$  °С),  $\alpha = 60^\circ$

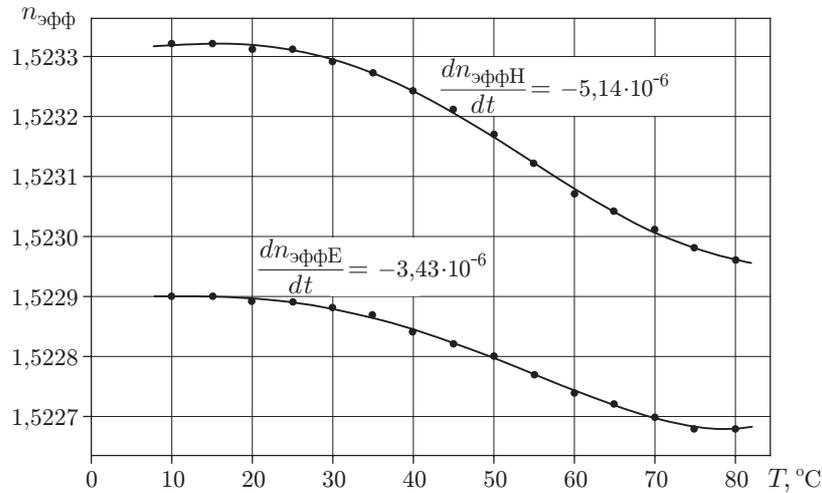


Рис. 4. Зависимость эффективного показателя преломления TE<sub>1</sub>- и TM<sub>1</sub>-волн от температуры для образца золь-гель-волновода (обозначения на кривых — температурные коэффициенты  $n_{эфф}$  для TE- и TM-мод)

Показатели преломления подложки и призмы при расчётах взяты из справочника [10]. Температурные зависимости толщины и показателя преломления представлены на рис. 5.

Точность измерений ЭПП составляла  $2 \cdot 10^{-5}$  и определялась точностью измерения резонансного угла возбуждения волновода через призмное устройство связи. Призма, изготовленная из стекла марки ТФ-5, имела показатель преломления 1,755 на длине волны 0,6328 мкм, угол призмы, через который осуществлялся ввод излучения лазера, составлял  $59^{\circ}50''$ . Точность измерений повышалась, если резонансный угол фиксировался с помощью выводной призмы из того же материала, что и вводная. Точность определения температуры при измерениях равна  $0,1^{\circ}\text{C}$ . Рассчитанные параметры плёнки одного из исследованных образцов волновода для комнатной температуры имели следующие значения: показатель преломления 1,500 и толщина плёнки 0,511 мкм.

При измерениях и расчётах изменение температуры призмы не учитывалось [11]. В отличие от методики, использованной в работе [12], призма нагревалась только в тонком слое, примыкающем к поверхности волновода, что не влияло на угол возбуждения вол-

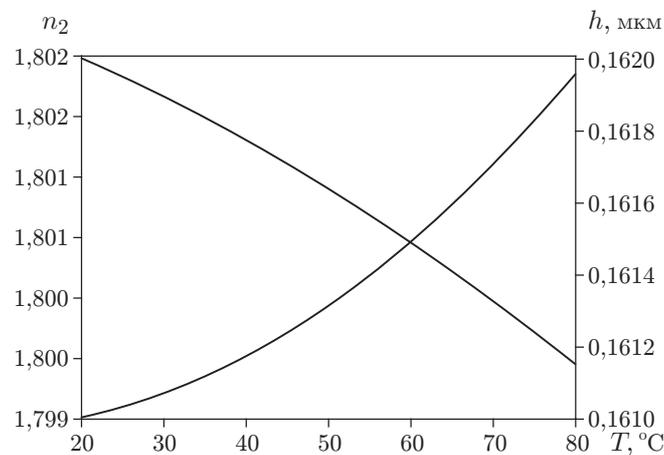


Рис. 5. Зависимость показателя преломления материала плёнки и её толщины от температуры

Мода	Температурный коэффициент эффективного показателя преломления, $10^{-5}$ град $^{-1}$		
	$\Delta T_1$	$\Delta T_2$	$\Delta T_3$
TE <sub>1</sub>	~0	-0,6	-0,4
TM <sub>1</sub>	~0	-0,4	~0

новода. Оценка изменения показателя преломления призмы в диапазоне изменения температуры была проведена путём решения задачи теплопроводности, показавшего, что это изменение составляло очень малую величину (порядка  $10^{-7}$ ), которой можно пренебречь.

Преимущества использованной в работе методики состояли в следующем:

- компактность и простота измерительной установки;
- измерения проводились при фиксированных температурах, что повышало точность определения ТК;
- обеспечена высокая скорость измерений;
- достигнуто повышение точности измерений температуры и ЭПП;
- получен сдвиг нижней границы температурного диапазона (вплоть до  $0$  °С и ниже).

**Результаты и их обсуждение.** Диапазон изменения температуры составлял от  $10$  до  $80$  °С. Измерения проводились от минимальной до максимальной температуры диапазона с шагом  $5$  °С. Время установления температуры составляло  $30$  с. При каждом значении температуры повторялись пять измерений резонансного угла возбуждения, затем результаты усреднялись. Как видно из рис. 4, полученная зависимость ЭПП для TE<sub>1</sub>- и TM<sub>1</sub>-мод от температуры нелинейна и на ней можно выделить три участка с примерно линейной зависимостью ЭПП:  $\Delta T_1 = 10\text{--}25$  °С;  $\Delta T_2 = 25\text{--}75$  °С;  $\Delta T_3 = 75\text{--}80$  °С.

Численные значения ТК ЭПП для TE<sub>1</sub>- и TM<sub>1</sub>-мод трёх выделенных температурных диапазонов представлены в таблице. Значения ТК ЭПП для  $\Delta T_2$  и  $\Delta T_3$  с хорошей точностью совпадают с данными, приведёнными в работе [9]. Довольно большой отрицательный ТК ЭПП для TE<sub>1</sub>-моды объясняется значительной концентрацией поля волны в золь-гель-плёнке, обладающей отрицательным значением ТОК. Для TM<sub>1</sub>-волны концентрация поля волны в плёнке меньше за счёт увеличения доли мощности волны в подложке, материал которой характеризуется очень малым положительным ТОК.

Понижение ТК в диапазоне  $\Delta T_2$  и нулевое значение в диапазоне  $\Delta T_3$  можно объяснить различными по величине вкладами двух факторов, влияющих на ТК волноводов: уменьшением коэффициента преломления (отрицательный фактор) и увеличением толщины плёнки (положительный фактор). Значение ТК близкое к нулевому означает примерное равенство этих факторов при данных параметрах волновода. Кроме того, на динамику температурной зависимости влияет поведение пор, заполненных водой.

Интересный результат был получен в области пониженных температур  $\Delta T_1$ , где наблюдалось практически нулевое значение ТК ЭПП, что, по-видимому, связано со стабилизацией состояния пор золь-гель-плёнки.

**Заключение.** Следует отметить перспективность использованной методики исследования температурной зависимости ЭПП с помощью термоэлектрического модуля Пельтье. Эта методика позволила сдвинуть нижнюю границу диапазона температур до  $5\text{--}6$  °С, при этом существенно упростить измерительную установку и сделать её более компактной. Кроме того, были обеспечены высокая точность определения температуры и большая скорость её установления при измерениях ЭПП.

Проведённые исследования дают возможность выбрать параметры волновода с необходимыми для решения конкретной задачи значениями ТК ЭПП. Например, термоопти-

ческие устройства интегральной оптики требуют максимального ТК ЭПП, для термостабильных устройств ТК ЭПП должен иметь значение вблизи нуля в широком диапазоне температур, а для осуществления корректировки элементов волноводных матриц необходимо определённое значение ТК ЭПП.

Проведённые исследования, в частности, позволили выбрать параметры золь-гель-волновода для создания регистратора температуры, основанного на температурной зависимости угла вывода излучения из золь-гель-волновода, с разрешением  $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мм}$  [13].

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Чехлова Т. К., Живцов С. В., Погосян А. С.** Оптические волноводы на основе плёнок, изготовленных по технологии золь-гель // Вестн. РУДН. Сер. Физика. 2005. № 1(13). С. 35–47.
2. **Soppera O., Morreira P. J., Marques P. V. S., Leite A. P.** Influence of temperature and environment humidity on the transmission spectrum of sol-gel hybrid channel waveguides // Opt. Commun. 2007. **271**, N 2. P. 430–435.
3. **Lis S., Lukowiak A., Dylewicz R. et al.** SiO<sub>2</sub>—TiO<sub>2</sub> thin film for integrated optics fabricated by the sol-gel technique // Proc. of the Intern. Students and Young Scientists Workshop "Photonics and Microsystems". Wroclaw, Poland, 2006. P. 34–38.
4. **Kim J. H., Dudley B. W.** Experimental demonstration of replicated multimode interferometer power splitter in Zr-Doped sol-gel // Journ. Lightwave Technol. 2006. **24**, N 1. P. 612–616.
5. **Zhu X. L., Shi L., Chan J. et al.** Optical properties of zirconia-titania-ORMOSIL films for temperature tuning distributed feedback waveguide lasers // Opt. Commun. 2005. **251**, N 4–6. P. 322–327.
6. **Gupta B. D., Sharma D. K.** Evanescent wave absorption based fiber optic pH sensor prepared by dye doped sol-gel immobilization technique // Opt. Commun. 1997. **140**, N 1–3. P. 32–35.
7. **Чехлова Т. К., Живцов С. В., Грабовский Е. И.** Температурная зависимость золь-гель-волнопроводов // Радиотехника и электроника 2006. **51**, № 7. С. 855–861.
8. **Saini S., Kurrat R., Prenosi J. E., Ramsden J. J.** Temperature dependence of pyrolysed sol-gel planar waveguide parameters // Journ. Phys. D: Appl. Phys. 1994. **27**, N 6. P. 1134–1136.
9. **Николаев Н. Э., Павлов С. В., Трофимов Н. С., Чехлова Т. К.** Исследование температурного коэффициента эффективного показателя преломления TE<sub>1</sub>- и TM<sub>1</sub>-мод в оптических золь-гель волноводах // Радиотехника и электроника. 2012. **57**, № 1. С. 1–7.
10. **Таблицы физических величин** /Под ред. И. К. Кикоина. М.: Атомиздат, 1976. 1006 с.
11. **Павлов С. В., Трофимов Н. С., Чехлова Т. К.** Исследование температурного оптического коэффициента золь-гель волнопроводов // Вестн. РУДН. Сер. Физика. 2011. № 1. С. 144–155.
12. **Elalamy Z., Drouard E., Govern T. M. et al.** Thermo-optical coefficients of sol-gel ZrO<sub>2</sub> thin films // Opt. Commun. 2004. **235**, N 4–6. P. 365–372.
13. **Иванов А. Ю., Павлов С. В., Трофимов Н. С., Чехлова Т. К.** Температурные особенности характеристик золь-гель оптических волнопроводов // Тез. докл. XLVIII Всеросс. конф. по проблемам физики частиц, физики плазмы и конденсированных сред, оптоэлектроники. М.: РУДН, 2012. С. 270–272.

*Поступила в редакцию 23 июля 2012 г.*