

Р. А. ЗАКОЛДАЕВ, М. М. СЕРГЕЕВ, Г. К. КОСТЮК, Е. Б. ЯКОВЛЕВ

ЛАЗЕРНОЕ ФОРМИРОВАНИЕ ВОЛНОВОДНЫХ СТРУКТУР В ОБЪЕМЕ ПЛАСТИН ПОРИСТОГО СТЕКЛА, ПРОПИТАННОГО ВОДНЫМ РАСТВОРОМ ГЛИЦЕРИНА

Рассмотрен процесс формирования волноводных структур в объеме пластин пористого стекла, пропитанного водным раствором глицерина и дистиллированной водой, под действием лазерного излучения, слабо поглощаемого материалом пластины.

Ключевые слова: лазерно-индуцированное воздействие, локально модифицированная область, объемный волновод, пористое стекло, глицерин.

Введение. Стремительное развитие лазерных технологий позволило создать микрооптические элементы различного назначения и устройства из них для широкого применения в оптоэлектронике, интегральной оптике и фотонике [1—3]. Интенсивно исследуются методы формирования модифицированных областей (МО) протяженной формы (размером до 1—10 мкм) в объеме стекла и стеклообразных материалов, прозрачных для формирующей области излучения и сохранения ее функциональности при длительном хранении и эксплуатации. Это обусловлено тем, что именно такие МО востребованы в сфере хранения информации, телекоммуникации, и в технике исследования параметров различных процессов, основными элементами которой являются датчики и сенсоры различного назначения. Основные преимущества использования лазерных технологий при создании МО — возможность управления размерами и формой области посредством управления энергетическими характеристиками формирующего МО излучения, а также бесконтактное воздействие и высокая воспроизводимость результатов.

В настоящее время особое внимание уделяется созданию волноводных элементов, обладающих сложным строением, включающих участки, показатель преломления материала которых отличен от показателя преломления материала пластины. Благодаря сложному строению волноводной структуры расширяются возможности управления оптическими свойствами элемента.

Традиционно для создания МО в объеме материала, прозрачного для формирующего МО излучения, используется технология фемтосекундной лазерной записи. При этом изменение оптических характеристик в объеме прозрачного материала в пределах области фокусировки пучка достигается благодаря высокой плотности мощности (10^{10} — 10^{15} Вт/см²), приводящей к нелинейному поглощению падающего лазерного излучения. Изменяются оптические свойства области, в частности, показатель преломления, поглощательная способность, нелинейная оптическая восприимчивость материала, возможно возникновение кристаллической структуры.

Высокие стоимость и сложность оборудования технологии обуславливают необходимость разработки лазерных технологий, плотность мощности при реализации которых составит 10^4 — 10^5 Вт/см², а длительность импульса будет увеличена до 10^{-6} — 10^{-9} с. При этом качество получаемых МО не должно уступать качеству МО, сформированных с помощью фемтосекундного лазерного излучения.

Поскольку процессы, протекающие при лазерно-индуцированном формировании МО в стекле, обусловлены как параметрами лазерного излучения — длиной волны, плотностью мощности, длительностью и частотой следования импульсов, так и характеристиками стекла —

составом стеклообразователей, необходим поиск новых оптических материалов, в которых локальное изменение может происходить при меньшем вкладе энергии. Одним из таких материалов является пористое силикатное стекло (ПС) [4]. Преимуществами ПС, по сравнению с другими оптическими материалами, являются высокая термическая, химическая и лучевая стойкость, возможность регулирования в процессе изготовления ПС параметров его каркаса. Помимо того, ПС обладает высокоразвитой структурой, включающей множество каналов и пор. Перечисленные характеристики делают этот материал весьма перспективным для использования в современных лазерных технологиях формирования МО.

Недавно была предложена технология формирования МО сферической формы в объеме пластин ПС, основанная на использовании непрерывного лазерного излучения, слабо поглощаемого материалом [5].

Для формирования МО на пластину ПС воздействовали лазерным излучением, сфокусированным в объем образца, с помощью микрообъектива с увеличением 10^{\times} . Использовалось непрерывное излучение лазерного модуля с длиной волны $\lambda = 0,8$ мкм и выходной мощностью 120 мВт. Плотность мощности в области фокусировки лазерного излучения составляла $2,4 \cdot 10^4$ Вт/см².

Согласно оценкам работы [6], коэффициент поглощения падающего излучения $A \approx 0,004$, следовательно, образец ПС можно было считать оптически прозрачным для формирующего МО излучения. Столь малое поглощение лазерного излучения в области воздействия и, как следствие отсутствие нагрева пластины ПС до температур термоуплотнения (750—900 °С), свидетельствует о том, что процесс формирования МО основан не на термическом эффекте.

В работе [6] было высказано предположение, что формирование МО обусловлено воздействием переменного электрического поля с частотой оптического видимого излучения в области фокусировки пучка и что это воздействие приводит к поляризации вещества и распределению зарядов, которые в процессе облучения создают вторичное постоянное электрическое поле. Это поле, в свою очередь, вызывает перенос вещества из краевых частей МО в ее центральную часть. За счет переноса вещества формируются краевая часть МО, каналы которой частично „освобождены“ от вещества, и центральная часть, каналы которой частично заполнены веществом. Плотность, так же как и показатель преломления, центральной части МО выше, чем у пластины ПС и у краевых частей МО.

Формирование МО сферической формы в объеме пластин ПС, пропитанных жидкостью с высокой поляризующей способностью — глицерином, было рассмотрено в работе [7], результаты которой подтвердили предположение о том, что процесс формирования основан на массопереносе веществ, частично заполняющих каналы ПС.

В настоящей работе приведены результаты исследования процесса формирования волноводных структур в объеме пластин ПС, пропитанных водными растворами с различной концентрацией глицерина — вещества, обладающего высокой поляризующей способностью.

Экспериментальная часть. Процессы локальной лазерно-индуцированной модификации исследовались с использованием пластин ПС, представляющих собой матрицу кремнеземного каркаса с пористостью $\delta = 0,26$ см³/см³ и средним радиусом пор 2—4 нм, следующего состава: 94,73SiO₂—4,97 В₂О₃—0,30 Na₂О (возможно присутствие следов Al₂O₃: ≤0,1 масс. %). В эксперименте использовались плоскопараллельные пластины 15×15×1,5 мм.

Пластины ПС пропитывались чистым глицерином, водным раствором глицерина (глицерин/вода: 0,7/0,3) и дистиллированной водой в течение 72 ч. За 30 мин до начала эксперимента пластины ПС вынимались из жидкости, просушивались с помощью фильтровальной бумаги.

Часть пластин ПС после пропитки была подвергнута „герметизации“ — созданию термоуплотненных слоев на широких поверхностях пластины.

Эксперимент с пластинами ПС проводился на установке (рис. 1), которая содержала: импульсный волоконный иттербиевый лазер 1 с длиной волны излучения $\lambda = 1,07$ мкм, длительностью импульса $\tau \sim 100$ нс, частотой следования импульса $f = 50\text{—}100$ кГц и нестабильностью выходной мощности 1 %; микрообъектив 2 с увеличением $10\times$, числовой апертурой 0,25 и фокусным расстоянием $4,75 \pm 0,25$ мм; координатный стол 3, обладающий тремя степенями свободы и скоростью перемещения 2—20 мкм/с вдоль оптической оси (точность ± 1 мкм), на котором закреплялась пластина ПС 4; измеритель оптической мощности (ИОМ) 5 Gentec Solo-2M с пироэлектрическим детектором мощности UP19K-110F-H9 (погрешность 1 % от измеряемой величины, эквивалент мощности шума ~ 1 мВт); тепловизионную камеру 6 Flir Titanium 520 M с разрешением по размеру измеряемой области 30×30 мкм.

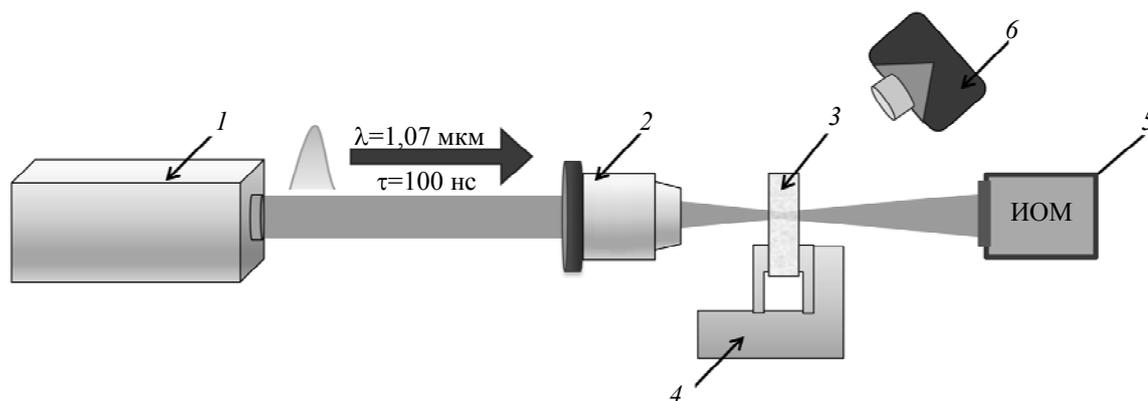


Рис. 1

Фокусировка лазерного излучения производилась с помощью микрообъектива (см. рис. 1, 2), который создавал перетяжку лазерного пучка размером $d = 25$ мкм в объеме пластины ПС, на глубине 200—400 мкм. Волноводная структура формировалась путем перемещения пластины ПС относительно перетяжки лазерного пучка. Особенности формирования волноводной структуры оптического качества в объеме пластины ПС определялись двумя основными параметрами воздействия: плотностью мощности лазерного излучения и скоростью перемещения пластины относительно пучка. Необходимо, чтобы глубина формирования волноводной структуры соответствовала заданной. В работе [8] было установлено, что показатель преломления пластины ПС, как правило, сначала возрастает от поверхности по направлению к центральной части — границе смыкания фронтов травления — до некоторого значения, а потом понижается. Высокий показатель преломления указывает на большее количество частиц вторичного аморфного кремнезема, гидратированного в порах и каналах ПС, и соответственно на большую вероятность того, что процесс формирования МО в слое с наибольшим показателем закончится успешно. На глубине 200—400 мкм пластины ПС толщиной 1,0—1,6 мм обладают наибольшим показателем преломления [8] и, следовательно, наиболее пригодны для формирования МО.

Результаты и обсуждение. Исследовался процесс формирования микрообластей с измененными оптическими свойствами. Время формирования волноводной структуры при сканировании за один проход (со скоростью 3 мкм/с) составляло 660—750 с. Поперечный размер структуры во всех случаях был меньше размера пучка в области перетяжки, что может быть связано с распределением интенсивности в пучке по закону Гаусса, таким образом, плотность энергии, необходимая для формирования МО, достигала необходимых значений только вблизи максимума. Волноводные структуры, сформированные в ПС, пропитанном глицерином

(см. таблицу 1, 2; рис. 2, 1), сохранялись в течение 24 ч, после чего обнаружить их повторно не удалось.

Характеристики формирования волноводных структур в объеме пластин ПС

МО	Условия обработки	Параметры лазерной обработки		Размер МО, мкм	Время существования структуры, ч
		P , Вт	число проходов		
1	ПС + глицерин	17,4	1	17	24
2		16,2	1	7	
3	ПС + водный раствор глицерина	17,4	1	5	72
4		16,2	3	9	
5	ПС + вода	16,2	1	5	2
6		16,2	3	15	
7	ПС + водный раствор глицерина + „герметизация“	16,2	1	15	168
8		16,2	3	17	
9		13,6	1	9	

Волноводные структуры, сформированные в ПС, пропитанном водным раствором глицерина (см. таблицу, 3, 4; рис. 2, 2), спустя 72 ч также не удавалось обнаружить. Волноводные структуры, сформированные в ПС, пропитанном дистиллированной водой (см. таблицу, 5, 6), исчезали в течение 2 ч. Деграция МО после формирования может быть связана с перераспределением в ней веществ при прекращении действия внешнего источника напряженности электрического поля.

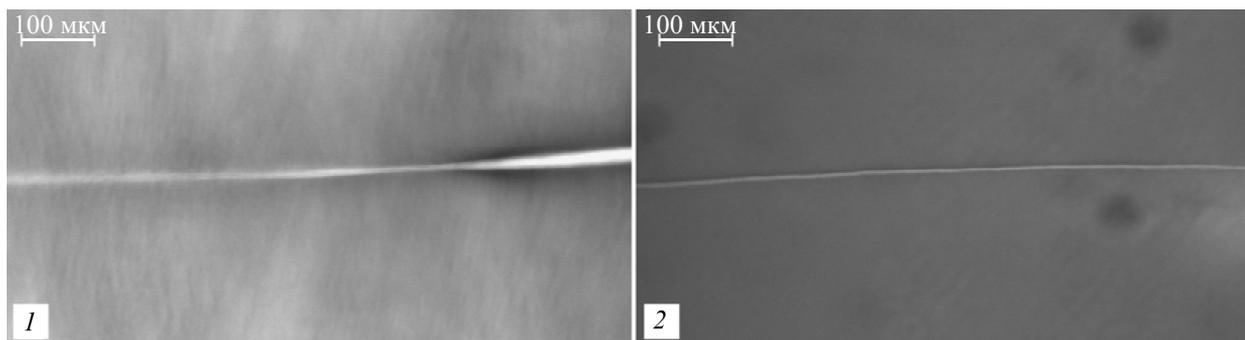


Рис. 2

При исследовании волноводных структур под микроскопом было замечено, что при одинаковых условиях облучения поперечный размер МО в ПС, пропитанном глицерином, больше МО в ПС, пропитанном водным раствором глицерина. Такое различие можно связать с большим дипольным моментом глицерина и большим значением его показателя преломления, по сравнению с аналогичными характеристиками водного раствора глицерина. В связи с этим под действием переменного электрического поля лазерного излучения МО формировалась интенсивно в пластине ПС, пропитанного глицерином, чем в ПС, пропитанном водным раствором глицерина и дистиллированной водой. С другой стороны, высокая вязкость глицерина, по сравнению с вязкостью его водного раствора, а тем более воды, способствует формированию более четкой границы МО—пластина ПС в пластинах, пропитанных чистым глицерином, чем у МО в пластинах ПС, пропитанных водным раствором глицерина или дистиллированной водой.

Для увеличения срока существования МО в объеме ПС выполнялось термоуплотнение поверхности пластин, так называемая „герметизация“, после пропитки, непосредственно перед формированием МО.

В процессе формирования МО температура в зоне облучения достигала 80—90 °С при воздействии на пластину ПС, не прошедшую стадию термоуплотнения ее поверхностей

(см. таблицу, 1—6) и 130—140 °С — в пластинах ПС, поверхности которых были подвергнуты термоуплотнению (см. таблицу, 7—9).

Создание термоуплотненных слоев на широких поверхностях пластины ПС при формировании МО позволяло повышать температуру в области воздействия до 140 °С без разрушения пластины. Кроме того, термоуплотнение поверхности пластин ПС приводило к увеличению времени существования МО более чем в 7 раз, по сравнению с МО, сформированными в пластинах, не прошедших стадию „герметизации“ поверхностей. На рис. 3 приведены фотографии МО, выполненные сразу после формирования (1—3) и спустя 48 ч (4—6), здесь фрагменты 1 и 4 соответствуют МО 3 (см. таблицу); 2 и 5 — МО 4; 3 и 6 — МО 7. Спустя 170 ч после формирования с помощью оптического микроскопа МО обнаружить не удалось.

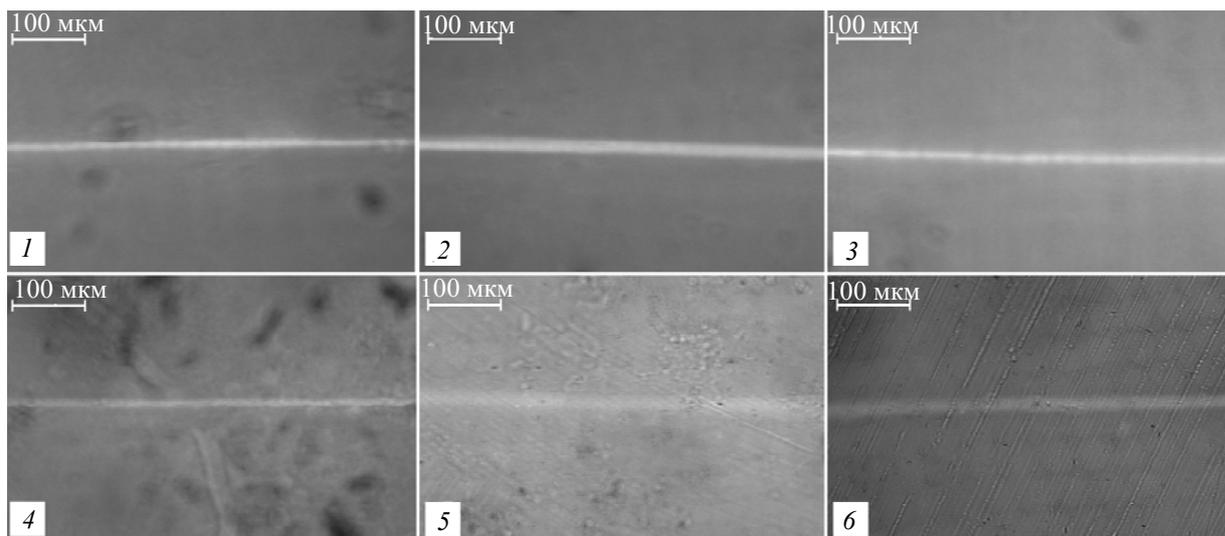


Рис. 3

Процессы деградации МО, приводящие в конечном итоге к их исчезновению, характерные как для МО, сформированных в объеме пластин ПС, подвергнутых (см. рис. 3) и не подвергнутых термоуплотнению, косвенно свидетельствовали о том, что формирование МО осуществлялось за счет массопереноса веществ, которыми частично заполнены каналы кремнеземного каркаса. Тот факт, что исчезновение МО спустя некоторое время происходило в обоих случаях, свидетельствует об отсутствии модификации самого кремнеземного каркаса ПС.

Хотелось бы отметить, что „герметизация“ поверхностей пластин ПС, не обеспечившая длительного сохранения МО в объеме пластин, может оказаться исключительно полезной для долговременной стабилизации оптических характеристик пластин ПС, в котором концентрация какого-либо пропитывающего вещества будет постоянной в объеме пластины. Тем не менее большей стабилизации оптических характеристик [9] МО в объеме ПС можно достичь путем спекания в печи.

Заключение. Показана возможность формирования МО протяженной формы в объеме пластин ПС, пропитанных глицерином, водным раствором глицерина и дистиллированной водой.

В результате экспериментов были сформированы МО протяженной формы с поперечным размером 5—17 мкм, при падающей мощности лазерного излучения $P = 11—13$ Вт (дальнейшее повышение мощности приводило к разрушению образца) за 1—3 прохода.

В ходе исследования МО было установлено, что после прекращения лазерного воздействия начинается процесс выравнивания концентраций тонкодисперсного аморфного гидратированного кремнезема, основанный на диффузии, результатом которого является исчезновение МО.

Выявлено, что термоуплотнение поверхностей пластин способствует увеличению времени существования волноводной структуры.

Работа выполнена при поддержке государственного контракта № 16.740.11.0588, гранта Президента РФ НШ-1364.2014.2, грантов РФФИ 13-02-00971 и 13-02-00033, а также при государственной финансовой поддержке ведущих университетов РФ (субсидия 074-U01).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Femtosecond Laser Micromachining: Photonic and Microfluidic Devices in Transparent Materials / Ed. by R. Osellame, G. Cerullo, R. Ramponi. Springer, 2012. Vol. 123.
2. Grenier J. R., Fernandes L. A., Herman P. R. Femtosecond laser writing of optical edge filters in fused silica optical waveguides // Optics express. 2013. Vol. 21, N 4. P. 4493—4502.
3. Tölke R. et al. Processing of Foturan® glass ceramic substrates for micro-solid oxide fuel cells // J. of the Europ. Ceramic Society. 2012. Vol. 32, N 12. P. 3229—3238.
4. Варшал Б. Г., Мазурин О. В. Двухфазные стекла: структура, свойства, применение. Л.: Наука, 1991.
5. Костюк Г. К., Сергеев М. М., Яковлев Е. Б. Природа модифицированных областей в объеме стекла, индуцированных лазерным излучением с длиной волны, слабо поглощаемой стеклом // Перспективные материалы. 2013. № 9. С. 43—54.
6. Костюк Г. К., Сергеев М. М., Антропова Т. В., Яковлев Е. Б., Анфимова И. Н. Структурные изменения в пористом стекле под действием лазерного излучения при „холодном“ и термическом уплотнении // Стекло и керамика. 2012. № 12. С. 1—5.
7. Костюк Г. К., Сергеев М. М., Яковлев Е. Б. Формирование модифицированных областей в объеме пропитанных глицерином пластин силикатного пористого стекла под действием лазерного излучения // Физика и химия стекла. 2013. Т. 39, № 5. С. 19—31.
8. Костюк Г. К., Вейко В. П., Роскова Г. П., Цехомская Т. С., Яковлев Е. Б. Показатели преломления высококремнеземных пористых стекол с различной пористостью // Физика и химия стекла. 1989. Т. 15, № 2. С. 231—238.
9. Заколдаев Р. А., Сергеев М. М., Костюк Г. К., Яковлев Е. Б. Определение оптических характеристик локально модифицированных областей сложного строения в объеме кварцеидного стекла // Стекло и керамика. 2013. №12. С. 13—19.

Сведения об авторах

- Роман Алексеевич Заколдаев** — магистрант; Университет ИТМО, кафедра лазерных технологий и экологического приборостроения, Санкт-Петербург;
E-mail: zakoldaev@gmail.com
- Максим Михайлович Сергеев** — аспирант; Университет ИТМО, кафедра лазерных технологий и экологического приборостроения, Санкт-Петербург;
E-mail: maks-sv-32@yandex.ru
- Галина Кирилловна Костюк** — Университет ИТМО, кафедра лазерных технологий и экологического приборостроения, Санкт-Петербург; старший преподаватель;
E-mail: kostyuk@lastech.ifmo.ru
- Евгений Борисович Яковлев** — д-р техн. наук, профессор; Университет ИТМО, кафедра лазерных технологий и экологического приборостроения, Санкт-Петербург;
E-mail: yak@lastech.ifmo.ru

Рекомендована
Программным комитетом
симпозиума

Поступила в редакцию
14.12.13 г.