

プロトン交換ニオブ酸リチウム光導波路および イオン交換 KTP 光導波路の光損傷耐性

Photorefractive Sensitivity of the Proton-exchanged LN Optical Waveguides
and the Ion-exchanged KTP Optical Waveguides

近藤 由紀子*・岡田 恵子*・藤井 陽一*
Yukiko KONDO, Keiko OKADA and Yoichi FUJII

コヒーレントな短波長を得るための SHG 素子の有望な材料であるニオブ酸リチウムのプロトン交換光導波路, および KTP 結晶の Rb イオン交換光導波路の光損傷感度を定量的に測定した。プロトン交換導波路は, アニール無しの場合, TI 拡散導波路よりも約10⁴倍光損傷に強いが, アニールにより光損傷に対する耐性は減少する。KTP 光導波路は350°Cで数時間アニールしたプロトン交換導波路とほぼ同程度の光損傷耐性を持つ。

1. はじめに

最近, CD 用の光源, あるいはレーザープリンター用の光源としてのコヒーレントで安定な短波長の光に対する需要が急速に高まってきている。短波長の光を得る最も簡易な方法は, 結晶に光を通してその光の1/2の波長の光を得る第二高調波発生 (SHG) を用いる方法である。ニオブ酸リチウム, タンタル酸リチウム, KTP 等の誘電体光学結晶は, 第二高調波発生用素子として広く研究されつつある^{1),2)}。

第二高調波発生効率をあげるうえで, 最も大きな障害となるのは, パワー密度の大きい光の入射により, 屈折率が変化する現象, すなわち光損傷 (photorefractive effect) の問題である。この現象により, 基本波があるパワー以上になると SHG の効率が減少してしまうことになる。

ニオブ酸リチウム結晶, KTP (potassium titanyl phosphate) 結晶は, 2次の非線形光学定数が大きいため SHG 素子の材料として適している。また, 導波路型 SHG 素子は光の閉じ込めがよいので, 効率を上げるのに有効である。ニオブ酸リチウム, KTP 結晶は, それぞれプロトン交換法, イオン交換法により簡単に光導波路を形成できるという利点があるが, その光導波路の光損傷の定量的な測定はほとんど行われていない。

そこでわれわれは, SHG 素子の代表的な材料であるニオブ酸リチウム (MgO ドープ結晶およびノドープ結晶) のプロトン交換導波路, および光損傷に強いことで注目されている KTP 結晶のイオン交換導波路の光損傷感度を定量的に測定し, 比較した。

2. 試料の作製

(1) プロトン交換によるニオブ酸リチウム光導波路の作製

z-cut ニオブ酸リチウム結晶および z-cut MgO ドープニオブ酸リチウム結晶にプロトン交換法により光導波路を作製した。

プロトン交換は, 図1のような炉の中で, 一定の交換

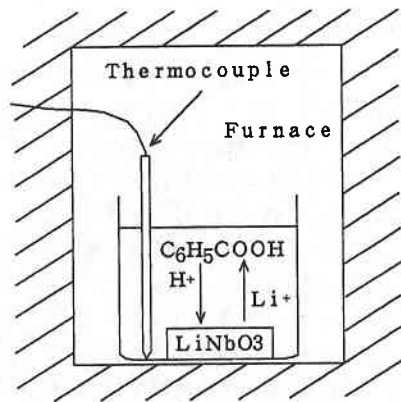


図1 プロトン交換法

表1 プロトン交換導波路の作製条件

		Initial depth of PE layer	Annealing conditions
LN (z-cut)	A	2.1 μm	no annealing
	B1	0.32 μm	350°C 2h
	B2	0.31 μm	350°C 4h
	B3	0.25 μm	350°C 4h
MgO-doped LN (z-cut)	M0	1.9 μm	no annealing
	M1	0.47 μm	350°C 2h
	M2	0.35 μm	352°C 4h

*東京大学生産技術研究所 第3部

温度に保った安息香酸中に結晶を浸して行った。交換温度は200℃～230℃で、時間は20分～5時間である。プロトン交換後、大気中、350℃で数時間アニールを行った。アニールの条件を表1に示す。

(2) イオン交換 KTP 導波路の作製

z-cutKTP 結晶を320℃程度の温度に保った RbNO₃ 溶融塩中につけて一定の温度に保つと、結晶中の K⁺イオンと Rb⁺イオンとが交換されて、イオン交換による光導波路が形成される。

イオン交換の際に RbNO₃ 中に Ba(NO₃)₂ を混ぜると、塩の融点が下がり、また、Ba²⁺イオンの働きにより、Rb⁺イオンを結晶中により深く拡散することができる³⁾。

KTP 結晶を RbNO₃ と Ba(NO₃)₂ の溶融塩につけて、320℃に保って、イオン交換法により平面導波路を作製した。(図2参照) KTP 光導波路の作製条件を表2に示

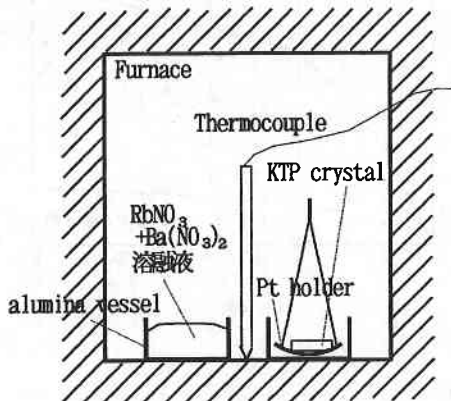


図2 Rb イオン交換 KTP 光導波路の作製法

表2 Rb イオン交換 KTP 導波路の作製

	Diffusion Temperature	time	Ba(NO ₃) ₂ / RbNO ₃ mol %
K1	320℃	45 min	3%
K2	320℃	10 min	15%

す。

3. 光損傷の測定法

光損傷の測定には、ホログラフィックグレーティング法を用いた。

図3に示すように Ar レーザ (514. 5nm) をハーフミラーで2光束に分け、レンズで絞った後、ルチルプリズムに入射して導波路内で干渉させる。

光損傷が起こって屈折率変化が生じると、干渉により、屈折率変調型のグレーティングが形成される。

このグレーティングに対する He-Ne レーザの回折効率を測定し、次式より光損傷による屈折率変化 Δn を求めることができる⁴⁾。

ただし、L は干渉長 (4mm)、θ はブラッグ角、λ はヘリウムネオンレーザの波長 (632. 8nm) である。

$$\eta = (\sin(\pi\Delta nL/(\lambda\cos\theta)))^2 \dots\dots\dots(1)$$

4. 測定結果

Ar レーザの照射時間に対する He-Ne レーザの回折効率の変化を図4～図8に示す。

図4は、ノンドープのニオブ酸リチウム上に作製したプロトン交換導波路について、回折効率を測定したものである。プロトン交換層をアニールした試料の光損傷による屈折率変化は、図中に示すようなエネルギー密度の光を試料B1, B2, B3にそれぞれ10秒程度、照射すると飽和値(あるいは最大値)に達することがわかる。これに対し、プロトン交換層をアニールしていない試料(A)は、エネルギー密度1.3×10⁴ (W/cm²) の光を約700秒照射したとき、飽和値に達する。(図5参照)

図6は、MgO ドープニオブ酸リチウム結晶上に作製したプロトン交換導波路の回折効率を測定したものである。プロトン交換層をアニールした試料M1, M2の光損傷による屈折率変化が、図中に示すエネルギー密度の光の照射により、20秒程度で飽和するのにに対し、アニールなしの試料M0においては、エネルギー密度1.8×10⁴ (W/cm²) の光を800秒照射したとき飽和値に達する。(図7参照)

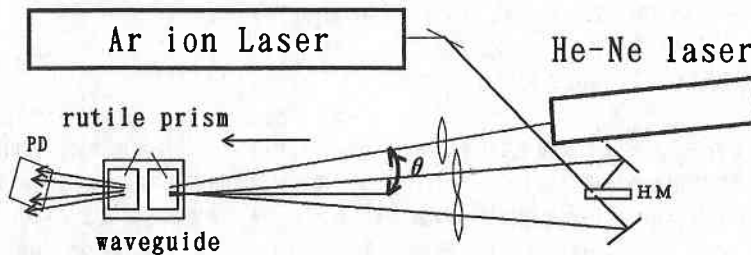


図3 実験系

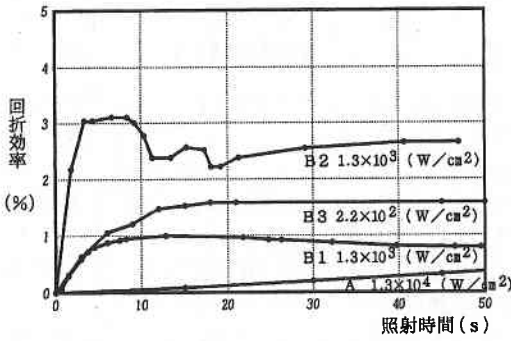


図4 プロトン交換 LN 光導波路の回折効率

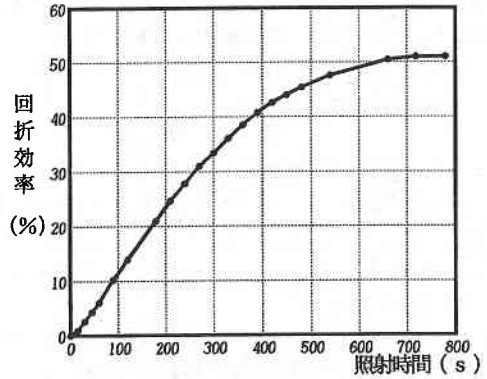


図7 プロトン交換 MgO ドープ LN (MO) の回折効率

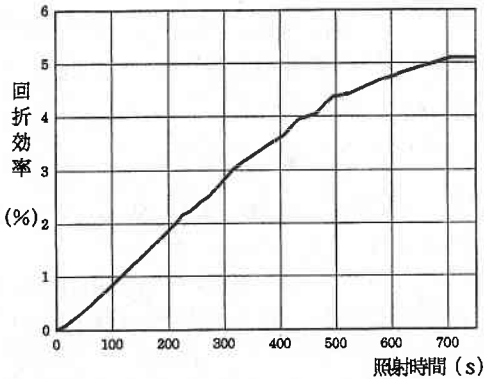


図5 試料 A (2.1μm, アニールなし) の回折効率

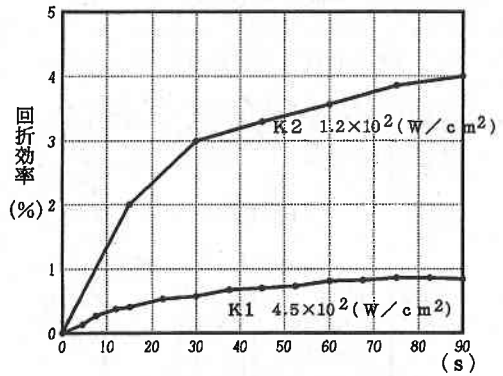


図8 Rb イオン交換 KTP 光導波路の回折効率

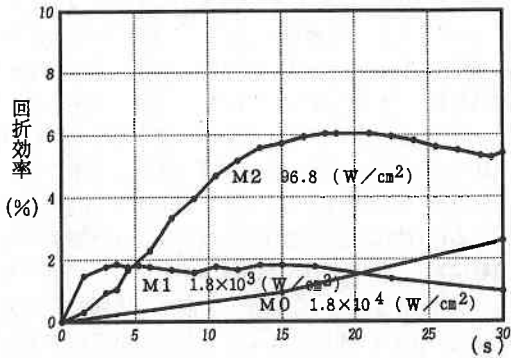


図6 プロトン交換 MgO ドープ LN 光導波路の回折効率

以上より, MgO ドープの有無にかかわらず, アニールなしの試料はアニールした試料に比べて光損傷を受けにくく, 高密度の光を当てないと光損傷を起こさないことがわかる。

図8に作製条件の異なる Rb イオン交換 KTP 光導波路について, 回折効率を測定した結果を示す。

また, 図4~図8のグラフから求めた光損傷感度の測定結果を表3に示す。ただし, 光損傷感度 S は, 導波路内のエネルギー密度を E とすると,

$$S = \Delta n / E$$

で定義される。

アニールなしのプロトン交換導波路 (拡散深さ $2\mu\text{m}$) の光損傷感度は, ノンドープの場合も MgO ドープの場合も $10^{-11} \sim 10^{-12} (\text{cm}^2/\text{J})$ であったが, 350°C で数時間のアニールすることにより $10^{-9} \sim 10^{-8} (\text{cm}^2/\text{J})$ に増加し, 光損傷に対して $10^{-2} \sim 10^{-3}$ 倍弱くなった。このようにプロトン交換層をアニールする時間が増加するにつれて, 導波路の光損傷耐性が減少する。

Rb イオン交換 KTP 光導波路の光損傷感度は, 導波路の作製条件によりやや異なるが, $10^{-9} \sim 10^{-10}$ 程度であった。

5. 結 論

ニオブ酸リチウム (MgO ドープ結晶およびノンドープ結晶) のプロトン交換導波路, KTP 結晶の Rb イオン交換導波路の光損傷感度を定量的に測定した^{5), 6)}。

光スイッチ, 光変調器等によく利用されているニオブ酸リチウムの Ti 拡散導波路の光損傷感度はノンドープの結晶を用いた場合, $10^{-7} (\text{cm}^2/\text{J})$ のオーダーである

表 3 プロトン交換ニオブ酸リチウム光導波路および KTP
イオン交換光導波路の光損傷感度

	Sample	Diffusion Depth	Energy density (J/cm ²)	Diffraction efficiency η (%)	$\Delta n/E$ (cm ² /J)
LN (z-cut)	A	2.1 μ m	1.1×10^6	0.74	3.8×10^{-12}
	B1	2.1 μ m	4.0×10^3	0.62	0.98×10^{-9}
	B2	1.8 μ m	1.0×10^3	1.0	5.0×10^{-9}
	B3	3.7 μ m	9.9×10^2	1.0	5.2×10^{-9}
MgO-doped LN(z-cut)	M0	1.9 μ m	2.7×10^5	0.9	1.8×10^{-11}
	M1	1.9 μ m	2.6×10^3	1.5	2.3×10^{-9}
	M2	4.7 μ m	3.6×10^2	1.0	1.4×10^{-8}
KTP (z-cut)	K1	13 μ m	6.7×10^3	0.5	5.2×10^{-10}
	K2	11 μ m	7.4×10^2	1.0	6.8×10^{-9}

ことが報告されている⁷⁾。ニオブ酸リチウムのプロトン交換導波路は、アニール無しの場合、Ti 拡散導波路よりも約 10^4 倍強いが、アニールにより、光損傷に対する耐性は減少する。

ニオブ酸リチウムはプロトン交換すると、結晶の構造が変化し結晶の対称性がよくなるため、電気光学定数が減少する⁸⁾。アニールによりプロトンが基板中に拡散されると、結晶構造がもとの結晶に近づくため、電気光学定数が回復する^{9),10)}

光損傷は電気光学効果を介して起こる減少なので、プロトン交換層の形成により著しく向上した光損傷耐性が、アニールにより劣化するの、プロトン交換導波路の電気光学定数がアニールによって回復すること^{9),10)}に主な原因があると考えられる。

MgO をドーブしたニオブ酸リチウム結晶はノンドーブの結晶に比べて光損傷に強いことが知られている。しかし、この二種類の結晶にプロトン交換法で光導波路を形成し、プロトン交換層の光損傷感度を測定、比較した場合、MgO ドープの効果によるプロトン交換層の光損傷耐性の向上はとくにみられなかった。アニールした場合についても、両者は光損傷に関してほぼ同様の特性を示した。

KTP のイオン交換光導波路は、光損傷に対し、実用上よく用いられる条件でアニールしたプロトン交換光導波路とほぼ同程度、あるいはやや大きめの耐性をもつことがわかった。上記の結果は、硝酸バリウム添加量等の作製条件を選ぶことにより光損傷に対して強いものを作製することが可能なことを示唆しており、この点で KTP イオン交換導波路は SHG 素子の有望な材料であ

と思われる。

6. おわりに

日頃から、貴重な御指導、御援助をいただいている、パイオニア株式会社の尾上篤氏、宮口敏氏、松下電器株式会社谷内哲夫氏、山本和久氏に心から感謝致します。

(1993年2月12日受理)

参 考 文 献

- 1) E. J. Lim, M. M. Fejer, R. L. Byer and E. J. Kozlovsky, Electron. Lett., 25, 731 (1989)
- 2) Y. Yamamoto, K. Mizuuchi, K. Takeshige, Y. Sasai and T. Taniuchi, J. Appl. Phys. 71, (4), 15 August 1991.
- 3) J. B. Bierlein, and H. Vanherzeele, J. Opt. Soc. Amer. B, 6, p622 (1988)
- 4) J. L. Jackel, D. H. Olson and A. M. Glass, J. Appl. Phys., 52, pp 4855-4856 (1981)
- 5) 近藤 由紀子, 藤井 陽一, 第39回応用物理関係連合講演会, 30p-G-12 (1992年 春季)
- 6) Yukiko KONDO, Yoichi Fujii, Jason E. SQUIRE, and Satoshi MIYAGUCHI, Tenth Topical Meeting on GRADIENT-INDEX OPTICAL SYSTEMS, T.5.5, PP 171-174 (1992)
- 7) 近藤 由紀子, レー ティティ, 藤井 陽一, 本保 栄治, 第38回応用物理関係連合講演会, 29a-SF-2 (1991年 春季)
- 8) Yukiko KONDO, Li HU and Yoichi FUJII, IEICE TRANSACTIONS, VOL. E 71, NO. 11 (1988)
- 9) M. Rottschalk, A. Rasch, W. Karte, J. Opt. Commun. 9 (1988) 1, 19-23
- 10) T. Lay, Y. Kondo, and Y. Fujii, IEICE TRANSACTIONS, VOL. E 74, NO. 11 (1991)