

УДК 621.9.048.

**В.В. Лихов<sup>1,2</sup>, А.Г. Охримчук<sup>1,2</sup>, А.Д. Прямиков<sup>1</sup>, А.В. Шестаков<sup>3</sup>,  
Г.Ю. Орлова<sup>3</sup>, А.С. Липатьев<sup>2</sup>, А.Н. Романов<sup>1,4</sup>**

<sup>1</sup>Институт общей физики им. А.М. Прохорова Российской академии наук, Москва, Россия

<sup>2</sup>Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева, Москва, Россия

<sup>3</sup>ФГУП «НИИ «Полюс» им. М.Ф. Стельмаха»

<sup>4</sup>Институт химической физики им. Н.Н. Семёнова Российской академии наук, Москва, Россия

## **ВОЛНОВОДЫ В МОНОКРИСТАЛЛЕ Nd:YAG С ОБОЛОЧКОЙ ИЗ ПОЛЫХ КАНАЛОВ С ВРАЩАТЕЛЬНОЙ СИММЕТРИЕЙ ШЕСТОГО ПОРЯДКА**

Методом прямой лазерной записи спиралевидных структур в монокристалле Nd:YAG и последующим химическим травлением получены волноводы с оболочкой, состоящей из полых каналов, обладающих в поперечном сечении формой правильных шестигранников. Исследованы волноводные свойства в области длин волн 1,5 мкм.

**Ключевые слова:** иттрий-алюминиевый гранат, прямая лазерная запись, фемтосекундный лазер, лазерная микрообработка, химическое травление, волноводы.

**V.V. Likhov<sup>1,2</sup>, A.G. Okhrimchuk<sup>1,2</sup>, A.D. Pryamikov<sup>1</sup>,  
A.V. Shestakov<sup>3</sup>, G.Yu. Orlova<sup>3</sup>, A.S. Lipatiev<sup>2</sup>, A.N. Romanov<sup>1,4</sup>**

<sup>1</sup>Prokhorov General Physics Institute of the Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia

<sup>2</sup>Mendeleev University of Chemical Technology, Moscow, Russia

<sup>3</sup>Stel'makh R&D Institute Polyus, Moscow, Russia

<sup>4</sup>N.N. Semenov Federal Research Center for Chemical Physics of Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia

## **WAVEGUIDES IN Nd:YAG SINGLE-CRYSTAL WITH A CLADDING COMPOSED OF HOLLOW 6-FOLD ROTATIONAL SYMMETRY CHANNELS**

Waveguides with a cladding of hollow channels with a cross-sectional shape of regular hexagons were obtained via direct laser writing of helical structures of various diameters in Nd:YAG single-crystal and subsequent chemical etching. Their waveguiding behavior in the wavelength region near 1.5  $\mu\text{m}$  is investigated.

**Keywords:** Yttrium aluminium garnet, direct laser writing, laser micromachining, femtosecond laser, chemical etching, waveguides.

## **Введение**

Недостатком многих волноводных структур, получаемых методом прямой лазерной записи, является низкий контраст показателя преломления между модифицированной и немодифицированной областями кристалла. Низкий контраст обуславливает потери за счёт вытекания моды, что ведёт к большим потерям в среднем ИК и делает невозможным использование таких волноводов в этом диапазоне спектра. Сочетание методов прямой лазерной записи пучком фемтосекундного лазера и химического травления позволяет получать полые структуры внутри кристалла YAG с высоким контрастом показателей преломления [1, 2], что кардинально уменьшает потери на вытекание моды и открывает новые возможности в использовании записанных фемтосекундным лазером микроструктур в среднем ИК-диапазоне. Такой метод получил название трехмерной литографии.

В целом, новая техника позволяет создавать оптические волноводные структуры, подобные фотонно-кристаллическим волоконным световодам, которые произвели революцию в науке и волоконно-оптической промышленности в прошлом. Высокая вращательная симметрия фотонно-кристаллических стеклянных световодов является ключевой особенностью, обеспечивающей высокую степень удержания мод в сердцевине [3]. Однако, как правило, поперечное сечение волноводов, изготовленных с помощью трехмерной литографии, имеет симметрию, которая принципиально ниже, чем у фотонно-кристаллических волокон, вытянутых из стекла. Причина кроется в низкой симметрии поперечного сечения протравленного канала. А именно они обладают только симметрией точечной группы  $C_2$ , в то время как цилиндрические элементы в фотонно-кристаллических волокнах обладают полной симметрией вращения, и поэтому они не уменьшают общую симметрию поперечного сечения волокна. Мы полагаем, что для достижения низких потерь на вытекание в фотонно-кристаллических волноводах необходимы протравленные каналы с высоким порядком вращательной симметрии.

Чтобы получить полый канал с вращательной симметрией высокого порядка, мы использовали высокую кубическую симметрию кристалла иттрий-алюминиевого граната (YAG). Мы обеспечили равную скорость травления в угловых эквидистантных направлениях, перпендикулярных оси канала. Известно, что травление кристаллов имеет направленную селективность. А именно наибольшая скорость

травления наблюдается вдоль дислокаций, которые, в свою очередь, ориентированы в определенных кристаллографических направлениях. Нами была осуществлена запись спиралей с оболочкой пониженного показателя преломления вдоль кристаллографической оси [111]. Таким образом, мы получили модифицированную область в форме полый трубки, имеющую практически идеальную осевую симметрию, ориентированную вдоль кристаллографического направления, обладающую вращательной симметрией точечной группы  $S_6$ . Последующее химическое травление таких спиралей позволило получить полые каналы, обладающие симметрией точечной группы  $S_6$  и соответствующей кристаллографической селективностью травления.

### Запись треков для травления

Отличительной особенностью нашего подхода к изготовлению полых каналов в кристалле YAG является формирование треков с высокой вращательной симметрией. Чтобы достичь такой симметрии, мы записывали треки в форме спирали. Для записи спиралей в образце монокристалла Nd:YAG использовалась фемтосекундная лазерная система Pharos SP (Light Conversion, Литва) с длительностью импульса 180 фс и рабочей длиной волны 1030 нм. Лазерный пучок фокусировался в объёме кристалла посредством объектива Olympus LCPLN50XIR с числовой апертурой  $NA = 0,65$ .

Образец был установлен на прецизионный подвижный стол Aerotech ABL1000. Транслятор совершал колебательные движения вдоль осей  $X$  и  $Y$  (см. рис. 1, *a*, *б* и рис. 2) с относительной фазовой задержкой колебаний в четверть периода и, одновременно с этим, равномерное поступательное движение вдоль оси  $Z$ . Результатом являлась трёхмерная спираль с осью вдоль оси  $Z$ , совпадающей с кристаллографической осью [111], вдоль которой кристалл YAG обладает симметрией шестого порядка.

Перед объективом была установлена диафрагмирующая пучок спектроскопическая щель шириной 1 мм. За счёт различной дифракционной расходимости в двух различных направлениях после фокусирующего объектива получалась линзообразная перетяжка вместо «классической» сигарообразной перетяжки. Плоскость линзообразной перетяжки была ориентирована перпендикулярно оси записываемой спирали. Таким образом, как снизу и сверху, так и по бокам спирали толщина трека, оставленного перетяжкой, была одинакова, что и обеспечивало равномерность толщины спирали по углу (см. рис. 1, *a*).

Поляризация пучка была параллельна оси волновода, т.е. оси Z. Частота следования лазерных импульсов составляла 15 кГц, энергия импульса – 375 нДж. Три записанные структуры различались диаметром записанных спиралей  $D_{sp}$  – 7, 8 и 9 мкм для волноводов WG1, WG2 и WG3 соответственно. Частота круговых движений транслятора составляла 15 Гц, расстояние между соседними витками  $\lambda$  – 2 мкм. Модель такой спирали изображена на рис. 1, а, микрофотография торца спирали – на рис. 1, б.

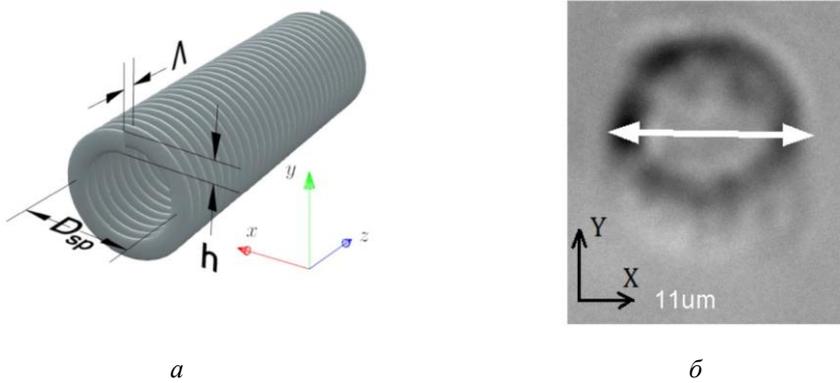


Рис. 1. Модель спирали с обозначением её основных геометрических характеристик и ортами (а); микрофотография торца спирали (б), записанной при амплитудах колебаний подвижного стола по осям X, равной  $D_{sp} = 8$  мкм, а по оси Y –  $\frac{D_{sp}}{n(YAG)}$ .

(светлое поле, подсветка снизу)

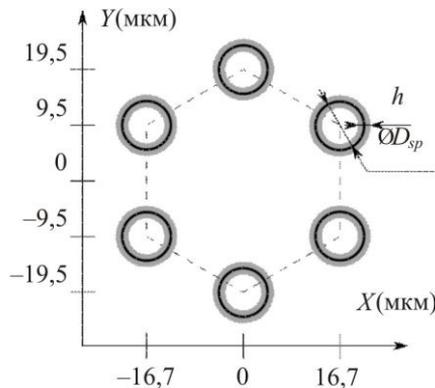


Рис. 2. Эскиз поперечного сечения записанной структуры (взгляд вдоль оси кристалла [111]); центр координат расположен в геометрическом центре структуры; толщина стенки спирали  $h$  составляла приблизительно 2 мкм для всех трёх записанных структур

Каждая отдельная микроструктура, обеспечивающая волноведение после химического травления, состояла из шести записанных спиралей, причём центры спиралей располагались по углам правильного шестигранника в плоскости сечения, перпендикулярном оси волновода (см. эскиз на рис. 2). Центр структуры располагался на глубине приблизительно 200 микрометров от поверхности. Спирали записывались во всю длину образца, её длина составила 10 мм.

### Травление

Перед травлением кристалла образец был разрезан на две части, и дальнейшие эксперименты проводились с меньшей частью длиной в 3 мм с целью сокращения продолжительности травления. Записанные структуры подвергались химическому травлению при температуре 83°C в смеси состава  $\text{H}_3\text{PO}_4:\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}$  (мольное соотношение 1:1:2 соответственно) на протяжении 39 дней. Ранее было установлено, что такой состав оптимален с точки зрения селективности и скорости травления [4]. С целью удаления конических входных частей каналов, обусловленных низкой селективностью, после травления с каждого из торцов образца был сошлифован слой толщиной 100 мкм. После шлифовки торцы образца были отполированы. Микрофотографии торцов волноводов после шлифовки и полировки представлены на рис. 2, вид волноводов сбоку – на рис. 3.

В полых каналах обнаружены загрязнения неизвестной природы, которые можно предположительно отнести к остаткам продуктов травления (см. рис. 3). Нами были предприняты попытки очистки каналов посредством струи сжатого воздуха, однако полностью избавиться от загрязнений подобным образом не удалось.

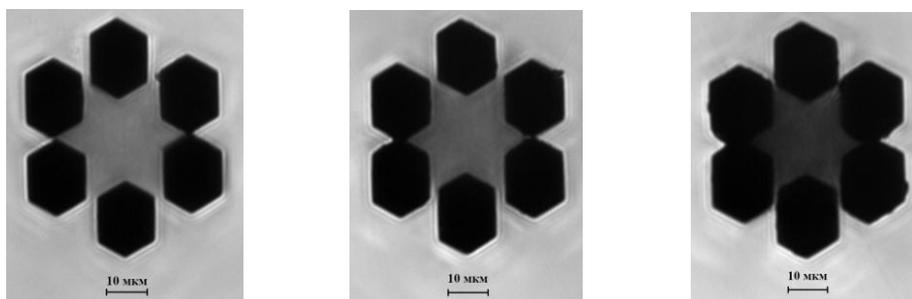


Рис. 3. Микрофотографии торцов волноводов (WG1, 2 и 3 соответственно) после завершения процесса травления; светлое поле, подсветка снизу; плоскость фотографии – кристаллографическая плоскость (111)

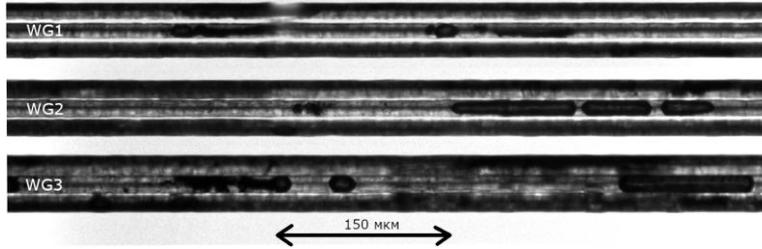


Рис. 4. Вид волноводов сверху (направление взгляда совпадает с направлением записывающего спирали лазерного пучка); плоскость фотографии – кристаллографическая плоскость (112). Коллаж, созданный из нескольких микрофотографий. Светлое поле, подсветка снизу

### Характеризация волноводов

Характеризация волноводов проводилась на установке, схема которой приведена на рис. 4. Пучок одночастотного полупроводникового лазера с перестраиваемой длиной волны (TLK-L1550M, обозначен как Tunable LD на рис. 4) после выхода из волокна SMF-28 коллимировался линзой L1 и с помощью системы из двух линз L2 и L3 заводился в торец волновода. Изображение выходного торца волновода строилось на InGaAs-камере при помощи десятикратного объектива (рис. 5).

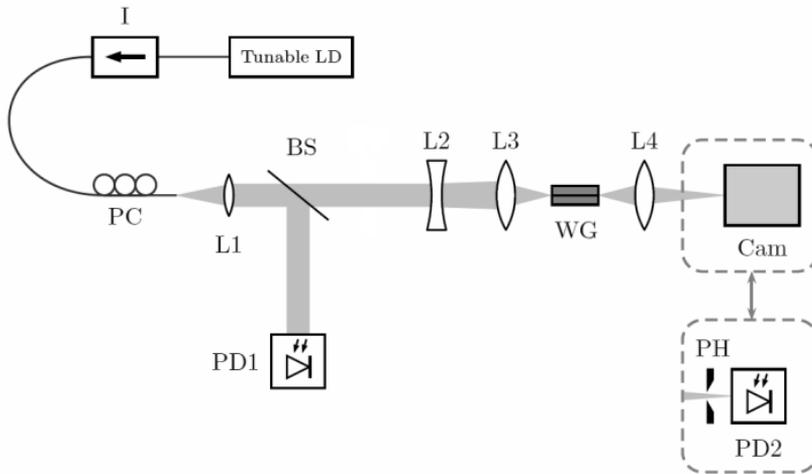


Рис. 5. Схема установки для характеристики волноводов: Tunable LD – одночастотный полупроводниковый лазер с перестраиваемой длиной волны, I – оптический изолятор, PC – волоконный контроллер поляризации, L1 – коллимирующая линза, BS – делитель пучка 50/50, L2 – линза с фокусным расстоянием –2000 мм, L3 – линза с фокусным расстоянием 20 мм, WG – образец с записанными волноводами, L4 – объектив Olympus LMPLN10XIR, Cam – InGaAs-камера ArtCam-0016TNIR, PH – диафрагма, PD1 и PD2 – фотодиоды

Потери на распространение были определены с помощью техники, описанной в [5]. Для получения спектров пропускания на месте камеры ставился фотодиод PD2, причём установленная перед ним диафрагма позволяла пройти только лучам, исходящим из сердцевины волновода. При линейном сканировании длины волны лазерного диода на фотодиоде PD2 фиксировалось периодическое изменение мощности. Для нивелирования изменения мощности лазерного излучения при перескоках между продольными модами в резонаторе лазера использовался фотодиод PD1. Было установлено, что форма моды и потери на распространение не зависели от состояния поляризации входного пучка.

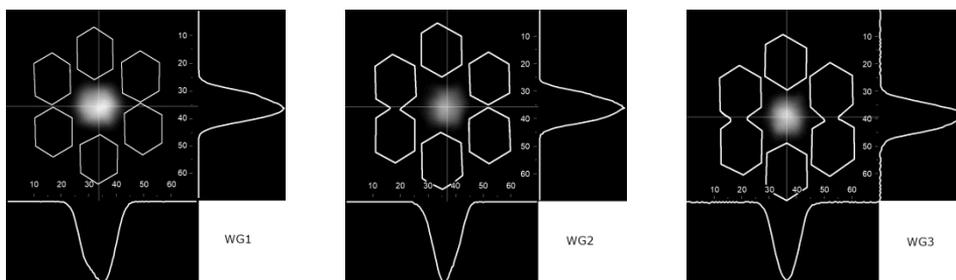


Рис. 6. Изображения и поперечные профили мод с наложенными силуэтами полых каналов в WG1, 2 и 3 соответственно. Масштаб изображения в микрометрах указан на шкале (поле зрения  $70 \times 70$  микрометров)

В пакете COMSOL Multiphysics® были произведены расчёты потерь на распространение для основной моды, обусловленными вытеканием моды (шероховатость стенок и обусловленное ею рассеяние не учитывалась). Рассчитанные потери и другие основные характеристики волноводов приведены в таблице.

#### Основные характеристики волноводов

WG	Диаметр записанной спирали, мкм	Диаметр моды вертикаль $\times$ горизонталь, мкм*	Рассчитанные потери на распространение, дБ/км*	Измеренные потери на распространение, дБ/см*
1	7	17,4 $\times$ 20,0	0,6	0,46
2	8	16,9 $\times$ 16,4	0,3	1,91
3	9	17,0 $\times$ 15,7	0,0006	2,61

Примечание: \*вертикальная поляризация,  $\lambda = 1500$  нм.

## Обсуждение

По сравнению с результатами работы [1] нам удалось уменьшить потери на распространение в области длин волн 1,5 мкм на 2 порядка. Причинами такого кардинального уменьшения могут быть: 1) повышение вращательной симметрии волновода, что уменьшило потери на вытекание, 2) улучшение гладкости стенок полых каналов за счёт селективного травления по кристаллографическим плоскостям, что значительно уменьшило потери на рассеяние. Эти результаты открывают перспективы для применений таких волноводов в среднем ИК-диапазоне.

Как следует из таблицы, экспериментально определённые потери возрастают в ряду WG1-WG2-WG3, в то время как рассчитанные потери возрастают в обратной последовательности. При расчёте учитывались только потери на вытекание, которые падают по мере увеличения степени слияния каналов, и степень слияния минимальна у WG1 и максимальна у WG3 (см. рис. 3 и 6). Экспериментально измеренные потери, превосходящие теоретические на несколько порядков, судя по всему, практически полностью обусловлены рассеянием на шероховатостях стенок каналов и загрязнениях, которые не удалось полностью удалить из каналов. Увеличение поперечных размеров каналов, кроме уменьшения и так очень низких потерь на вытекание, тоже приводит к возрастанию площади соприкосновения моды с шероховатыми стенками каналов. Этим можно объяснить как разнонаправленные тенденции возрастания рассчитанных и экспериментальных потерь, так и внушительную разницу между ними.

Стоит также отметить, что, по нашим наблюдениям, степень загрязнения каналов возрастает в ряду WG1–WG2–WG3 (см. рис. 4), т.е. степень загрязнённости каналов коррелирует с экспериментально определёнными потерями на распространение в соответствующих волноводах. В удалении этих загрязнений и дополнительной химической полировке стенок кроется значительный потенциал уменьшения потерь.

Из недостатков нашего подхода можно отметить продолжительность изготовления полых каналов, связанная с замедлением скорости травления со временем, по мере увеличения длины протравленного канала. Однако это время сравнимо со скоростью роста кристалла.

## Заключение

Последовательное применение техник прямой лазерной записи и химического травления позволяет получить волноводы с оболочкой из полых каналов, обладающих высоким контрастом показателей преломления между сердцевиной и оболочкой. За счет формирования молифицированных областей с высокой вращательной симметрией удалось значительно уменьшить потери в волноводах такого типа: до 0,5 дБ/см в области 1,5 мкм. Потенциально потери могут быть уменьшены за счет совершенствования технологии травления.

## Список литературы

1. Three-dimensional femtosecond laser nanolithography of crystals / A. Ródenas [et al.] // *Nature Photonics*. – 2019. – Vol. 13. – №. 2. – P. 105–109.
2. Mid-infrared waveguiding in three-dimensional microstructured optical waveguides fabricated by femtosecond-laser writing and phosphoric acid etching / J. Lv [et al.] // *Photonics Research*. – 2020. – Vol. 8. – №. 3. – P. 257–262.
3. Resonance and scattering in microstructured optical fibers / T.P. White [et al.] // *Optics letters*. – 2002. – Vol. 27. – №. 22. – P. 1977–1979.
4. Hasse K., Kip D., Kränkel C. Influence of diluted acid mixtures on selective etching of MHz- and kHz-fs-laser inscribed structures in YAG // *Optical Materials Express*. – 2021. – Vol. 11. – №. 5. – P. 1546–1554.
5. Measuring propagation loss in a multimode semiconductor waveguide / A. De Rossi [et al.] // *Journal of applied physics*. – 2005. – Vol. 97. – №. 7. – P. 073105.

## References

1. Ródenas A. et al. Three-dimensional femtosecond laser nanolithography of crystals. *Nature Photonics*, 2019, vol. 13, no. 2, pp. 105-109.
2. Lv J. et al. Mid-infrared waveguiding in three-dimensional microstructured optical waveguides fabricated by femtosecond-laser writing and phosphoric acid etching. *Photonics Research*, 2020, vol. 8, no. 3, pp. 257-262.
3. White T.P. et al. Resonance and scattering in microstructured optical fibers. *Optics letters*, 2002, vol. 27, no. 22, pp. 1977-1979.

4. Hasse K., Kip D., Kränkel C. Influence of diluted acid mixtures on selective etching of MHz-and kHz-fs-laser inscribed structures in YAG. *Optical Materials Express*, 2021, vol. 11, no. 5, pp. 1546-1554.

5. De Rossi A. et al. Measuring propagation loss in a multimode semiconductor waveguide. *Journal of applied physics*, 2005, vol. 97, no. 7, 073105 p.