

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4156136号
(P4156136)

(45) 発行日 平成20年9月24日 (2008. 9. 24)

(24) 登録日 平成20年7月18日 (2008. 7. 18)

(51) Int. Cl.

G O 2 B 6/13 (2006. 01)

F I

G O 2 B 6/12

M

請求項の数 4 (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平11-198194
 (22) 出願日 平成11年7月12日 (1999. 7. 12)
 (65) 公開番号 特開2001-21745 (P2001-21745A)
 (43) 公開日 平成13年1月26日 (2001. 1. 26)
 審査請求日 平成18年1月20日 (2006. 1. 20)

(73) 特許権者 000237721
 F D K株式会社
 東京都港区新橋5丁目36番11号
 (74) 代理人 100078961
 弁理士 茂見 穰
 (72) 発明者 袴田 和喜
 東京都港区新橋5丁目36番11号 富士
 電気化学株式会社内
 (72) 発明者 石津 淳子
 東京都港区新橋5丁目36番11号 富士
 電気化学株式会社内
 (72) 発明者 久納 達志
 東京都港区新橋5丁目36番11号 富士
 電気化学株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 埋め込み型光導波路の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

1 価のイオンを含有してイオン交換可能なガラス状物質からなる基板上に、所定の光導波路パターンを有するイオン交換制御膜を形成し、前記基板の屈折率を増加させ得る第 1 の 1 価イオンを含有する第 1 の熔融塩に浸漬して、前記イオン交換制御膜を通して熱イオン交換を行い屈折率増加部分を形成する第 1 のイオン交換工程と、

前記基板から前記イオン交換制御膜を除去するエッチング工程と、

エッチング処理した基板を、前記第 1 のイオン交換工程によって屈折率が増加した部分の屈折率を下げ得る第 2 の 1 価イオンを含有する第 2 の熔融塩に浸漬しながら、前記イオン交換制御膜の形成されていた側を正電位とし、反対側を負電位として基板にほぼ垂直に電界を印加して前記第 1 の 1 価イオンによる屈折率増加部分を前記基板の深さ方向に埋め込む第 2 のイオン交換工程とを、

この順で行う埋め込み型光導波路の製造方法において、

前記第 2 のイオン交換工程後に、前記基板を第 2 の熔融塩に浸漬しつつ、第 2 のイオン交換工程とは逆向きの電界を印加する第 3 のイオン交換工程を具備し、第 2 のイオン交換工程によって埋め込まれた第 1 の 1 価イオンによる屈折率増加部分の断面イオン濃度分布形状を、前記第 3 のイオン交換工程によって軸対称形に近づくように整形することを特徴とする埋め込み型光導波路の製造方法。

【請求項 2】

屈折率増加部分中で屈折率を増加させるイオンの濃度が最も大きい点の基板表面からの

深さが10 μm 以上となるように屈折率増加部分を埋め込む請求項1記載の埋め込み型光導波路の製造方法。

【請求項3】

基板の屈折率を増加させ得る第1の1価イオンとして、Agイオン、Tlイオン、Csイオン、Rbイオン、Kイオン、Liイオンのうちの少なくとも1種のイオンを用い、第1の1価イオンにより形成された屈折率増加部分の屈折率を下げ得る第2の1価イオンとして、Naイオン又はKイオンの少なくとも1種のイオンを用いる請求項1又は2記載の埋め込み型光導波路の製造方法。

【請求項4】

ガラス状物質の基板として、アルミノボロシリケート系ガラス、アルミノシリケート系ガラス、ボロシリケート系ガラスのいずれかを用いる請求項1乃至3のいずれかに記載の埋め込み型光導波路の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、2段階イオン交換法による低損失の埋め込み型光導波路の製造方法に関し、更に詳しく述べると、ガラス基板中に十分な深さまで埋め込まれた屈折率増加部分の断面イオン濃度分布形状を、基板深さ方向でほぼ対称形にする方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

各種の光通信伝送素子、光集積回路、あるいは光センサ用素子などでは、ガラス状物質からなる基板中に光導波路を形成する技術が必要となる。従来、この種の光導波路の形成には、イオン交換法が採用されている。このイオン交換法による光導波路の形成においては、基板表面の散乱による伝播損失を低減するために、また光ファイバとのモードフィールド整合のために、基板内部に光導波路を埋め込む2段階イオン交換法が一般的である。

【0003】

2段階イオン交換法は、熱イオン交換により屈折率増加部分を形成する第1のイオン交換工程と、電界印加により該屈折率増加部分を基板深さ方向に埋め込む第2のイオン交換工程を組み合わせた方法である。第1のイオン交換工程では、アルカリイオンを含むガラス基板上に、所定の光導波路パターンを有するイオン交換制御膜を形成し、AgあるいはTl等の屈折率を増加させる1価イオンを含む硝酸塩や硫酸塩の溶融塩に適当な時間浸漬して、前記イオン交換制御膜を通して熱イオン交換を行い屈折率増加部分を形成する。この第1のイオン交換工程の後、前記イオン交換制御膜をエッチングにより除去する。次いで、第2のイオン交換工程では、ガラス基板をNa又はKイオンを含む溶融塩中に浸漬し、電界を印加しながらイオン交換し、AgあるいはTlイオンによる屈折率増加部分をガラス基板の深さ方向に埋め込む。

【0004】

このようにして形成された屈折率増加部分が光導波路として機能する。光導波路を基板表面近傍に形成した場合、基板表面の表面あれや基板表面上の材料などにより、導波光の散乱や吸収が発生する。これは、導波光のエネルギーのしみだしが基板表面上までも起こっているためである。この影響を回避するために、上記のように、光導波路を基板内部に埋め込むことが行われているのである。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

一般に、埋め込み深さが大きくなればなるほど、それだけ基板表面の影響を受け難くなり、低損失の光導波路が実現できる。必要な埋め込み深さは、使用波長や光導波路の設計などにより異なるが、通信波長域の用途を考慮すると10 μm 程度が目安となる。しかし、埋め込み深さが大きくなるほど、屈折率増加部分の断面イオン濃度分布形状がいびつになり、真円からはほど遠いものとなる。ここで、「埋め込み深さ」とは、屈折率増加部分中で屈折率を増加させるイオンの濃度が最も大きい点の基板表面からの深さをいう。

【0006】

ところで、 A_g や Tl 等の屈折率を増加させる1価イオンのガラス中における拡散係数や移動度には、多かれ少なかれ濃度依存性が存在する。具体的には、ガラス中のイオン濃度が高い部分は拡散係数や移動度が大きく、イオン濃度が低い部分は拡散係数や移動度が小さくなる。従って、電界印加による第2のイオン交換では、その依存性の影響で、埋め込み深さが大きくなるほど、屈折率増加部分が基板深さ方向で上下非対称となることは避けられず、モードフィールド自体も当然非対称になってしまう。このような理由で、屈折率増加部分の断面イオン濃度分布が真円で、且つシングルモードとなる光導波路の実現は非常に困難であった。そのため、光ファイバとの整合性に劣り、光ファイバと結合する際の損失が大きくなる欠点があった。

10

【0007】

本発明の目的は、2段階イオン交換法を用いて、埋め込み深さを大きくするにもかかわらず、光ファイバとの整合性の良い軸対称形の屈折率増加部分を形成できるようにした埋め込み型光導波路の製造方法を提供することである。

【0008】

【課題を解決するための手段】

本発明は、1価のイオンを含有してイオン交換可能なガラス状物質からなる基板上に、所定の光導波路パターンを有するイオン交換制御膜を形成し、前記基板の屈折率を増加させる第1の1価イオンを含有する第1の熔融塩に浸漬して、前記イオン交換制御膜を通して熱イオン交換を行い屈折率増加部分を形成する第1のイオン交換工程と、前記基板から前記イオン交換制御膜を除去するエッチング工程と、エッチング処理した基板を、前記第1のイオン交換工程によって屈折率が増加した部分の屈折率を下げ得る第2の1価イオンを含有する第2の熔融塩に浸漬しながら、前記イオン交換制御膜の形成されていた側を正電位とし、反対側を負電位として基板にほぼ垂直に電界を印加して前記第1の1価イオンによる屈折率増加部分を前記基板の深さ方向に埋め込む第2のイオン交換工程とを、この順で行う埋め込み型光導波路の製造方法を前提とするものである。

20

【0009】

本発明の第1の方法は、前記第2のイオン交換工程における印加電界強度を、時間と共に低下させて、埋め込まれる第1の1価イオンによる屈折率増加部分の断面イオン濃度分布形状を、ほぼ軸対称形に整形しつつ埋め込む方法である。第2のイオン交換の際に、時間に依らず一定強度の電界を印加すると、イオン移動度の濃度依存性から高イオン濃度領域が深く、低濃度領域が浅く埋め込まれ、イオン濃度分布が非対称形状となっていた。それに対して上記のように、第2のイオン交換工程で、時間と共に印加電界強度を低下させることにより、電界によるイオン移動度に対する熱によるイオン拡散の影響を大きくすることができ、屈折率増加部分のイオン濃度分布の断面形状の非対称性を低減できる。

30

【0010】

本発明の第2の方法は、前記第2のイオン交換工程後に、前記基板を第2の熔融塩に浸漬しながら、第2のイオン交換工程とは逆向きの電界を印加する第3のイオン交換工程を具備し、第2のイオン交換工程によって埋め込まれた第1の1価イオンによる屈折率増加部分のイオン濃度分布の断面形状を、前記第3のイオン交換工程によってほぼ軸対称形に整形する方法である。逆電界を印加する第3のイオン交換工程によって、屈折率増加部分の特に高イオン濃度領域のみを選択的に移動させ、屈折率増加イオン濃度の断面分布形状の非対称性を低減できる。ここで逆電界を印加する第3のイオン交換工程は、交換イオンの熱による移動度を極力抑制し、電界による高イオン濃度領域の移動度をより大きくする。

40

【0011】

本発明の第3の方法は、前記第2のイオン交換工程後に、基板を無電界状態で加熱保持する熱処理工程を具備し、第2のイオン交換工程によって埋め込まれた第1の1価イオンによる屈折率増加部分のイオン濃度分布の断面形状を、前記熱処理工程によってほぼ軸対称形に整形する方法である。第2のイオン交換工程後の熱処理により、空間的なイオン濃度勾配の大きな部分が選択的に拡散する。また、拡散定数の濃度依存性からもイオン濃度の

50

高い部分の選択的拡散が実現される。更に、一旦拡散により移動し低濃度化した部分は、拡散定数の濃度依存性から考えて時間的に形状変化の少ない定常状態を実現して安定化する作用をもつ。この熱処理は、第2のイオン交換を行った後の基板を、第2のイオン交換工程で用いる第2の熔融塩に一定時間浸漬することで簡便に実施できる。

【0012】

【発明の実施の形態】

本発明は、特に埋め込み深さが10 μm 以上の光導波路に有効である。従来の2段階イオン交換法では、埋め込み深さが大きくなればなるほど屈折率増加部分のイオン濃度分布の断面形状の非対称性が甚だしくなり、それを改善する必要性も大きくなるからである。前記第1の方法における印加電界強度の変化パターンと時間、第2の方法における印加逆電界強度と時間、第3の方法における温度と時間などは、いずれも基板材質や使用するイオンの種類、光導波路の設計値等に応じて適宜決定すればよい。

10

【0013】

基板の屈折率を増加させ得る第1の1価イオンとしては、Agイオン、Tlイオン、Csイオン、Rbイオン、Kイオン、Liイオンのうちの少なくとも1種のイオンを用いる。また、第1の1価イオンにより形成された屈折率増加部分の屈折率を下げ得る第2の1価イオンとしては、Naイオン又はKイオンの少なくとも1種のイオンを用いる。

【0014】

ガラス状物質の基板としては、例えばアルミノボロシリケート系ガラス、アルミノシリケート系ガラス、ボロシリケート系ガラスのいずれかを用いる。

20

【0015】

【実施例】

(実施例1-1)

アルカリイオンとしてNaイオンのみが含まれるアルミノボロシリケート系ガラス基板上に、所定の光導波路パターンの開口を有するTiのイオン交換制御膜を形成し、AgNO₃とNaNO₃よりなる熔融塩(AgNO₃濃度10%)中に、255で90分間浸漬する第1のイオン交換を行い、基板表面に屈折率増加部分を形成する。続いて、基板表面のイオン交換制御膜をエッチングにより除去する。その後、NaNO₃熔融塩中で、電界を印加した第2のイオン交換を行い、基板表面に形成された屈折率増加部分を基板内部に埋め込む。

30

【0016】

この第2のイオン交換工程は、印加する電界強度を時間的に次のようなパターンで変化させて行った。

(a) パターン：熔融塩温度255で、150V/mmの電界強度から直線的に180分かけて0V/mmに低下させながら行う。

(b) パターン：熔融塩温度255で、150V/mmの電界強度から直線的に180分かけて半値である75V/mmに低下させながら行う。

(c) パターン：比較のために、熔融塩温度255で、180分間、150V/mmの電界強度を一定に保って行う(従来技術)。

【0017】

この条件で作製した3.5 μm の光導波路の屈折率増加イオンの濃度プロファイルをシミュレートした結果を、図1に示す。図1中、符号(a), ..., (c)は、それぞれ上記の各パターンに対応したイオン濃度分布を示している。この結果より、第2のイオン交換工程で印加電界強度を低下させる本発明により、埋め込み深さが10 μm 以上となるように十分大きく、深さ方向に関してより対称性の良好なイオン濃度分布をもつように光導波路を整形できることが分かる。

40

【0018】

図2と図3に屈折率増加イオンの断面濃度プロファイルを示す。図2は本発明方法(上記実施例1-1の(a)パターン)の場合であり、図3は従来技術(上記実施例1-1の(c)パターン：比較例)の場合である。図3(従来技術)では上下方向(深さ方向)で非

50

対称の度合いが甚だしく、中央部も潰れて楕円状となっているが、図 2（本発明方法）では、それが大きく改善され軸対称性が良好となり、特に中央部ではほぼ真円となっている。

【 0 0 1 9 】

（実施例 1 - 2）

実施例 1 - 1 と同様の手順で屈折率増加部分を基板内部に埋め込む。第 2 のイオン交換工程は、処理時間のみ変えて、次のように電界強度を時間的に変化させて行った。

（ d ）パターン：熔融塩温度 2 5 5 で、1 5 0 V / mm の電界強度から直線的に 1 2 0 分かけて 0 V / mm に低下させながら行う。

（ e ）パターン：熔融塩温度 2 5 5 で、1 5 0 V / mm の電界強度から直線的に 1 2 0 分かけて半値である 7 5 V / mm に低下させながら行う。

（ f ）パターン：比較のために、熔融塩温度 2 5 5 で、1 2 0 分間、1 5 0 V / mm の電界強度を一定に保って行う（従来技術）。

【 0 0 2 0 】

この条件で作製した 3 . 5 μ m の光導波路の屈折率増加イオンの濃度プロファイルをシミュレートした結果を、図 4 に示す。図 4 中、符号（ d ）, ... , （ f ）は、それぞれ上記の各パターンに対応したイオン濃度分布を示している。この結果より、第 2 のイオン交換工程で印加電界強度を低下させる本発明により、埋め込み深さが 1 0 μ m 以上となるように十分大きく、深さ方向に関してより対称性の良好なイオン濃度分布をもつように光導波路を整形できることが分かる。

【 0 0 2 1 】

（実施例 2 - 1）

アルカリイオンとして N a イオンのみが含まれるアルミノボロシリケート系ガラス基板上に、所定の光導波路パターンの開口を有する T i のイオン交換制御膜を形成し、A g N O₃ と N a N O₃ よりなる熔融塩（A g N O₃ 濃度 1 0 %）中に、2 5 5 で 9 0 分間浸漬する第 1 のイオン交換を行い、基板表面に屈折率増加部分を形成する。続いて、基板表面のイオン交換制御膜をエッチングにより除去する。その後、N a N O₃ 熔融塩中で電界を印加した第 2 のイオン交換を、2 5 5 、1 2 0 V / mm の電界強度の下で 1 2 0 分間行い、基板表面に形成された屈折率増加部分を基板内部に埋め込む。

【 0 0 2 2 】

更に、第 2 のイオン交換工程と同一温度、同一熔融塩中で、第 2 のイオン交換とは逆方向で、より高い 1 5 0 V / mm の電界下で最長 2 0 分間までの第 3 のイオン交換を行った。

【 0 0 2 3 】

この条件で作製した 3 . 5 μ m の光導波路の屈折率増加イオンの濃度プロファイルをシミュレートした結果を図 5 に示す。図 5 において、各曲線は処理時間を示している。未処理は、第 2 のイオン交換終了時点のデータであり、従来技術に相当する。この結果より、第 3 のイオン交換工程で逆方向の電界強度を印加する本発明により、埋め込み深さが 1 0 μ m 以上となるように十分大きく、深さ方向に関してより対称性の良好なイオン濃度分布をもつように屈折率増加部分を整形できることが分かる。

【 0 0 2 4 】

また図 6 に本発明方法（上記実施例 2 - 1）の場合の屈折率増加イオンの断面濃度プロファイルを示す。図 3 の従来技術と比べれば明瞭なように、図 6（本発明方法）では、上下方向（深さ方向）で非対称の度合いが大きく改善され、特に中央部ではほぼ真円になることが分かる。

【 0 0 2 5 】

（実施例 2 - 2）

実施例 2 - 1 と同様の手順で屈折率増加部分を基板内部に埋め込んだ。第 3 のイオン交換工程は、電界強度と処理時間を変えて行った。即ち、第 2 のイオン交換と同一温度、同一熔融塩中で、第 2 のイオン交換とは逆方向の 1 0 0 V / mm の電界下で 4 0 分間の第 3 のイオン交換を行った。この条件で作製した 3 . 5 μ m の光導波路の屈折率増加イオンの濃度

プロファイルをシミュレートした結果を図 7 に示す。

【 0 0 2 6 】

(実施例 2 - 3)

実施例 2 - 1 と同様の手順で屈折率増加部分を基板内部に埋め込んだ。第 3 のイオン交換工程は、電界強度と処理時間を変えて行った。即ち、第 2 のイオン交換と同一温度、同一溶融塩中で、第 2 のイオン交換とは逆方向の 50 V/mm の電界下で 80 分間の第 3 のイオン交換を行った。この条件で作製した $3.5 \mu\text{m}$ の光導波路の屈折率増加イオンの濃度プロファイルをシミュレートした結果を図 8 に示す。

【 0 0 2 7 】

これらの結果からも、第 3 のイオン交換工程で逆向きの電界を印加する本発明により、埋め込み深さが $10 \mu\text{m}$ 以上となるように十分大きく、深さ方向に関してより対称なイオン濃度分布をもつように光導波路を整形できることが分かる。

【 0 0 2 8 】

(実施例 3)

アルカリイオンとして Na イオンのみが含まれるアルミノボロシリケート系ガラス基板上に、所定の光導波路パターンの開口を有する Ti のイオン交換制御膜を形成し、 AgNO_3 と NaNO_3 よりなる溶融塩 (AgNO_3 濃度 5 %) 中に、 280°C で 120 分間浸漬する第 1 のイオン交換を行い、基板表面に屈折率増加部分を形成する。続いて、基板表面のイオン交換制御膜をエッチングにより除去する。その後、 NaNO_3 溶融塩中で電界を印加した第 2 のイオン交換を、 280°C 、 150 V/mm の電界強度の下で 120 分間行い、基板表面に形成された屈折率増加部分を基板内部に埋め込む。更に、第 2 のイオン交換と同一温度、同一溶融塩中で、120 分間の熱処理を行った。

【 0 0 2 9 】

この条件で作製した $3.5 \mu\text{m}$ の光導波路の屈折率増加イオンの濃度プロファイルを BSE (back scattered electron) により分析した結果を図 9 に示す。また図 10 に本発明方法 (上記実施例 3) の場合の屈折率増加イオンの断面濃度プロファイルを示す。これらの結果から、第 2 のイオン交換工程後に熱処理を行う本発明により、埋め込み深さが $10 \mu\text{m}$ 以上となるように十分大きく、深さ方向に関してより対称性の良好な屈折率分布をもつ光導波路に整形できることが分かる。また、図 3 の従来技術と比べれば明瞭なように、図 10 (本発明方法) では、上下方向 (深さ方向) で非対称の度合いが大きく改善され、特に中央部ではほぼ真円になっていることが分かる。

【 0 0 3 0 】

なお、上記の例では、熱処理工程を第 2 のイオン交換に用いたのと同じ溶融塩中に浸漬しながら行っているが、該溶融塩から取り出して別の雰囲気中での熱処理プロセスで行ってもよい。

【 0 0 3 1 】

【 発明の効果 】

本発明は上記のように、原理的には 2 段階イオン交換法を用いる埋め込み型光導波路の製造方法を利用し、その第 2 のイオン交換工程、あるいは第 2 のイオン交換工程後の処理を工夫したことにより、屈折率増加部分を十分な深さに埋め込むことができ、そのため低損失であり、しかもその屈折率増加部分を軸対称性が良好となるように整形でき、そのため光ファイバとの整合性を改善できる。

【 図面の簡単な説明 】

【 図 1 】 実施例 1 - 1 における光導波路の屈折率増加イオンの濃度プロファイル。

【 図 2 】 本発明方法による光導波路の屈折率増加イオンの断面濃度プロファイル。

【 図 3 】 従来技術による光導波路の屈折率増加イオンの断面濃度プロファイル。

【 図 4 】 実施例 1 - 2 における光導波路の屈折率増加イオンの濃度プロファイル。

【 図 5 】 実施例 2 - 1 における光導波路の屈折率増加イオンの濃度プロファイル。

【 図 6 】 本発明方法による光導波路の屈折率増加イオンの断面濃度プロファイル。

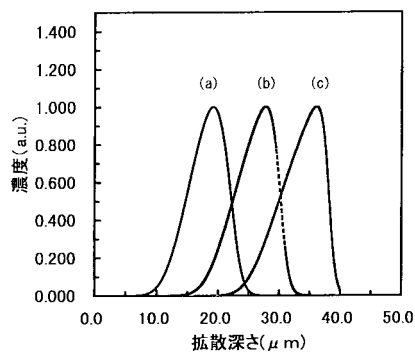
【 図 7 】 実施例 2 - 2 における光導波路の屈折率増加イオンの濃度プロファイル。

【図 8】実施例 2 - 3 における光導波路の屈折率増加イオンの濃度プロファイル。

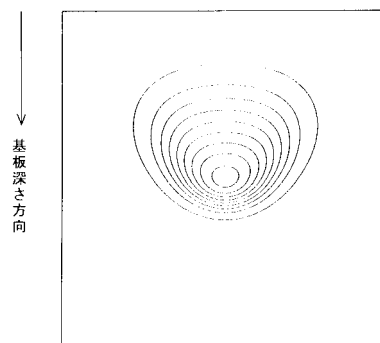
【図 9】実施例 3 における光導波路の屈折率増加イオンの濃度プロファイル。

【図 10】本発明方法による光導波路の屈折率増加イオンの断面濃度プロファイル。

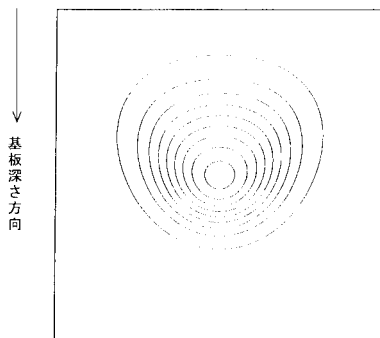
【図 1】



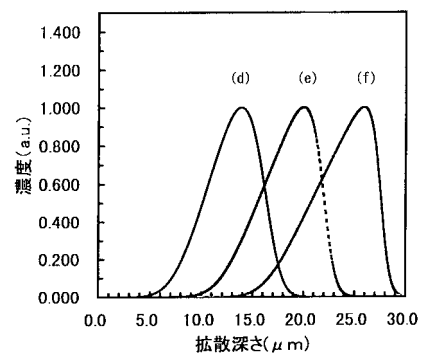
【図 3】



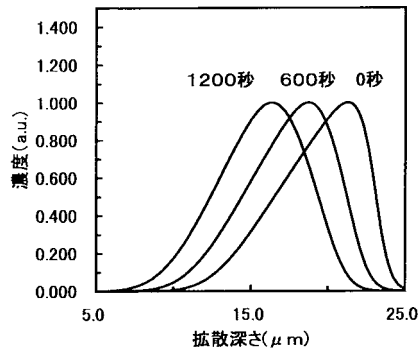
【図 2】



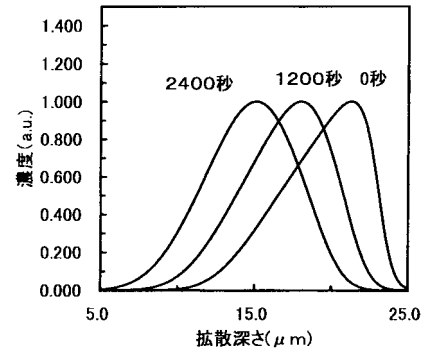
【図 4】



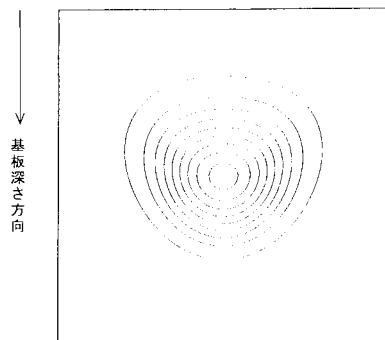
【図 5】



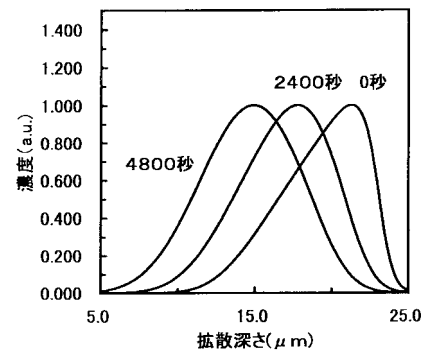
【図 7】



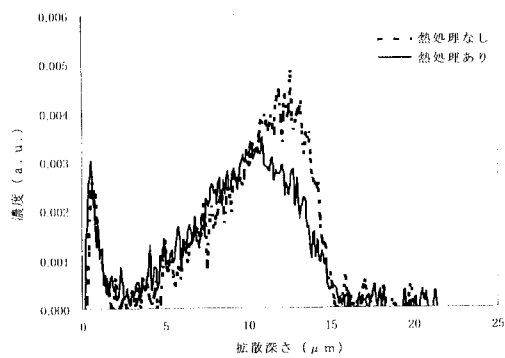
【図 6】



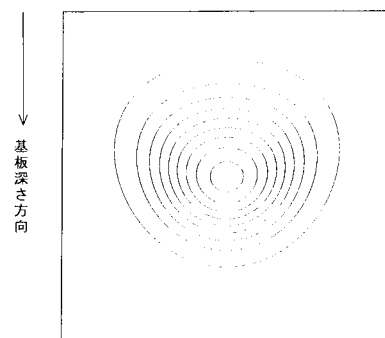
【図 8】



【図 9】



【図 10】



フロントページの続き

(72)発明者 安間 康浩

東京都港区新橋5丁目3番11号 富士電気化学株式会社内

審査官 多田 春奈

(56)参考文献 特開昭58-136007(JP,A)

特開昭60-149009(JP,A)

Kazuyoshi Hakamata, Junko Ishizu, Tatsushi Kunou, Tomonori Ichikawa and Yasuhiro Anma
, Effect of Concentration-Dependence on Ion-Exchanged Channel Waveguide Profile , J. A
pp. Phys , 2000年 , Vol.39 , PP.1481-1486

(58)調査した分野(Int.Cl. , DB名)

G02B 6/12-6/14

C03B 1/00-5/44、8/00-8/04、
19/12-20/00

C03C 15/00-23/00

JSTPlus(JDreamII)

JST7580(JDreamII)