



HAL
open science

Echange protonique doux sur Mg:LiNbO₃

Tommaso Lunghi, Florent Doutre, Getachew Ayenew, Hervé Tronche,
Sébastien Tanzilli, Pascal Baldi, Marc de Micheli

► **To cite this version:**

Tommaso Lunghi, Florent Doutre, Getachew Ayenew, Hervé Tronche, Sébastien Tanzilli, et al..
Echange protonique doux sur Mg:LiNbO₃. Journées Nationales d'Optique Guidée, Jul 2017, Limoges,
France. hal-01636609

HAL Id: hal-01636609

<https://hal.science/hal-01636609>

Submitted on 16 Nov 2017

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

ÉCHANGE PROTONIQUE DOUX SUR Mg:LiNbO₃

Tommaso LUNGI, Florent DOUTRE, Guillaume LEGOFF, Getachew AYENNEW, Hervé TRONCHE, Sébastien TANZILLI, Pascal BALDI, Marc DE MICHELI

Université Côte d'Azur, CNRS, Institut de Physique de Nice (UMR 7010), France

florent.doutre@unice.fr

RÉSUMÉ

Nous montrons qu'un guide d'onde inscrit par échange protonique doux sur un substrat Mg:LiNbO₃ permet de conserver les non-linéarités et la résistance à l'effet photoréfractif de ce matériau.

MOTS-CLEFS : photoréfractivité ; niobate de lithium dopé magnésium ; échange protonique doux

1. INTRODUCTION

La conversion non linéaire de fréquences dans le niobate de lithium congruent (CLN : *Congruent Lithium Niobate*) est limitée par l'effet photoréfractif souvent considéré comme un dommage optique (PRD : *Photo-Refractive Damage*) [1]. Cet effet est efficacement réduit par différents dopages du substrat, notamment en oxyde de magnésium (Mg:LN), pour lequel le PRD est réduit de 3 ordres de grandeurs [2]. Cependant, ce matériau n'est pas parfaitement compatible avec les techniques usuelles de fabrication de guides d'onde : la technique de diffusion titane est fondamentalement une source de PRD, et l'échange proton avec recuit engendre une baisse du coefficient non linéaire du matériau [3] ainsi qu'un PRD accru par rapport au substrat vierge [4]. Nous avons adapté la technique d'échange protonique doux (SPE : *Soft Proton Exchange*) à ces substrats dopés en MgO, ce qui nous a permis d'obtenir des guides d'onde dans lesquels les non-linéarités sont préservées et qui supportent des puissances guidées au moins dix fois plus importantes que des guides similaires réalisés sur CLN.

2. ÉLABORATION DES GUIDES D'ONDE

L'échange protonique consiste à substituer des ions Li⁺ de la matrice cristalline par des protons en plongeant le substrat dans un bain acide à haute température. Le SPE consiste à limiter le taux de substitution (typiquement en dessous de 20%) en utilisant un bain d'acide benzoïque tamponné par du benzoate de lithium (BL), ce qui limite la quantité de protons disponible et par conséquent le taux de substitution. De plus, il s'agit d'un échange à très haute température, ce qui permet aux protons d'avoir assez d'énergie pour prendre position sur des sites cristallins et non sur des sites interstitiels [5]. Cela permet de conserver la phase cristalline originelle du matériau. Afin de déterminer la dose de protons nécessaire à l'obtention d'un SPE, nous avons procédé à des échanges de type guides plans sur un substrat LN en coupe Z dopé à 5% en Mg:O avec différents taux de BL (ρ_{LB}). La présence résiduelle d'eau pouvant modifier l'acidité du bain, la préparation des poudres et des échantillons se fait en environnement à hygrométrie contrôlée (4.3% d'humidité), l'échange prend place dans des enceintes (tubes en verre ou conatiner en zirconium) qui sont pompées à vide ($P \approx 3 \times 10^{-3}$ mbar), scellées hermétiquement et étuvées à 300°C pour une durée de 12 à 72 heures, ajustée en fonction de ρ_{LB} .

3. PROFIL D'INDICE DES GUIDES

Une fois l'échange terminé, chaque échantillon est caractérisé par la technique des M-lines [6] qui consiste à injecter un faisceau laser visible ($\lambda = 633$ nm) via un couplage par prisme dans les différents modes optiques susceptibles de se propager dans le guide plan (multimode à cette longueur d'onde), puis à mesurer l'angle de sortie à travers un second prisme. Chaque angle permet le calcul de l'indice effectif du mode optique guidé, ce qui permet la reconstruction du profil d'indice du guide plan. Les

différents profils obtenus sont visibles sur la figure 1a, ainsi qu'un profil SPE typique obtenu sur CLN. Trois régimes sont identifiables, analogues à ceux connus pour le SPE sur CLN :

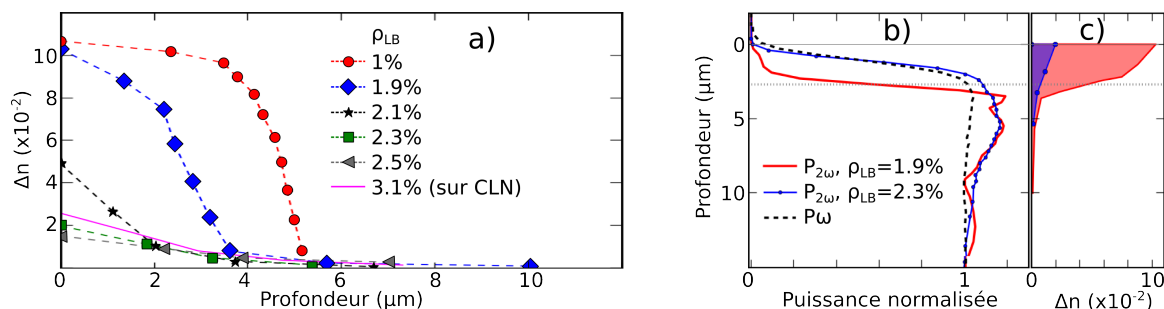


FIGURE 1 : a) Profil d'indice pour différents taux ρ_{LB} . La durée d'échange est de 24 h pour l'échantillon $\rho_{LB} = 1\%$ et de 72 h autrement. Un profil SPE typique obtenu sur CLN est également présenté. b) Profil en profondeur de la génération de seconde harmonique de surface ($P_{2\omega}$) de deux guides plans Mg:LN. Le signal fondamental réfléchi (P_{ω}) sert de référence, indiquant la position en profondeur. c) Profil d'indice de ces mêmes guides à 633 nm.

- **profil à saut d'indice**, $\rho_{LB} < 1.9\%$: correspond à des guides PE (*Proton Exchanged* [7]), le taux de substitution à la surface du guide est important, la modification d'indice sature à $\Delta n = 0.107$, correspondant à des modifications fortes de la maille cristalline ;
- **profil exponentiel**, $\rho_{LB} > 2.1\%$: il s'agit de ce que l'on appelle le régime SPE, il conserve la phase cristalline du substrat tout au long de l'élaboration ;
- **profil hybride saut/exponentiel**, $1.9\% \leq \rho_{LB} \leq 2.1\%$: le profil comprend une diffusion exponentielle en profondeur avec une partie saut d'indice en surface, liée à une altération partielle du réseau cristallin.

On note que le SPE sur substrat Mg:LN nécessite un plus fort taux d'acidité pour donner un profil d'indice similaire à qu'on obtient sur CLN, ce qui peut s'expliquer un nombre de sites vacants moindre du fait du dopage.

4. CARACTÉRISATION DU COEFFICIENT NON LINÉAIRE

La préservation du coefficient non linéaire d_{33} est estimé par une mesure de génération de seconde harmonique (SHG : *Second Harmonic Generation*) en réflexion [8]. Un laser de pompe femtoseconde à 1550 nm est focalisé sur la face d'entrée du guide, l'échantillon est translaté via un actuateur piézoélectrique. Les signaux harmoniques et fondamentaux réfléchis sont séparés à l'aide d'une miroir dichroïque. La figure 1b montre les puissances normalisées de l'harmonique ($P_{2\omega}$) et du fondamental (P_{ω}) en fonction de la position en profondeur.

On constate pour l'échantillon $\rho_{LB} = 2.3\%$ (SPE) que les profils en profondeur se superposent, ce qui indique que l'effet non linéaire se produit dès la surface du guide. A contrario, pour l'échantillon $\rho_{LB} = 1.9\%$ (profil hybride) l'harmonique apparaît à une profondeur de $2.5\ \mu\text{m}$, indiquant que la couche superficielle a perdu ses propriétés non linéaires. La figure 1c rappelle le profil d'indice de ces deux échantillons, la partie saut d'indice du second correspond bien à la zone dégradée.

5. EFFET PHOTORÉFRACTIF DANS DES GUIDES CANAUX

En s'appuyant sur ces résultats nous avons réalisés des micro-guides SPE de largeur $6\ \mu\text{m}$ sur des substrats de Mg:LN en limitant latéralement l'échange par des techniques usuelles de lithographie, dépôt de silice et *lift-off*. Le caractère monomode du guide est vérifié en imageant la sortie du guide en champ lointain à 1550 nm et en modifiant les conditions d'injection (figure 2a). Les pertes optiques, mesurées via le contraste des franges des résonances Fabry-Perot des échantillons sont inférieures à $1\ \text{dB}\cdot\text{cm}^{-1}$. La caractérisation des effets photoréfractifs est effectuée en injectant un laser impulsif picoseconde de longueur d'onde 710 nm cadencé à 76 MHz. Le régime impulsif et la longueur

d'onde visible sont choisis pour exacerber le PRD. Celui-ci est évalué selon le protocole suivant : on injecte un faisceau laser dans le guide, dont on mesure la puissance en sortie de guide après collimation. Par la suite, on défocalise la lentille de collection pour ne récolter dans le détecteur qu'une partie du faisceau. La modification du profil d'indice du guide par l'effet photoréfractif provoque une instabilité de la distributions d'énergie dans le guide et donc une fluctuation temporelle de la puissance mesurée dans la configuration défocalisée. Les fluctuations pour différents niveaux de puissance totale transmise à travers le guide sont présentées en figure 2b pour un échantillon CLN et figure 2c pour un échantillon dopé. Les fluctuations sur CLN pour $P > 300\mu\text{W}$ étant trop rapides pour notre système de détection, leur amplitude est artificiellement réduite. Jusqu'à ce niveau de puissance on n'observe aucune fluctuation dans les guides réalisés sur substrat dopé MgO.

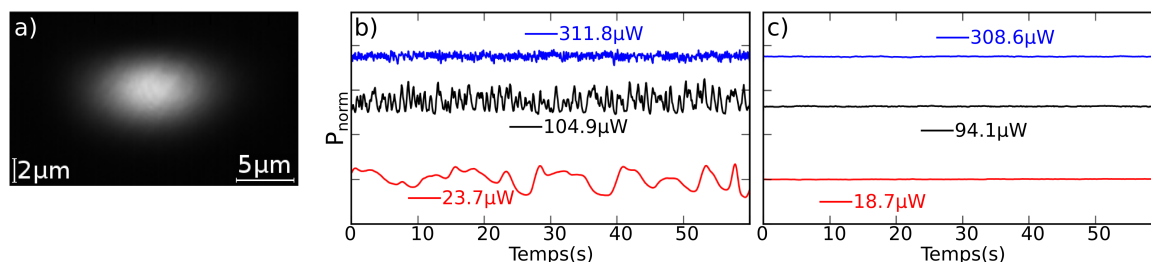


FIGURE 2 : a) Photographie du mode à 1550 nm en sortie d'un guide Mg:LN. Fluctuations d'intensité (normalisée) en sortie de guides d'onde sur substrat b) CLN et c) Mg:LN.

6. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Les résultats présentés ici montrent qu'il est possible d'adapter l'échange protonique doux pour réaliser des guides dans le niobate de lithium dopé à 5% en oxyde de magnésium. Ces guides présentent les mêmes types de profil d'indice que dans le niobate de lithium congruent, le coefficient non linéaire du matériau est préservé et les guides sont au moins 10 fois plus résistants aux dommages optiques que des guides semblables réalisés sur CLN. De nouveaux échantillons sont en cours de fabrication dans des substrats de niobate de lithium dopés MgO polarisés périodiquement afin de réaliser des doubleurs de fréquence intégrés et tester leurs performances aux courtes longueurs d'onde.

Les auteurs remercient les projets PICQUE (Europe FP7-ITN n°608062) et INQCA (ANR-14-CE26-0038-02) pour leur soutien financier.

RÉFÉRENCES

- [1] A. M. Glass *et al.*, "Excited state polarization, bulk photovoltaic effect and the photorefractive effect in electrically polarized media," *J. Electron. Mat.* vol. 4, pp. 915–, 1975
- [2] D. A. Bryan *et al.*, "Increased optical damage resistance in lithium niobate," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 44, pp. 847–849, 1984
- [3] J. Sun *et al.*, "Correlation of infrared spectra and phase transitions in annealed proton-exchanged MgO doped LiNbO₃," *J. Appl. Phys.*, vol. 117, pp. 0431102, 2015
- [4] S. Steinberg *et al.*, "Comparison of photorefractive-index changes in annealed-proton-exchanged channel waveguides in MgO-doped and congruent LiNbO₃," *Opt. Lett.*, vol. 20, pp. 683–685, 1995
- [5] S. Chen *et al.*, "Loss mechanisms and hybrid modes in high- δ ne proton-exchanged planar waveguides," *Opt. Lett.*, vol. 18, pp. 1314–1316, 1993
- [6] P. K. Tien *et al.*, "Theory of Prism-Film Coupler and Thin-Film Light Guides," *J. Opt. Soc. Am.*, vol. 60, pp. 1325–1337, 1970
- [7] R. V. Roussev, *Optical-frequency mixers in periodically poled lithium niobate : materials, modelling and characterization*, Ph.D. thesis, Stanford University, 2006
- [8] S. A. Denev *et al.*, "Probing Ferroelectrics Using Optical Second Harmonic Generation," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 94, pp. 2699–2727, 2011